

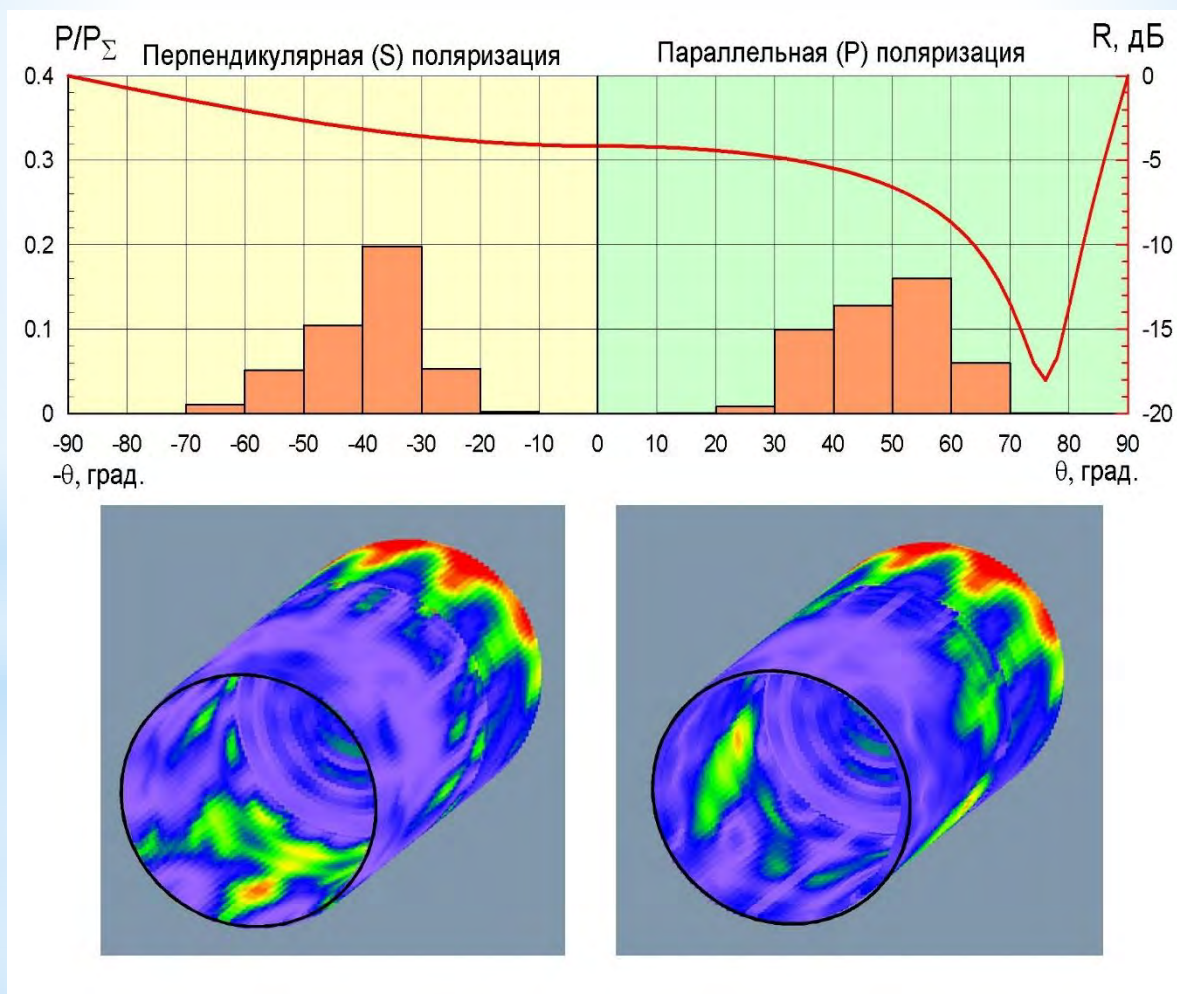


Издательство ИТПЭ РАН

ISSN 2949-0553

# СОВРЕМЕННАЯ ЭЛЕКТРОДИНАМИКА

научный рецензируемый журнал



ВЫБОР ЭЛЕКТРОДИНАМИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ПОКРЫТИЯ ВНУТРЕННЕЙ ПОВЕРХНОСТИ  
МЕТАЛЛИЧЕСКОЙ ПОЛОСТИ  
В.Н. Кисель, А.С. Кожеко

2023

февраль -  
март

№ 1 (3)

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки  
Институт теоретической и прикладной электродинамики  
Российской академии наук

Журнал основан в 2022 году

Выпуск № 1 (3)

# **Современная электродинамика**

**научный рецензируемый журнал**

Под редакцией академика РАН А.Н. Лагарькова

Москва, 2023

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки

Институт теоретической и прикладной электродинамики Российской академии наук

**ISSN 2949-0553**

Современная электродинамика

Научный рецензируемый журнал. Издаётся с октября 2022 года.

Выходит один раз в два месяца.

**№ 1 (3)**

**февраль - март 2023**

*Главный редактор* академик РАН А.Н.Лагарьков

*Редакционная коллегия:* к.т.н. Н.П. Балабуха, к.т.н. К.М. Басков, к.т.н. А.А. Башарин, д.ф.-м.н. А.П. Виноградов, д.ф.-м.н. А.А. Дорофеев, д.ф.-м.н. В.Н. Кисель, к.ф.-м.н. К.И. Кугель, д.ф.-м.н. А.М. Мерзликин, д.ф.-м.н. А.А. Пухов, д.ф.-м.н. А.Л. Рахманов, д.ф.-м.н. А.В. Рожков, д.ф.-м.н. К.Н. Розанов, к.т.н. И.А. Рыжиков, д.ф.-м.н. А.К. Сарычев, к.ф.-м.н. В.С. Солосин

*Адрес редакции:*

125412, г. Москва, ул. Ижорская, д.13, стр. 6

тел., факс 8 (495) 484-26-33

эл.почта [electrodynamics@mail.ru](mailto:electrodynamics@mail.ru)

Свидетельство о регистрации Эл № ФС77-83666 от 26.07.2022 г.

Подписано в печать 20.03.2023. Тираж 30 экз.

© ИТПЭ РАН, 2023

# Содержание номера

<b>1</b>	<b>Вопросы экспериментальной электродинамики</b>	<b>4</b>
	Балабуха Н.П., Зубов А.С., Меньших Н.Л., Никитенко А.В., Солосин В.С. ОЦЕНКА ВЛИЯНИЯ ОТРАЖЕНИЯ ОТ ПОТОЛКА БЭК НА ПОЛЕ В РАБОЧЕЙ ЗОНЕ КОМПАКТНОГО ПОЛИГОНА В ЗАВИСИМОСТИ ОТ УГЛА ПОВОРОТА ПИРАМИДАЛЬНОГО РПМ . . . . .	4
	Долматов А.В., Маклаков С.С., Гаранов В.А., Беляйков И.Н., Петров Д.А., Осипов А.В., Старостенко С.Н. УЧЁТ ФОРМЫ ЧАСТИЦ НАПОЛНИТЕЛЕЙ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ ПРИ ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ ДЛЯ ОЦЕНКИ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ПРОНИЦАЕМОСТИ . . . . .	10
<b>2</b>	<b>Вычислительная электродинамика</b>	<b>17</b>
	Кисель В.Н., Кожеко А.С. ВЫБОР ЭЛЕКТРОДИНАМИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ПОКРЫТИЯ ВНУТРЕННЕЙ ПОВЕРХНОСТИ МЕТАЛЛИЧЕСКОЙ ПОЛОСТИ . . .	17
	Лебедев А.М., Фурманова Т.А. ДИФFUЗНОЕ РАССЕЙЯНИЕ СИСТЕМОЙ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ТРЕУГОЛЬНИКОВ . . . . .	30
<b>3</b>	<b>Взаимодействие электромагнитного поля с материалами</b>	<b>36</b>
	Артёмова А.В., Маклаков С.С., Гаранов В.А., Беляйков И.Н. АНАЛИЗ ТЕРМИЧЕСКОЙ СТОЙКОСТИ ПОРОШКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ЖЕЛЕЗА . . . . .	36
	Афанасьев К.Н., Богинская И.А., Седова М.В., Слипченко Е.А., Аверьянова А.Д., Рыжиков И.А. ЭФФЕКТ ДОПОЛНИТЕЛЬНОГО УСИЛЕНИЯ АМПЛИТУДЫ ГКР СПЕКТРОВ МИОГЛОБИНА, ОСАЖДЕННОГО ПОД ВОЗДЕЙСТВИЕМ УЛЬТРАЗВУКА НА ПРЕДВАРИТЕЛЬНО НАНОСТРУКТУРИРОВАННУЮ ПОВЕРХНОСТЬ ПЛЕНОК Ag . . . . .	42

# ОЦЕНКА ВЛИЯНИЯ ОТРАЖЕНИЯ ОТ ПОТОЛКА БЭК НА ПОЛЕ В РАБОЧЕЙ ЗОНЕ КОМПАКТНОГО ПОЛИГОНА В ЗАВИСИМОСТИ ОТ УГЛА ПОВОРОТА ПИРАМИДАЛЬНОГО РПМ

Балабуха Н.П.<sup>1</sup>, Зубов А.С.<sup>1</sup>, Меньших Н.Л.<sup>1</sup>, Никитенко А.В. \*<sup>1</sup>, Солосин В.С.<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт теоретической и прикладной электродинамики Российской академии наук, Москва, Россия

Статья поступила в редакцию 01.02.2023

Одобрена после рецензирования 15.02.2023

Принята к публикации 14.03.2023

## Аннотация

В безэховых камерах и компактных полигонах стены, пол и потолок, как правило, покрывают радиопоглощающим материалом (РПМ) пирамидального типа. Отраженное этим материалом поле включает в себя не только зеркальное отражение, но и гармоники Флоке, направление распространения которых зависит в том числе от частоты. Как правило, РПМ пирамидальной формы располагают на потолке, ориентируя основания пирамидок вдоль краев потолка, однако возможно и расположение под некоторым углом к краю потолка. Угол, под которым размещен РПМ, влияет на то, попадает поле от гармоник Флоке в рабочую зону или нет. В данной работе предложен способ численной оценки влияния поворота РПМ на потолке БЭК на поле в рабочей зоне. Задача отражения от двухпериодической структуры решена методом связанных волн с некоторыми модификациями, улучшающими сходимость и увеличивающими скорость счета. Точное решение этой задачи позволяет определить амплитуды гармоник Флоке. Используя выражения для углов, определяющих направления распространения этих гармоник, проведена оценка геометрических параметров области рабочей зоны, в которую попадают гармоники. Суммирование полей гармоник с рассчитанными амплитудами позволило оценить вклад гармоник Флоке в неравномерность поля рабочей зоны.

**Ключевые слова:** радиопоглощающий материал, безэховая камера, компактный полигон

EDN FIBZUP

## Введение

Двухпериодические пирамидальные радиопоглощающие материалы (РПМ) получили широкое распространение в безэховых камерах (БЭК) [1]. Такие РПМ представляют собой периодическую решётку из пирамид, выполненных из материала с электрическими потерями. Стороны основания пирамид необязательно равны, соответственно, периоды повторения по осям  $X$  и  $Y$  -  $\Lambda_x$ ,  $\Lambda_y$  - могут быть различными. РПМ пирамидальной формы обладают низким коэффициентом зеркального отражения при нормальном падении волны, например, при падении на заднюю стенку БЭК. Однако вблизи устройств формирования поля, таких как коллиматор, волна падает на РПМ под скользящими углами [2]. В случае такого падения волны на РПМ возрастает не только отражение в зеркальном направлении, которое зачастую не попадает в рабочую зону БЭК, но и возрастает отражение в направлениях, определяемых гармониками Флоке [3]. Амплитуда гармоник Флоке определяется как периодом пирамидального материала, так и углом поворота пирамид  $\varphi$  (рис. 1, справа) по отношению к направлению распространения падающей волны.

## Описание метода и результаты

В данной работе рассматривалась задача оценки влияния гармоник Флоке на неравномерность поля в рабочей зоне с целью выбора оптимального угла поворота пирамид при размещении РПМ на потолке БЭК. Для анализа был выбран РПМ пирамидальной формы высотой 31.5 см и равными периодами вдоль осей  $X$  и  $Y$ :  $\Lambda_x = \Lambda_y = 10.2$  см. Зависимость диэлектрической проницаемости материала,

\* Автор, ответственный за переписку: Алексей Викторович Никитенко, kocheku@gmail.com

из которого состоит РПМ, от частоты представлена на рисунке 2. Оценка вклада в неравномерность поля в рабочей зоны проводилась в два этапа. Сначала вычислялась зависимость коэффициентов отражения от РПМ от частоты при различных углах падения плоской волны  $\theta$  и углах поворота  $\varphi = 0, 22.5$  и  $45$  градусов. Угол  $\theta$  - угол между волновым вектором и высотой пирамиды, угол  $\varphi$  - угол между плоскостью падения и одной из сторон основания пирамиды, угол  $\psi$ , задающий поляризацию волны, - угол между вектором электрической напряженности и плоскостью падения (рис. 1, справа). Расчет был выполнен с помощью программы, реализующей метод связанных волн [4] для двухпериодических дифракционных структур [5]. Примеры расчетов для двух поляризаций приведены на рис. 3 и 4. На этих рисунках представлены зависимости коэффициентов отражения гармоник Флоке. Распространение этих гармоник определяется углом  $\theta_{h_x h_y}$  (угол между осью Z и волновым вектором) и углом  $\varphi_{h_x h_y}$  (угол между осью X и плоскостью отражения), которые зависят от углов падения  $\theta, \varphi$ , и длины волны  $\lambda_0$  следующим образом:

$$\theta_{h_x h_y} = \sin^{-1} \sqrt{(\sin \theta \cos \varphi - h_x(\lambda_0/\Lambda_x))^2 + (\sin \theta \sin \varphi - h_y(\lambda_0/\Lambda_y))^2},$$

$$\varphi_{h_x h_y} = \tan^{-1} \frac{\sin \theta \sin \varphi - h_y(\lambda_0/\Lambda_y)}{\sin \theta \cos \varphi - h_x(\lambda_0/\Lambda_x)},$$

где  $(h_x, h_y)$  - индекс гармоники.

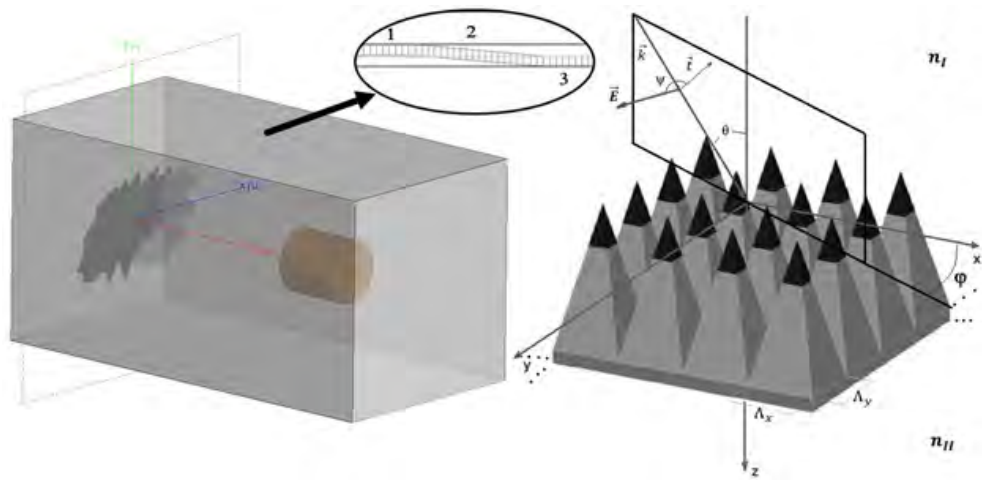


Рисунок 1 – Слева – условное изображение компактного полигона. Показана особенность потолка. Справа – постановка задачи отражения плоской волны от пирамидального РПМ

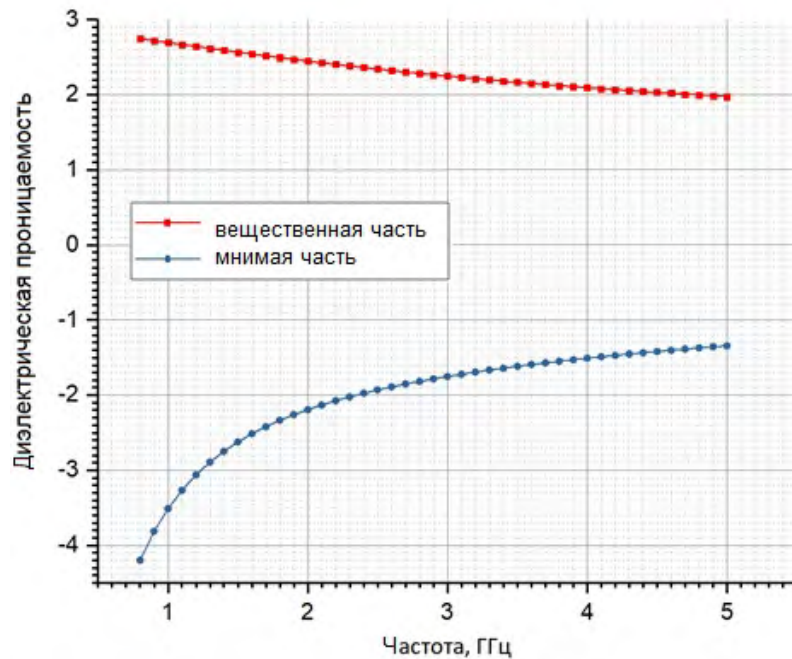


Рисунок 2 – Зависимость диэлектрической проницаемости материала, из которого состоит РПМ, от частоты

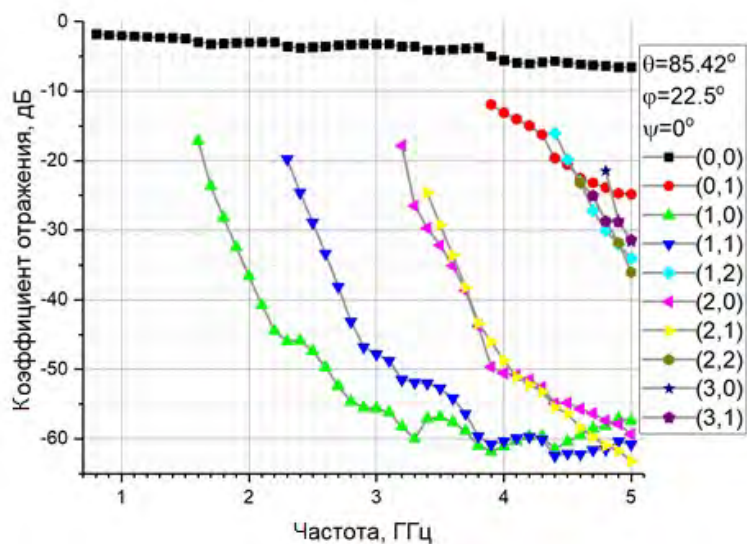


Рисунок 3 – Зависимости коэффициентов отражения зеркально отраженной волны и гармоник Флоке от частоты, ТМ-поляризация

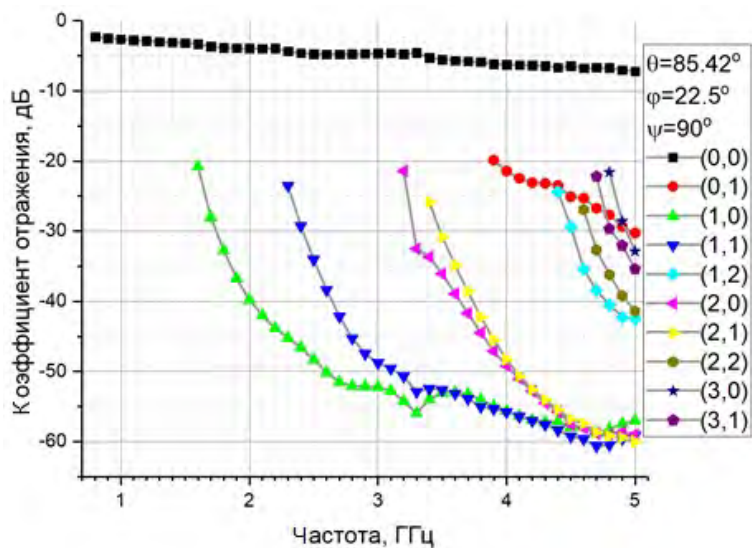


Рисунок 4 – Зависимости коэффициентов отражения зеркально отраженной волны и гармоник Флоке от частоты, ТЕ-поляризация

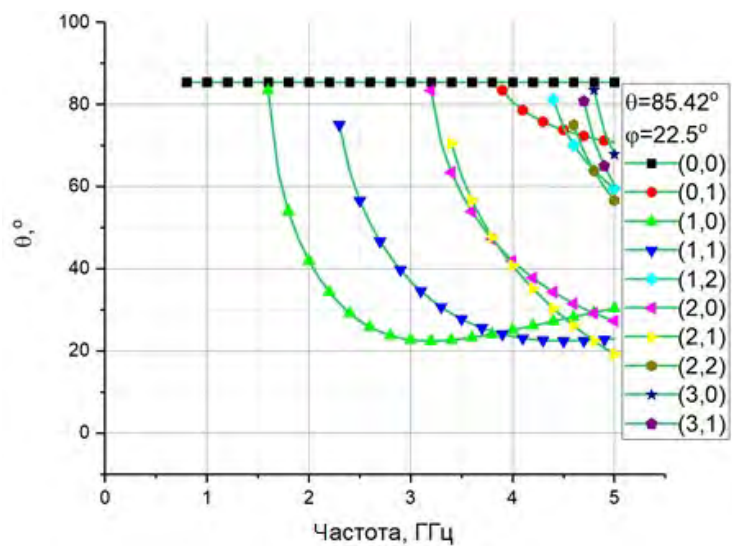


Рисунок 5 – Зависимости угла  $\theta_{h_x h_y}$  от частоты для гармоник Флоке

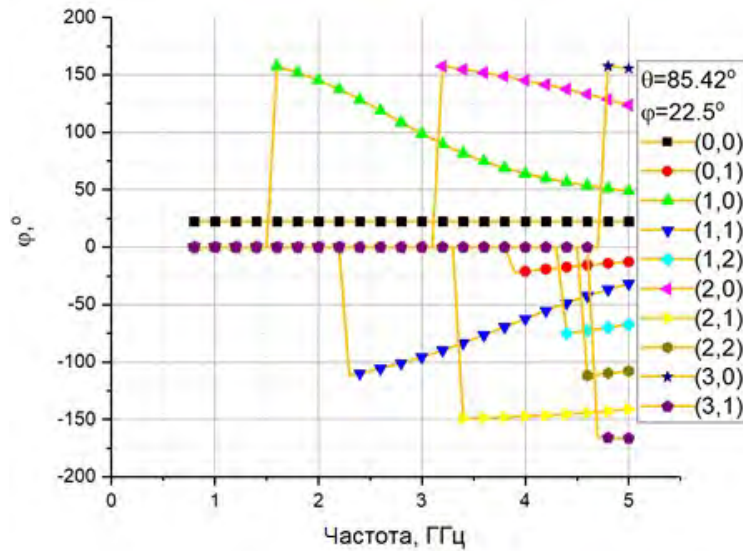


Рисунок 6 – Зависимости угла  $\varphi_{h_x h_y}$  от частоты для гармоник Флоке

Графики зависимости  $\theta_{h_x h_y}$ ,  $\varphi_{h_x h_y}$  от частоты приведены на рис. 5, 6. Далее был проведен анализ вклада отражения от потолка в неравномерность поля в рабочей зоне. Потолок БЭК состоит из трех сегментов – двух горизонтальных (отмечены на рис. 1, слева, цифрами 1 и 3), расположенных на разной высоте, и соединяющего скошенного сегмента (отмечен на рис. 1 цифрой 2). Угол скоса составляет  $4.58^\circ$ . Расчет проводился для сегмента 2, который попадает в область засветки полем коллиматора в геометрическом приближении. Для этого сегмента находилось направление падающей волны в геометрическом приближении, далее вычислялись направления и амплитуды зеркально отраженной волны и гармоник Флоке, часть из которых попадает в рабочую зону. В качестве примера на рисунках 7 и 8 показан результат расчета суммарного поля, образованного гармониками Флоке, на частоте 5 ГГц, при поляризации  $\psi = 90^\circ$  и угле поворота РПМ  $\varphi = 22.5^\circ$ . Отмеченная на рисунке 7 (а также и на рисунках 8 - 10 голубым цветом рабочая зона представляет собой цилиндр радиусом 3 метра и длиной образующей 12 метров. Внутри рабочей зоны выделяется также основная рабочая область вдвое меньшей длины и радиусом 3 метра. Указанные на рисунке 7 значения определялись как максимальные по всем сечениям камеры плоскостями  $X = \text{const}$ , а на рисунке 8 – плоскостями  $Z = \text{const}$ . Для наглядности на рисунке 8 гармоники, не попадающие в рабочую зону, опущены. Как видно, одна из гармоник Флоке попадает непосредственно в рабочую зону. На рис. 9 и 10 приведены результаты, аналогичные приведенным на рис. 7, на той же частоте 5 ГГц, но при двух других углах поворота РПМ –  $45^\circ$  и  $0^\circ$  соответственно.

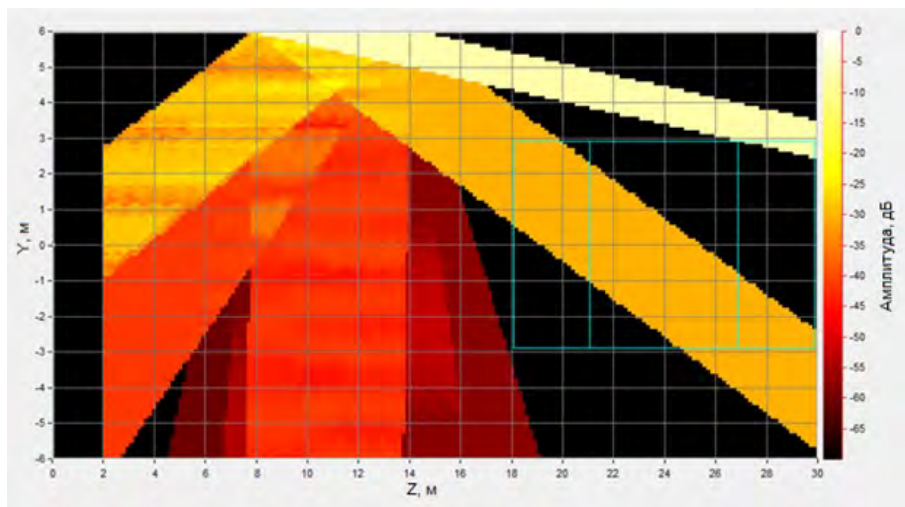


Рисунок 7 – Максимум отражения от скошенного сегмента потолка среди сечений БЭК  $X = \text{const}$ , частота 5 ГГц, ТЕ-поляризация. Угол поворота РПМ  $22.5^\circ$



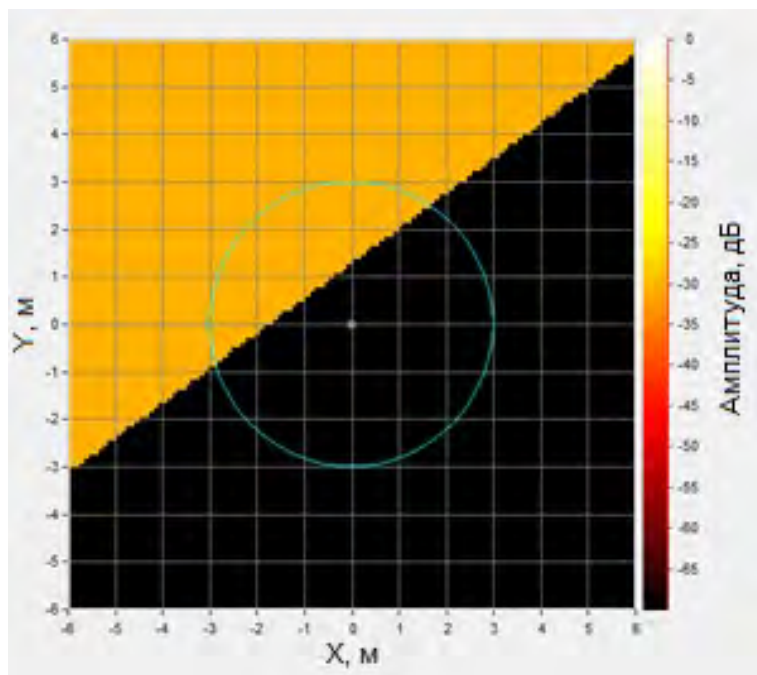


Рисунок 8 – Максимум отражения от скошенного сегмента потолка среди сечений БЭК  $Z = \text{const}$ , частота 5 ГГц, ТЕ-поляризация. Угол поворота РПМ  $22.5^\circ$ . Гармоники, не попадающие в рабочую зону, опущены

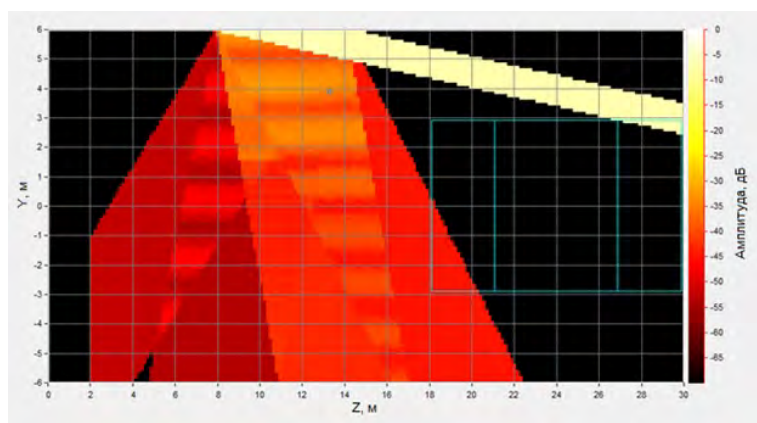


Рисунок 9 – Максимум отражения от скошенного сегмента потолка среди сечений БЭК  $X = \text{const}$ , частота 5 ГГц, ТЕ-поляризация. Угол поворота РПМ  $45^\circ$

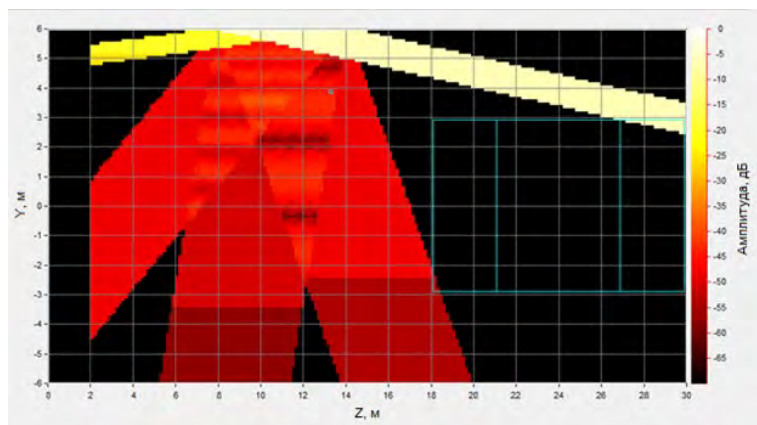


Рисунок 10 – Максимум отражения от скошенного сегмента потолка среди сечений БЭК  $X = \text{const}$ , частота 5 ГГц, ТЕ-поляризация. Угол поворота РПМ  $0^\circ$

## Заклучение

Анализ в широком диапазоне частот показал, что оптимальным углом поворота пирамид на скосе потолка является угол  $\varphi = 0^\circ$ , а при угле  $\varphi = 22.5^\circ$  гармоники Флоке вносят максимальный вклад в неравномерность поля в рабочей зоне, которая может достигать  $\pm 0.3$  дБ.

## Список литературы

- [1] Hemming L.H. Electromagnetic Anechoic Chambers: A Fundamental Design and Specification Guide. Wiley-IEEE Press, July 2002, 248 p.
- [2] Балабуха Н.П., Зубов А.С., Солосин В.С. Компактные полигоны для измерения характеристик рассеяния. М.: Наука, 2007.
- [3] Амитей Н., Галиндо В., Ву Ч.. Теория и анализ фазированных антенных решеток. Издательство Мир, 1974.
- [4] Morahan M.G., Grann E.B., Pommet D.A., Gaylord T.K. Formulation for stable and efficient implementation of the rigorous coupled-wave analysis of binary gratings. // J. Opt. Soc. Am. A 12, 1068-1076 (1995).
- [5] А.В. Никитенко, А.С. Зубов, Е.В. Булычев. 3D моделирование электромагнитного рассеяния на рпм методом связанных волн. // Журнал Радиоэлектроники (электронный журнал), номер 12, 2014 год. <http://jre.cplire.ru/jre/dec14/15/text.pdf>

### IMPACT ESTIMATE OF DIFFERENT CEILING RAM ORIENTATIONS ON THE QUIET-ZONE FIELD IN THE COMPACT RANGE

Balabukha N.P.<sup>1</sup>, Zubov A.S.<sup>1</sup>, Menshikh N.L.<sup>1</sup>, Nikitenko A.V.<sup>1\*</sup>, Solosin V.S.<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Institute for Theoretical and Applied Electromagnetics of RAS, Moscow, Russia

\*kocheku@gmail.com

#### Abstract

Pyramidal shaped radio-absorbing materials are commonly used in modern anechoic chambers as anechoic covering of the floor, ceiling and walls. Electro-magnetic field reflected from such materials includes Floquet's harmonics - fields propagating in several different directions. These directions depend on frequency, angle of incidence and angle of orientation of the pyramids to the plane of incidence. Different orientations may result in different impact on quiet-zone field. In this article we suggest a method of getting an estimate of this impact and its orientation angle dependence. Three-dimensional diffraction problem with periodic boundary conditions is solved using modified rigorous coupled-wave analysis. Modifications were made to increase numeric stability and efficiency. This strict-solution method allows getting values of the amplitudes of distinct Floquet's modes. Geometrical estimations of the localization of these modes can be made using appropriate expressions for the angles that set directions of propagation for the modes. The impact on the quiet-zone ripple has been estimated using summation of all the Floquet's fields non-evanescent at given frequency.

**Key words:** radio absorbing material, anechoic chamber, compact range

# УЧЁТ ФОРМЫ ЧАСТИЦ НАПОЛНИТЕЛЕЙ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ ПРИ ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ ДЛЯ ОЦЕНКИ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ПРОНИЦАЕМОСТИ

Долматов А.В. \* <sup>1,2</sup>, Маклаков С.С.<sup>1</sup>, Гаранов В.А.<sup>1</sup>, Беляйков И.Н.<sup>1</sup>, Петров Д.А.<sup>1</sup>,  
Осипов А.В.<sup>1</sup>, Старостенко С.Н.<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт теоретической и прикладной электродинамики Российской академии наук, Москва, Россия

<sup>2</sup> Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Московский физико-технический институт (национальный исследовательский университет)», Москва, Россия

Статья поступила в редакцию 31.01.2023

Одобрена после рецензирования 15.02.2023

Принята к публикации 14.03.2023

## Аннотация

Несмотря на устоявшуюся в отрасли производства порошковых материалов практику применения метода лазерной дифракции для гранулометрического анализа частиц, результаты, получаемые таким образом, могут оказаться ошибочными. При помощи трёх модельных порошков, отличающихся формой и размером частиц, показано, что недостаточная дезагрегация при применении метода лазерной дифракции завышает средний размер частиц более чем на 30 % от истинного значения, которое было получено при помощи электронной микроскопии. Также показано, что оценочные значения диэлектрической проницаемости с учётом несферичности частиц порошка, определенной на основе данных электронной микроскопии, совпадают с экспериментально измеренными значениями диэлектрической проницаемости композитов, где исследованные порошки служат наполнителем. Это указывает на необходимость проведения при детальном анализе диэлектрической проницаемости композитных материалов статистического анализа данных электронной микроскопии частиц включений.

**Ключевые слова:** диэлектрическая проницаемость, формулы смешения, электронная микроскопия, коэффициенты деполяризации, функциональные материалы

EDN CVVKBB

---

## Введение

Электродинамические характеристики в СВЧ диапазоне композитов с включениями микронного размера во многом определяются размером и формой частиц включений [1]-[2]. Точное определение размеров и формы частиц порошковых наполнителей, а также распределения частиц по размерам, являются актуальными задачами для анализа и оптимизации свойств материалов в современной электродинамике.

Наиболее распространенным методом определения распределения частиц по размерам является лазерный дифракционный анализ. Метод основан на рассеянии лазерного луча на частицах, распределённых в потоке иммерсионной жидкости или воздуха. Прибор регистрирует угловую зависимость интенсивности рассеянного частицами лазерного излучения и определяет диаметр «эквивалентной сферы», которая занимает тот же объём в пробе, что и исследуемая частица. Для частиц микронного и субмикронного размера при анализе дифракционной картины от ансамбля частиц используют теорию рассеяния Ми. Среди достоинств данного метода: экспрессность, возможность применения для анализа широкого класса порошковых материалов, долговечность применяемой аппаратуры, воспроизводимость данных при одинаковых условиях анализа, возможность одновременного анализа частиц с размерами от долей микрометров до сотен микрон. Ограничения данного метода состоят в низком разрешении частиц с близкими размерами и низкой чувствительности при определении частиц субмикронного размера. При выполнении анализа данным методом существенную роль играют условия проведения

---

\* Автор, ответственный за переписку: Артур Викторович Долматов, dolmatov.av@phystech.edu

измерений. Поскольку измерения проводят в потоке иммерсионной жидкости (воздуха), необходима дезагрегация частиц, которая осуществляется ультразвуковым воздействием. Условия дезагрегации частиц порошковых материалов существенно влияют на конечный результат. Особенностью данного метода является отсутствие возможности анализировать форму частиц [3]-[4].

Существуют и другие методы исследования размеров частиц порошков: метод фракционирования просеиванием через сита (который наиболее эффективен для частиц более 1 мм) и метод динамического рассеяния света (предназначен для исследования субмикронных частиц). Эти методы неприменимы к задачам данного исследования. Для анализа распределения частиц порошков по размерам и одновременно для анализа формы частиц возможно применение электронной микроскопии. Данный метод основан на обработке массива изображений частиц порошков, полученных при помощи электронного микроскопа.

В настоящей работе на примере трёх типов порошковых материалов экспериментально показано, что игнорирование формы частиц при анализе их размеров приводит к количественно различным результатам при исследовании диэлектрической проницаемости в композитах с диэлектрической матрицей.

## Экспериментальная часть

В работе исследовали три типа частиц – несферические частицы на основе аморфных сплавов ферромагнитных материалов с размерами 0-40 мкм и 90-125 мкм (фракционирование осуществлено при помощи сит с ячейками квадратного сечения с размером ячейки 40, 90 и 125 мкм соответственно) и сферические частицы карбонильного железа (средний размер 3 мкм).

Распределение частиц по размерам исследовали двумя методами. Анализ при помощи лазерной дифракции осуществляли с использованием прибора Fritsch Analyzette. Для анализа использовали 2 г порошка, в качестве иммерсионной жидкости использовали дистиллированную воду. Ультразвуковая обработка пробы проводилась в течение 30 секунд.

Второй метод заключался в исследовании изображений сканирующей электронной микроскопии с использованием электронного микроскопа JEOL JCM-7000. Для получения изображений порошок насыпали на электропроводящий скотч, после чего избыток частиц удаляли потоком сжатого воздуха. Для каждого типа порошка получали 10 изображений с одинаковым увеличением. Полученные массивы изображений обрабатывали в программе «topview 3.7» для считывания размеров частиц.

Измеряли наибольший и наименьший (в перпендикулярных направлениях) размеры частиц. По полученным данным строили гистограмму распределения частиц по размерам (в случае несферических частиц полученные размеры усредняли), а также гистограмму распределения отношения максимального размера к минимальному, т.е. по вытянутости. Суммарная выборка для каждого типа порошка составила 300 частиц, данные о которых были получены из изображений с электронного микроскопа.

Для измерений частотных дисперсий комплексных диэлектрической и магнитной проницаемостей исследуемые порошки смешивали с парафином для получения композиционного материала [5]. Перемешивание происходило выше температуры плавления парафина. Для достижения однородности распределения частиц в композите и предотвращения упорядочивания структурных элементов при охлаждении парафина ниже температуры плавления использовали непрерывное механическое перемешивание. Полученную композиционную массу формовали при помощи пресс-формы в тороид с внешним диаметром 7 мм и внутренним 3 мм. Толщина образцов составила 1-2 мм и была учтена при обработке результатов. Измерения проводили в коаксиальном волноводе, в диапазоне частот 0,1-20 ГГц при помощи векторного анализатора цепей. Комплексные значения диэлектрической и магнитной проницаемостей композита определяли по измеренным значениям комплексных S-параметров. Для анализа использовали экспериментально измеренное значение действительной части диэлектрической проницаемости при частоте 0,1 ГГц.

## Экспериментальные результаты и их обсуждение

Сканирующая электронная микроскопия показывает, что исследуемые частицы аморфных сплавов имеют несферическую форму (далее – несферические частицы) (Рис. 1 А, Б). Частицы железа обладают сферической формой и размером существенно меньшим 10 мкм (Рис. 1 В). На отдельных изображениях отчётливо видны образования, представляющие собой не частицы, а цепочки пересекающихся («слипшихся») сфер (Рис. 2). Данная особенность характерна для процесса осаждения металлического железа из пентакарбонила железа. Следует различать факт существования в составе порошка подобных образований и агрегацию частиц порошка при хранении. Данные явления приводят к завышению среднего размера частиц при гранулометрии. При этом агрегация может быть устранена

воздействием ультразвука, а цепочки слипшихся частиц являются неотъемлемой составляющей образца и под воздействием ультразвука не разрушаются.

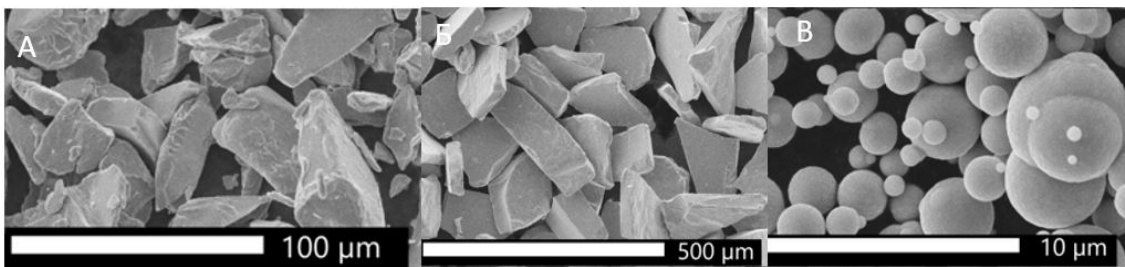


Рисунок 1 – Изображения с электронного микроскопа. А – несферические частицы, малая фракция, Б – несферические частицы, крупная фракция, В – сферические частицы карбонильного железа

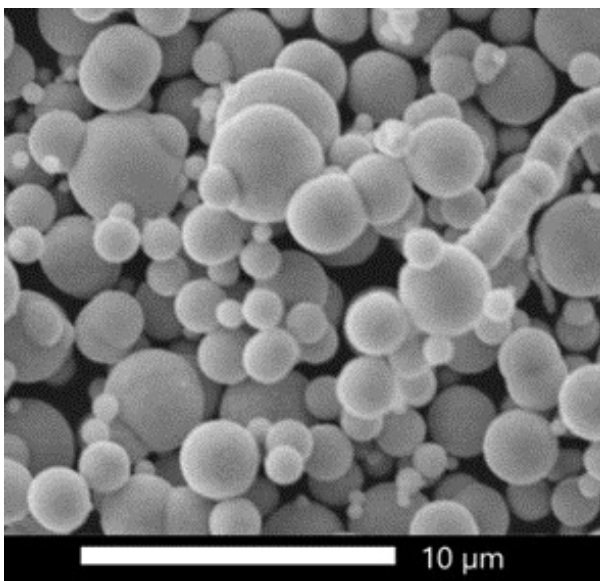


Рисунок 2 – Пример слипания нескольких частиц карбонильного железа

Гистограммы распределения несферических частиц по среднему размеру, полученные обоими применёнными методами для частиц крупных размеров, имеют одинаковое положение максимума (Рис. 3). Численные характеристики распределения размеров частиц, полученные обоими методами, также совпадают: 30 % общего количества частиц меньше в размере, чем 30 мкм, 50 % частиц меньше 40 мкм, 75 % частиц меньше 51 мкм (Таблица 1). Это означает, что данные о распределении частиц по размерам, полученные из изображений электронной микроскопии, являются корректными.

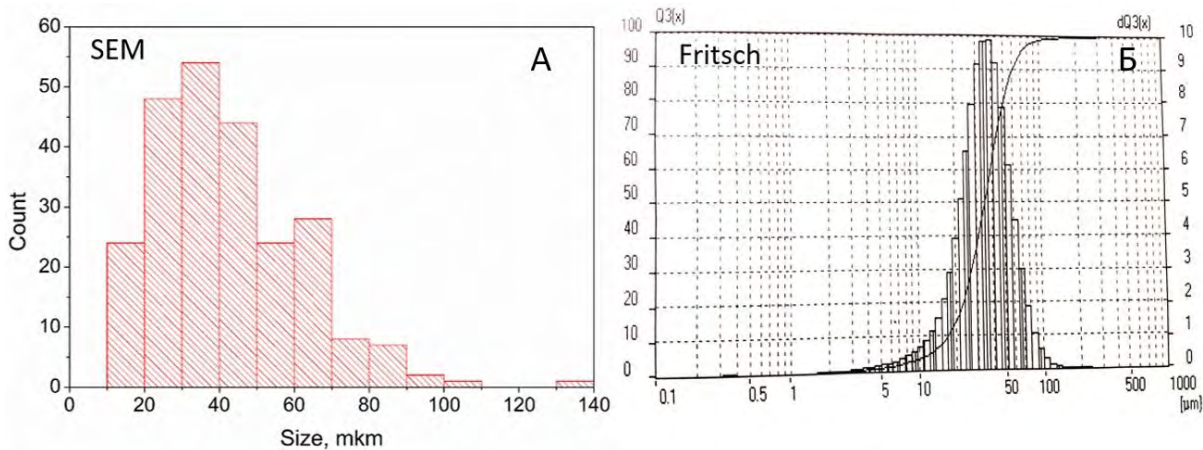


Рисунок 3 – Распределение несферических частиц, полученное а) методом обработки микроскопических изображений, б) методом лазерной дифракции

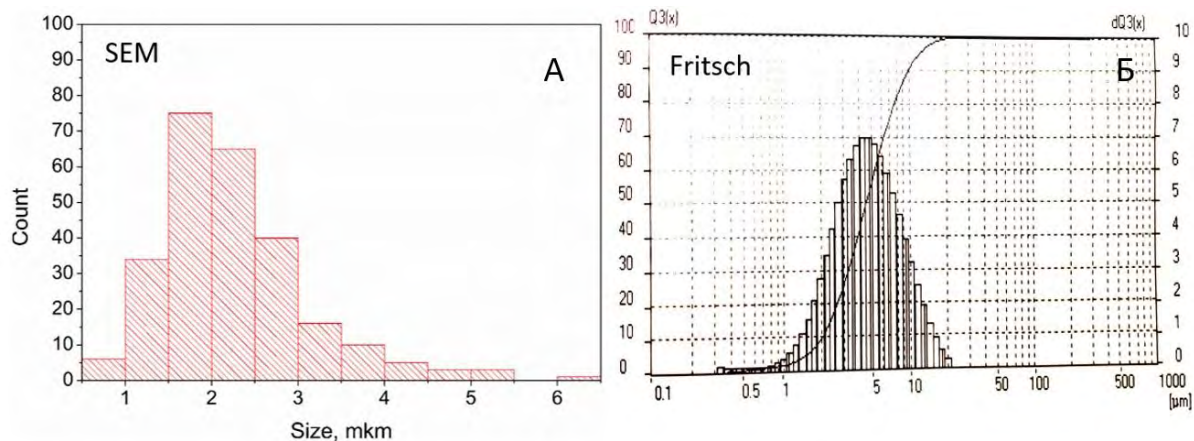


Рисунок 4 – Распределение сферических частиц, полученное а) методом обработки микроскопических изображений, б) методом лазерной дифракции

Таблица 1 – Данные по распределению размеров несферических и сферических частиц

Процент частиц меньше определённого размера, в мкм	Средние размеры несферических частиц методом микроскопии, мкм	Средние размеры несферических частиц методом дифракции, мкм	Средние размеры сферических частиц методом микроскопии, мкм	Средние размеры сферических частиц методом микроскопии, мкм
30 %	30	31	1,7	3,0
50 %	41	40	2,0	4,5
75 %	53	50	2,6	7,0
100 %	135	150-200	6,4	12,0

Для получения количественных характеристик частицы несферической формы описывали эллипсоидами. Измеряли наименьший и наибольший размеры каждой частицы в перпендикулярных направлениях. Отношение длины большей полуоси эллипса к меньшей представляет собой параметр «вытянутость» (elongation), который по смыслу соответствует эксцентриситету эллипса. Учитывая большую выборку полученных данных, гистограмма, демонстрирующая разделение полученных величин по классу размеров, иллюстрирует распределение частиц по параметру вытянутости.

Полученные данные показывают, что по вытянутости частиц крупная и мелкая фракции порошков отличаются незначительно, следовательно, стоит ожидать одинаковые значения  $\epsilon'$  композитов на основе этих двух сплавов. (Рис. 5).

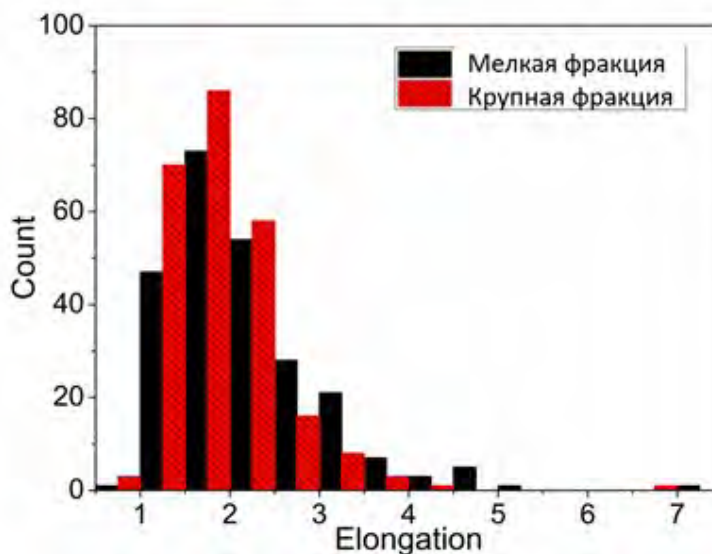


Рисунок 5 – Распределение двух фракций несферических частиц по форме (вытянутости)

## Измеренные частотные дисперсии диэлектрической и магнитной проницаемостей

Результаты измерений динамических магнитных характеристик композитов представлены на рисунке 6.

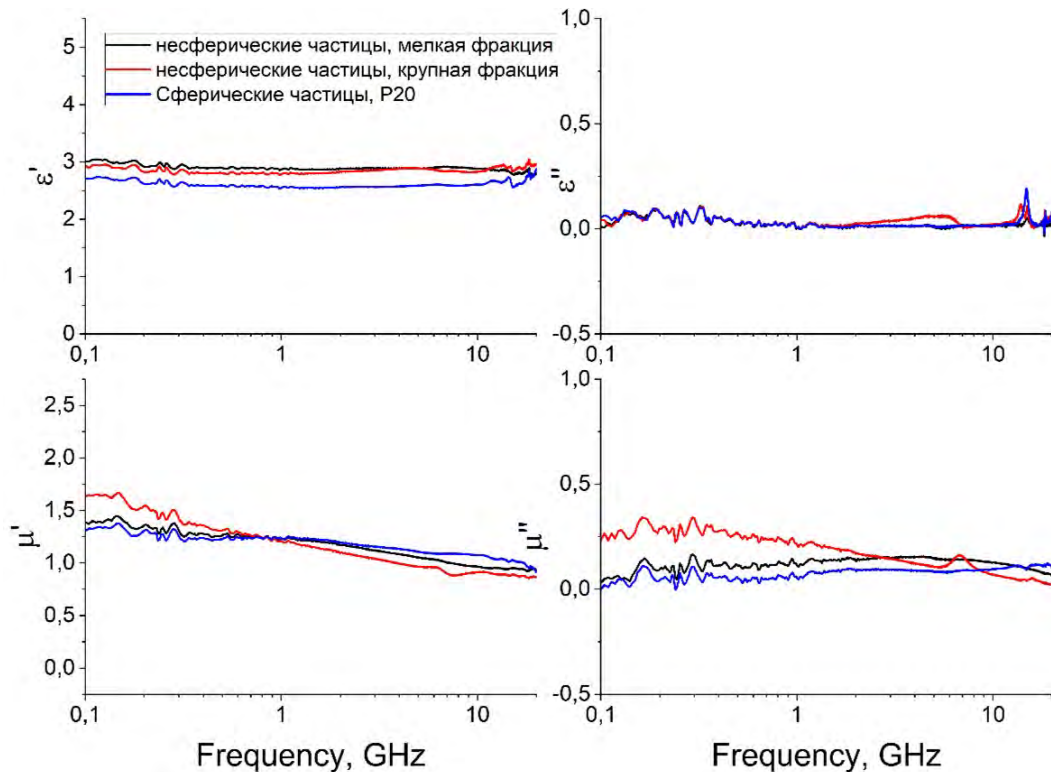


Рисунок 6 – Распределение двух фракций несферических частиц по форме (вытянутости)

Частотная дисперсия действительной части диэлектрической проницаемости  $\varepsilon'$  в исследуемом диапазоне частот отсутствует. Значения  $\varepsilon'$  для композитов с несферическими частицами превышают значения для композитов с частицами P-20. Различие в значении величины  $\varepsilon'$  композитов на основе аморфных сплавов составляет менее 3 %, поскольку частицы не отличаются по форме. По причине низкой концентрации включений электропроводность в исследованных композитах отсутствует. Значения  $\mu'$  для карбонильного железа согласуются с ранее полученными данными [6].

## Оценка значения диэлектрической проницаемости, аппроксимация включений эллипсоидами и параллелепипедами

Для оценки диэлектрической проницаемости композитов ( $\varepsilon_{eff}$ ) использовали формулу (Формула 1), где  $\varepsilon_{eff}$  - значение  $\varepsilon'$  композита,  $\varepsilon_e$  - значение  $\varepsilon'$  матрицы, в данном случае это парафин, и  $\varepsilon = 2$ ,  $\varepsilon_i$  - диэлектрическая проницаемость включений, в нашем случае – металлические включения и  $\varepsilon_i = \infty$ ,  $f$  - объемная концентрация включений, диапазон от 5 до 25 %,  $N_i$  - коэффициенты деполяризации включений. Формула позволяет рассчитать значения  $\varepsilon'$  в композитах при малых концентрациях включений, когда взаимодействием между ними можно пренебречь [7].

$$\varepsilon_{eff} = \varepsilon_e + (f/3) \sum_i \frac{(\varepsilon_i - \varepsilon_e)\varepsilon_e}{\varepsilon_e + N_i(\varepsilon_i - \varepsilon_e)} \quad (1)$$

Коэффициенты деполяризации несферических включений рассчитывали двумя способами – в первом случае частицы аппроксимировали эллипсоидами, значения  $N_i$ , для которых выводятся аналитически [8]. Во втором случае включения аппроксимировали параллелепипедами. Для параллелепипедов  $N_i$  не вычисляются аналитически, но могут быть рассчитаны приближенно, численными методами, исходя из связи полного магнитного момента образца с приложенным магнитным полем [9]. Так, один из коэффициентов деполяризации вычисляли по формуле 2 [9], где a, b, c – длины сторон параллелепипеда. Остальные коэффициенты вычисляли из соображений о том, что наибольший вклад в поляризуемость частицы даёт наименьший из коэффициентов деполяризации и сумма  $N_i = 1$ .

$$N^{-1} = 1 + \frac{3c}{4a} \left(1 + \frac{a}{b}\right) \quad (2)$$

При расчёте для сферических частиц  $N_i = 1/3$  и при концентрации включений в парафиновой матрице 5 % следует ожидать значение эффективной диэлектрической проницаемости композита 2.5-2.6. Данная оценка полностью совпадает с экспериментальными данными.

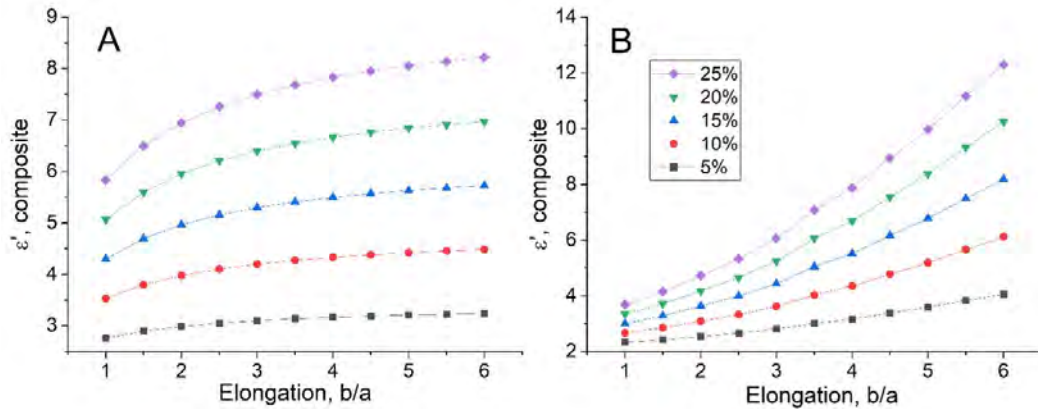


Рисунок 7 – Рассчитанные значения  $\varepsilon'$  композита для несферических включений при разной концентрации и вытянутости частиц в композите. А – аппроксимация частиц параллелепипедами, Б – аппроксимация частиц эллипсоидами

При расчёте  $\varepsilon'$  композитов для несферических частиц (Рис. 7) можно заключить, что для композитов с более вытянутыми частицами следует ожидать большее значение  $\varepsilon'$ . При концентрации наполнителя 5 % и аппроксимации включений параллелепипедами формула смешения предсказывает значение  $\varepsilon' = 3 \pm 0,2$  в зависимости от вытянутости включений в композите. При аппроксимации включений эллипсоидами диапазон значений  $\varepsilon'$  немного шире:  $3,1 \pm 0,7$  в зависимости от вытянутости частиц. При больших концентрациях результаты расчёта, полученные при помощи различных подходов к определению коэффициентов деполяризации, начинают расходиться. Вероятнее всего, это связано с ограничениями использованной формулы смешения – она не учитывает взаимодействие включений между собой.

При сравнении с экспериментальными данными (Рис. 6) (при 5 % наполнении получили  $\varepsilon' = 3,0$  для несферических частиц) оба метода аппроксимации с учётом погрешностей дают количественное согласие с экспериментом. Величина диэлектрической проницаемости, рассчитанная при описании частиц параллелепипедами, оказалось ближе к измеренному значению, чем при описании частиц эллипсоидами.

## Заключение

Исследованы три типа порошковых материалов, отличающиеся размером и формой частиц. Проведено сравнение результатов гранулометрического анализа, проведённого с использованием лазерной дифракции и обработки массива изображений электронной микроскопии. Показано, что статистическая обработка изображений электронной микроскопии позволяет получать корректную информацию о распределении частиц по средним размерам. Данная техника имеет два преимущества перед методикой, основанной на лазерной дифракции. При исследовании электронной микроскопией нет необходимости проводить дезагрегацию частиц, поскольку разрешение микроскопа позволяет зафиксировать границы каждой частицы. Обнаружено, что для порошка карбонильного железа метод лазерной дифракции завышает средний размер частиц на 1 мкм. Также электронная микроскопия позволяет оценивать форму частиц.

Измеренная комплексная диэлектрическая проницаемость композитов, наполненных исследованными порошками, зависит от формы частиц. Аппроксимация несферических частиц эллипсоидами и параллелепипедами для расчёта коэффициентов деполяризации позволяет оценивать значения  $\varepsilon'$  композитов при низких концентрациях с высокой точностью.



**Финансирование работы**

Исследование выполнено за счет средств гранта Российского научного фонда № 21-19-00138, <https://rscf.ru/project/21-19-00138/>.

**Список литературы**

- [1] Osipov, A.V., Rozanov, K.N., Simonov, N.A., Starostenko, S.N. Reconstruction of intrinsic parameters of a composite from the measured frequency dependence of permeability. *Journal of Physics: Condensed Matter*. 2002, 14, 9507.
- [2] Rozanov, K.N., Osipov, A.V., Petrov, D.A., Starostenko, S.N., Yelsukov, E.P. The effect of shape distribution of inclusions on the frequency dependence of permeability in composites. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2009, 321, 738-41.
- [3] Hegel, C., Jones, C., Cabrera, F., Yañez, M.a., Bucalá, V. Particle size characterization: Comparison of laser diffraction (LD) and scanning electron microscopy (SEM). *Acta Microscopica*. 2014, 23, 11-7.
- [4] Grubbs, J., Tsaknopoulos, K., Massar, C., Young, B., O'Connell, A., Walde, C., et al. Comparison of laser diffraction and image analysis techniques for particle size-shape characterization in additive manufacturing applications. *Powder Technology*. 2021, 391, 20-33.
- [5] Старостенко С.Н., Петров Д.А., Ширяев А.О. Влияние температуры на СВЧ магнитный спектр композита с порошком гадолиния. *Современная электродинамика*. 2022, 2, 23-31.
- [6] Maklakov, S.S., Lagarkov, A.N., Maklakov, S.A., Adamovich, Y.A., Petrov, D.A., Rozanov, K.N., et al. Corrosion-resistive magnetic powder Fe@SiO<sub>2</sub> for microwave applications. *Journal of Alloys and Compounds*. 2017, 706, 267-73.
- [7] Landau, L.D., Bell, J.S., Kearsley, M.J., Pitaevskii, L.P., Lifshitz, E.M., Sykes, J.B. *Electrodynamics of Continuous Media*, Elsevier Science, 2013.
- [8] Sihvola, A.H., Engineers, I.o.E. *Electromagnetic Mixing Formulas and Applications*, Institution of Electrical Engineers, 1999.
- [9] Prozorov, R., Kogan, V.G. Effective Demagnetizing Factors of Diamagnetic Samples of Various Shapes. *Physical Review Applied*. 2018, 10, 014030.

**STUDYING THE SHAPE OF A FILLER OF A COMPOSITE  
MATERIAL DURING GRANULOMETRIC ANALYSIS,  
TO EVALUATE THE PERMITTIVITY VALUE**

**Dolmatov A.V.<sup>1,2\*</sup>, Maklakov S.S.<sup>1</sup>, Garanov V.A.<sup>1</sup>, Belyaikov I.N.<sup>1</sup>, Petrov D.A.<sup>1</sup>,  
Shiryaev A.O.<sup>1</sup>, Osipov A.V.<sup>1</sup>, Starostenko S.N.<sup>1</sup>**

<sup>1</sup> Institute for Theoretical and Applied Electromagnetics of RAS, Moscow, Russia

<sup>2</sup> Moscow institutes of physics and technology, Moscow region, Russia

\* dolmatov.av@phystech.edu

**Abstract**

It is shown that despite the well-established practice in the powder materials industry to apply the laser diffraction method for granulometric analysis of particles, the results obtained in this way may turn out to be inaccurate. Using three model powders differing in particle shape and size, it was shown that insufficient desaggregation using the laser diffraction method overestimates the average particle size by more than 30 % of the true value, which was obtained using electron microscopy. It is also shown that the estimated values of the permittivity, taking into account the nonsphericity of the powder particles, determined on the basis of electron microscopy data, coincide with the experimentally measured values of the permittivity of composites, where the studied powders serve as a filler. This indicates the need for a detailed analysis of the permittivity of composite materials of a statistical analysis of the electron microscopy data of inclusion particles.

**Key words:** permittivity, mixing formulas, electron microscopy, depolarization coefficients, functional materials

# ВЫБОР ЭЛЕКТРОДИНАМИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ПОКРЫТИЯ ВНУТРЕННЕЙ ПОВЕРХНОСТИ МЕТАЛЛИЧЕСКОЙ ПОЛОСТИ

Кисель В.Н. \*<sup>1</sup>, Кожеко А.С.<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт теоретической и прикладной электродинамики Российской академии наук, Москва, Россия

<sup>2</sup> Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Московский физико-технический институт (национальный исследовательский университет)», Москва, Россия

Статья поступила в редакцию 12.01.2023

Одобрена после рецензирования 01.02.2023

Принята к публикации 14.03.2023

## Аннотация

Известно, что отражение от полостей, в частности от воздухозаборника реактивного двигателя, может определять радиолокационную заметность современного самолета. Радиомаскировку воздушного канала можно обеспечить нанесением радиопоглощающего покрытия на внутреннюю поверхность его стенок. При этом оптимальный выбор параметров материалов, входящих в состав покрытия, представляет собой непростую задачу из-за особенностей распространения электромагнитной волны в полости, в частности, сложных дифракционных эффектов. В ИТПЭ РАН разработан способ выбора параметров покрытия на основе энергетических соображений, критерием которого служит величина мощности, передаваемой от электромагнитной волны в объем покрытия. Путем выбора его параметров можно добиться наибольшего оттока энергии от электромагнитной волны, распространяющегося вдоль плоскости с покрытием. Использование предложенной в работе характеристики в виде интегрального коэффициента отражения от покрытия дает возможность оптимизации параметров покрытия в требуемом частотном диапазоне. В работе представлено развитие этого способа для случая, когда требуется оптимизировать параметры покрытия в заданных частотном и угловом диапазонах, а также с учетом криволинейных границ полости. Представлены результаты доработки расчетной модели воздухозаборника, которые позволяют получить интегральные оценки эффективности покрытий с учетом особенностей электромагнитного возбуждения отдельных элементов поверхности стенок полости, обсуждаются результаты расчетов.

**Ключевые слова:** дифракция, энергия, полость, радиопоглощающее покрытие, коэффициент отражения

EDN AZFGDK

---

## Введение

Исследованию радиолокационных характеристик полостей, в частности, таких как сопло или воздухозаборник реактивного двигателя летательного аппарата (ЛА), уделяется большое внимание, поскольку отражение от силовой установки (СУ) может определять общую эффективную поверхность рассеяния (ЭПР) малозаметных ЛА. Так, по данным [1]-[3], при ракурсах облучения/наблюдения, близких к оси СУ, ее вклад может составить 60...80 % мощности рассеянного сигнала. В типовых условиях дальнейшее радиолокационное обнаружение цели или захват цели средством поражения производится при облучении именно с указанных направлений.

Экспериментальное изучение рассеивающих свойств СУ является трудоемким, дорогостоящим и длительным процессом. Поэтому при проектировании перспективных образцов ЛА со сниженной заметностью необходимо провести предварительное теоретическое исследование взаимодействия электромагнитного поля с элементами и узлами, составляющими воздушные каналы (ВК), входную и выходную части двигателя.

Одно из наиболее характерных явлений – многократные переотражения в канале – определяет

---

\* Автор, ответственный за переписку: Владимир Николаевич Кисель, kis\_v@mail.ru

максимальные значения ЭПР СУ в широком секторе углов. Хорошей иллюстрацией этому может служить фронтальный вид СУ, размещенной в воздухозаборнике (рисунок 1). На представленной фотографии видно, что поле обратного рассеяния СУ во многом определяется отражением системы стоек в стенках канала.

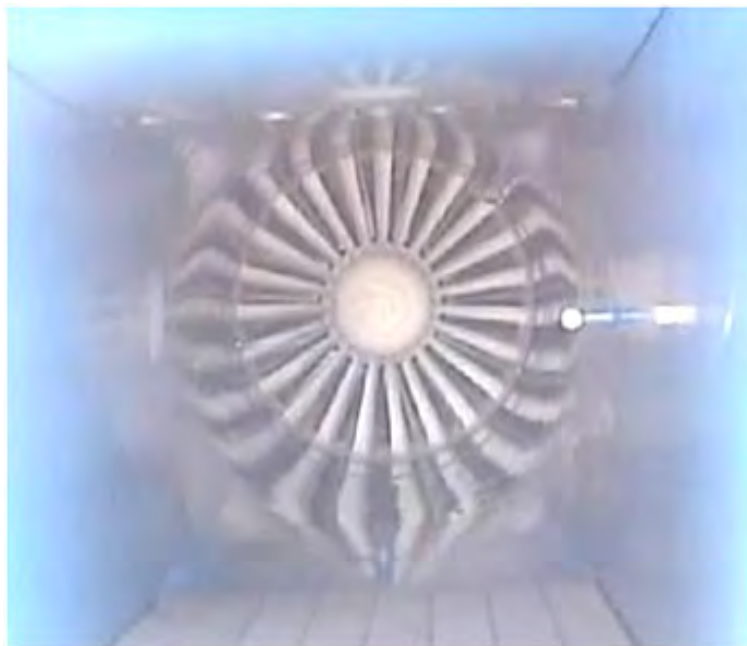


Рисунок 1 – Система стоек и ее отражения в стенках воздушного канала

Законы этого отражения близки к оптическим при коротких длинах волн (для типичных размеров воздушного канала – порядка нескольких сантиметров и менее). Поэтому не удивительно, что в периодике [4], а позднее — в ставших классическими справочниках (например, [5]) зафиксировано, что ЭПР полости непосредственно определяется ее нагрузкой, т.е. элементами двигателя.

Применение радиопоглощающего покрытия (РПП) на стенках полости сопла является одним из очевидных путей снижения ЭПР СУ в задней полусфере. Но если диаметр полости многократно превосходит длину волны, то эффект от нанесения покрытия может быть замечен лишь в том случае, когда устранена прямая видимость основного рассеивающего элемента – выходного устройства двигателя.

Это можно сделать, применяя изогнутые (например, S-образные) воздушные каналы, на внутреннюю поверхность которых нанесено РПП. Для расчета прохождения волны вдоль изогнутого канала со сложной формой изгиба, с переменным (вдоль осевой линии) поперечным сечением, требуется применять специальные, достаточно универсальные и в то же время точные алгоритмы, основанные на численных методах расчета электромагнитных полей. Необходимая точность расчетных моделей была достигнута за счет перехода от лучевых приближений к интегральным представлениям полей, с помощью которых удастся учесть дифракционные эффекты. В то же время способ не требует составления интегрального уравнения и его численного решения в явном виде, что и объясняет его вычислительную эффективность. В основе методики лежит процедура итерационного уточнения распределения поверхностного тока на стенках полости, который определяется согласно принципам физической оптики [6]. Основной особенностью методики, разработанной в ИТПЭ РАН, является то, что для получения достаточной вычислительной эффективности внутренний объем полости канала разбивается на несколько волноведущих частей (секций), соединенных последовательно ([7]... [10]). Экономия вычислительных ресурсов достигается за счет того, что прохождение падающей и отраженной от нагрузки (вторичной) волн рассматривается для каждой секции в отдельности. Это допустимо на относительно высоких частотах, когда приближение Кирхгофа обеспечивает необходимую точность, и можно пренебречь краевыми эффектами (рассеянием на кромке, которая все равно укрывается РПП) и дополнительным взаимодействием между различными секциями. В результате время расчета почти линейно зависит от длины волноводной части (количества секций). Применение ряда специальных вычислительных приемов обеспечивает дополнительное улучшение эффективности алгоритма. Он был реализован в виде пакета вычислительных программ и показал хорошие результаты как по экономичности, так и по точности расчета полей рассеяния на полостях различной формы. В рамках описанного алгоритма реализован и учет радиопоглощающего покрытия, нанесенного на внутренние стенки воздушного канала. Покрытие моделируется путем введения эквивалентного импеданса. Применение методов параллельного

программирования позволило эффективно использовать для проведения вычислений современные многопроцессорные компьютеры.

Расчет рассеяния на сложной нагрузке (лопастной структуре) реализован на основе строгого метода ИУ, численная реализация решения проводилась методом Галеркина с сочетанием крышеобразных и кусочно-постоянных базисных и весовых функций. В результате применения общего способа учета поворотной симметрии многогранных тел, предложенного проф. Е.Н. Васильевым [11], получен набор ИУ относительно Фурье-гармоник распределения тока на лопастях, причем областью интегрирования в каждом из ИУ является площадь одной лопасти, чем и обусловлена высокая вычислительная эффективность алгоритма.

## 1. Вопросы выбора параметров покрытий стенок полости

Поглощающие (радиомаскирующие) свойства ВК обеспечиваются нанесением РПП на внутреннюю поверхность его стенок. Оптимальный выбор параметров материалов, входящих в состав РПП, представляет собой непростую задачу. Например, известно, что выбор покрытия стенок полости на основе чисто геометрооптических представлений может не дать оптимальных результатов при реальных соотношениях размеров воздушного канала и длины волны. Объясняется это особенностями распространения электромагнитной волны в полости, в частности, сложными дифракционными эффектами. Тем не менее, данные о коэффициенте отражения и эквивалентном импедансе РПП могут служить хорошей отправной точкой для последующего уточнения выбора покрытия в ходе электродинамического моделирования.

Поверхностный импеданс  $Z$  представляет собой отношение касательных компонент векторов электрического и магнитного полей вблизи поверхности покрытия, нормируется к волновому сопротивлению свободного пространства и является комплексной величиной. Он зависит от структуры слоев, радиофизических параметров материалов РПП (диэлектрической и магнитной проницаемостей), толщины и т.д. Как было установлено ранее [12], при падении  $P$ -поляризованной волны (случай «параллельной» поляризации, когда вектор  $E$  лежит в плоскости падения) на стенке ВК под небольшими углами (приосевые ракурсы облучения) максимальное поглощение энергии электромагнитной волны в покрытии будет происходить, если  $Re(Z) \approx 0,15 \dots 0,3$  и  $Im(Z) = 0,05 \dots 0,2$ . Однако при падении волны почти перпендикулярно стенке для достижения малого отражения значение вещественной части нормированного импеданса необходимо увеличивать, вплоть до величин  $Re(Z) \approx 1$ . Эти цифры являются ориентиром для выбора, например, оптимальной толщины покрытия при заданном материале с определенными значениями диэлектрической  $\epsilon$  и магнитной  $\mu$  проницаемостей.

В качестве иллюстрации диапазонных свойств покрытий для внутренних стенок полости были выбраны два варианта РПП, ниже обозначенные как М1 и С1. Параметры покрытий приведены в таблице 1, а на рисунке 2 показаны угловые зависимости коэффициентов отражения этих покрытий в трех частотных диапазонах, здесь  $\theta$  – угол между направлением падения волны и нормалью к поверхности РПП.

Таблица 1 – Электрофизические характеристики РПП

Длина волны, мм	Покрытие	Относительная диэлектрическая проницаемость материала $\epsilon$	Толщина покрытия, мм	Эквивалентный нормированный поверхностный импеданс	Коэффициент отражения по нормали, дБ
32	М1	26,0– $i$ 16,0	2,0	0,235– $i$ 0,06	–4,1
	С1	150– $i$ 70	1,7	0,08+ $i$ 0,042	–1,4
55	М1	30,0– $i$ 20,5	2,0	0,24+ $i$ 0,25	–4,2
	С1	170– $i$ 70	1,7	0,05– $i$ 0,024	–0,9
100	М1	35,0– $i$ 28	2,0	0,03+ $i$ 0,15	–0,5
	С1	190– $i$ 70	1,7	0,234+ $i$ 0,11	–4,2

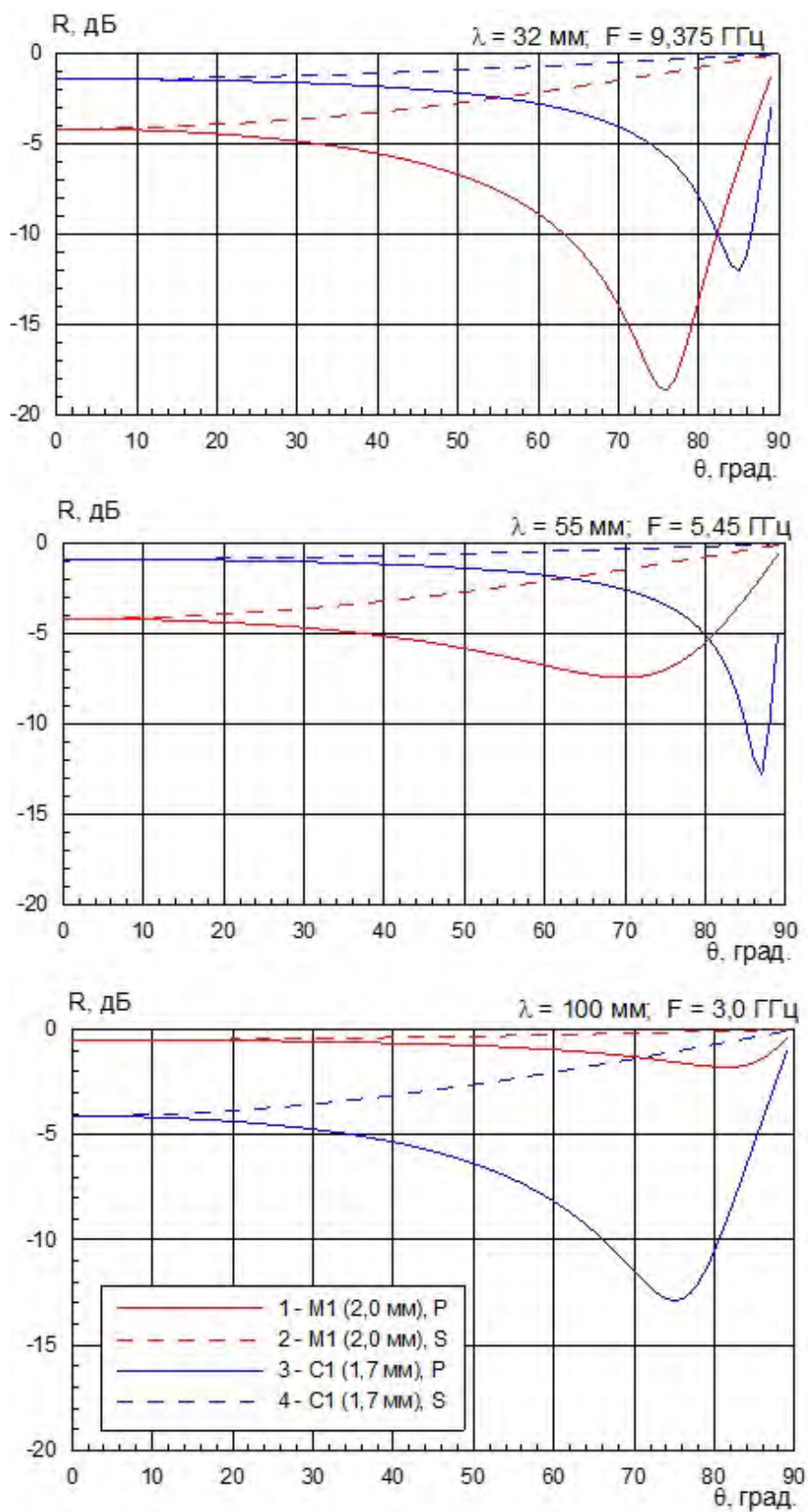


Рисунок 2 – Угловые зависимости коэффициента отражения покрытий

РПП типа С1 отличается большей плотностью по сравнению с покрытием М1, поэтому при сопоставимой толщине более эффективно работает на относительно низких частотах. РПП М1 вполне подходит для применения в Х-диапазоне, т.е. при длине волны падающего поля около 3 см. Для снижения радиолокационной заметности (РЛЗ) в более длинноволновых диапазонах, в частности, в S-диапазоне (при длине волны около 10 см) оно малоприспособно, поскольку его коэффициент отражения приближается к единице (около 0 дБ, см. рисунок 2). Для работы в этом диапазоне при толщине около 2 мм РПП должно обладать существенно большими значениями действительной и мнимой частей диэлектрической проницаемости, например, такими, как у покрытия типа С1 (см. таблицу 1, рисунок 2), его параметры позволяют, с одной стороны, получить гораздо лучшие поглощающие свойства в S-диапазоне по сравнению с РПП М1, а с другой стороны - рассчитывать на определенный эффект снижения ЭПР и в более коротковолновых, Х- и С-диапазонах.

Необходимо отметить, что из-за сложности дифракционных процессов распространение электромагнитной волны вдоль полости нельзя удовлетворительно описать простыми геометрическими построениями, а коэффициенты отражения можно использовать только в такой конфигурации и на таких частотах, когда применимы принципы геометрической или физической оптики. При этом разные покрытия (с различными значениями комплексной диэлектрической проницаемости, с разной толщиной, но с близкими значениями поверхностного импеданса) могут демонстрировать близкий эффект при их использовании в целях снижения ЭПР, при этом угловые зависимости коэффициентов отражения можно рассматривать лишь как предварительную оценку потенциальной эффективности того или иного РПП. Окончательные выводы нужно делать после проведения электродинамического моделирования конкретной конструкции, а также на основе анализа результатов экспериментальных исследований.

## 2. Интегральный коэффициент отражения

Угловые зависимости коэффициентов отражения позволяют дать хорошую оценку эффективности РПП, размещенного на больших гладких поверхностях, только в том случае, когда известна поляризация и определен угловой диапазон падения электромагнитной волны. Например, рассматривая график, изображенный на рисунке 2, можно обоснованно предположить, что при частоте  $F = 5,5$  ГГц и перпендикулярной поляризации покрытие М1 будет во всем угловом диапазоне заметно эффективнее, чем С1. Однако при параллельной поляризации имеется диапазон углов падения, когда можно ожидать большей эффективности от РПП типа С1, поскольку в этом диапазоне (при скользящем падении волны, когда угол  $\theta$  принимает значения от 80 до 90 градусов) у этого покрытия наблюдается хорошо выраженный минимум коэффициента отражения, обусловленный эффектом Брюстера.

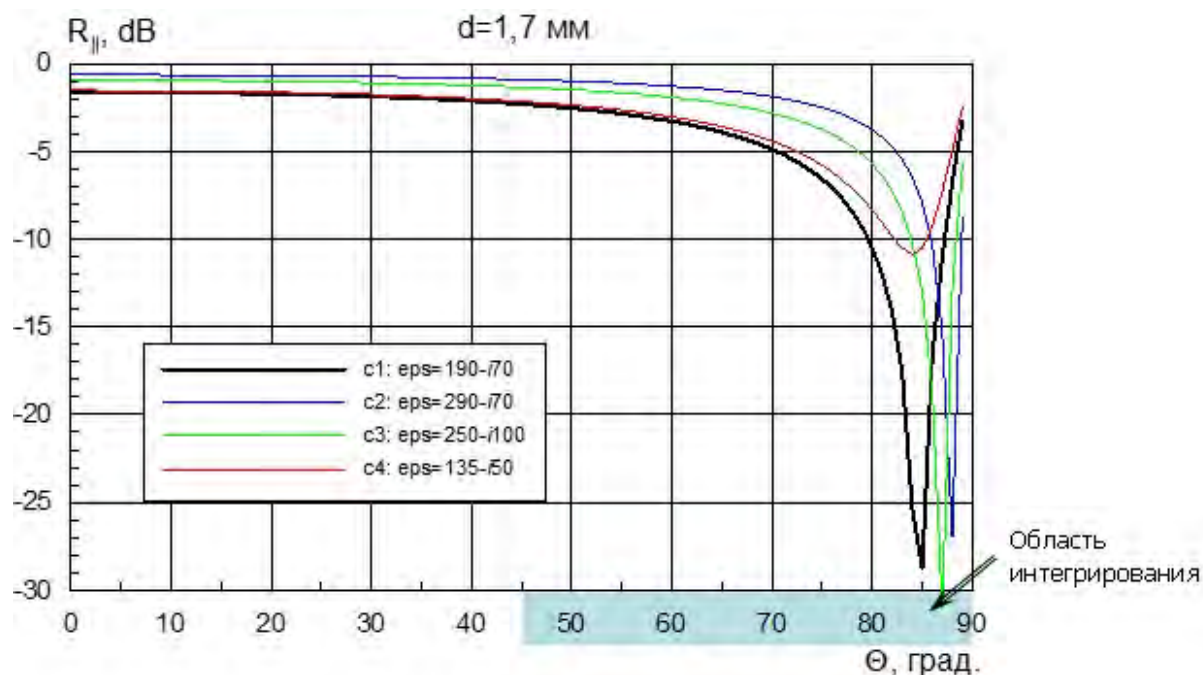


Рисунок 3 – Коэффициент отражения РПП на частоте 10 ГГц

Когда РПП наносится на внутреннюю поверхность полости, следует учитывать, что стенка полости является криволинейной. По этой причине, а также из-за сложных дифракционных процессов

внутри полости разные фрагменты РПП облучаются под разными углами. Если считать, что основное поглощение волны обеспечивается в окрестности угла Брюстера, то совокупную эффективность РПП можно охарактеризовать интегралом от квадрата коэффициента отражения в некотором угловом диапазоне при параллельной поляризации (рисунок 3), очевидно, эта величина будет соответствовать энергии рассеянного поля. Будем далее называть интегральным коэффициентом отражения  $R_{int}$  квадратный корень из этого интеграла и построим двухмерные диаграммы  $R_{int}$  (в дБ), рассчитанные в координатах  $Re(\epsilon)$  -  $Im(\epsilon)$ , см. рисунок 4 (частота 3 ГГц) и рисунок 5 (частота 10 ГГц). На этих рисунках интегрирование проведено в диапазоне углов  $\theta$  от 45 до 89 градусов (верхние графики). На нижних графиках в тех же координатах показаны значения  $R_{min}$  (в дБ) – коэффициента отражения в минимуме, т.е. в точке, соответствующей углу Брюстера.

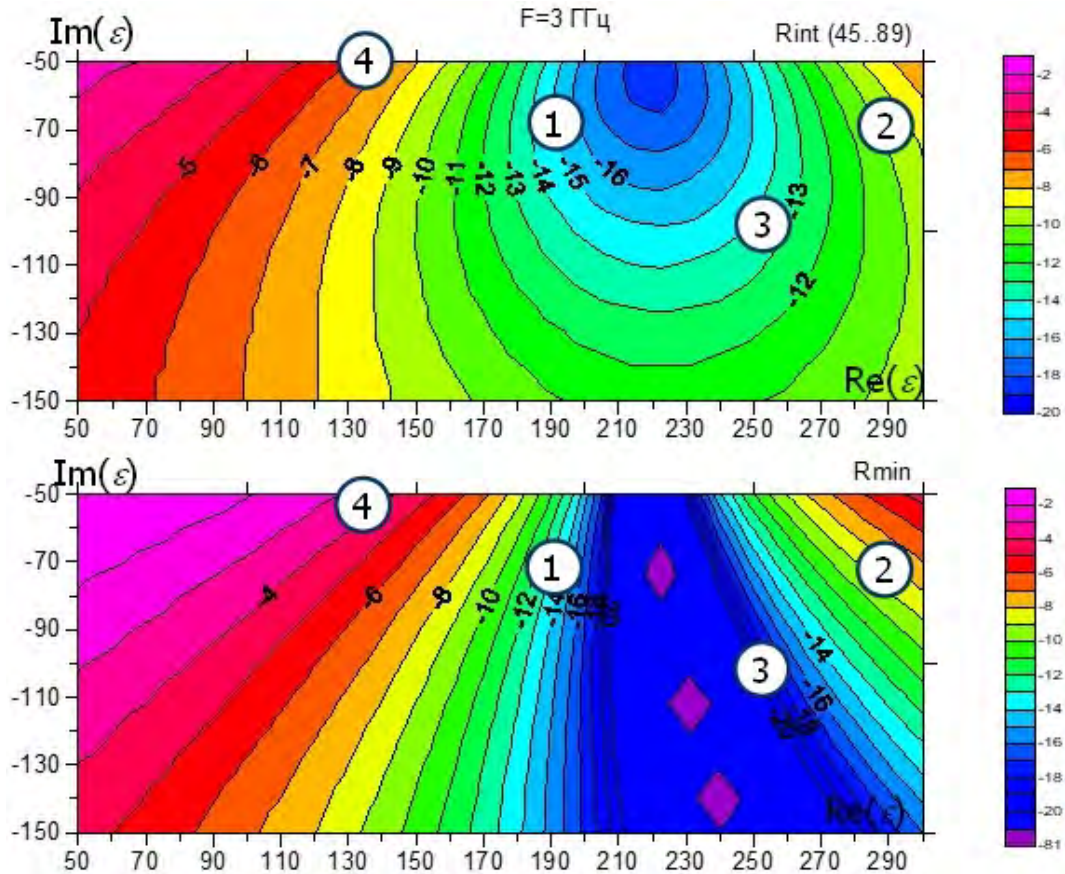


Рисунок 4 – Диаграммы интегрального ( $R_{int}$ ) и минимального ( $R_{min}$ ) коэффициентов отражения, дБ на частоте 3 ГГц

Цифрами от 1 до 4 на диаграммах показаны точки, координаты которых (т.е. вещественная и мнимая части диэлектрической проницаемости) соответствуют модельным (демонстрационным) покрытиям С1, С2, С3 и С4, электрофизические характеристики этих РПП представлены в таблице 2.

Таблица 2 – Электрофизические характеристики РПП

Тип	$\epsilon$	$tg\delta$	F = 10 ГГц		F = 3 ГГц	
			$R_{min}$ , дБ	$R_{int}(45..89)$ , дБ	$R_{min}$ , дБ	$R_{int}(45..89)$ , дБ
С1	190 - $i70$	0,37	-40,7	-9,3	-12,4	-14,5
С2	290 - $i70$	0,24	-35,1	-4,6	-7,9	-9,6
С3	250 - $i100$	0,4	-51,4	-6,3	-20,8	-13,8
С4	135 - $i50$	0,37	-10,7	-8,4	-3,6	-6,5

На диаграммах хорошо заметна область, соответствующая минимальным значениям интегрального коэффициента отражения, причем покрытие С1 обладает такими параметрами, которые делают

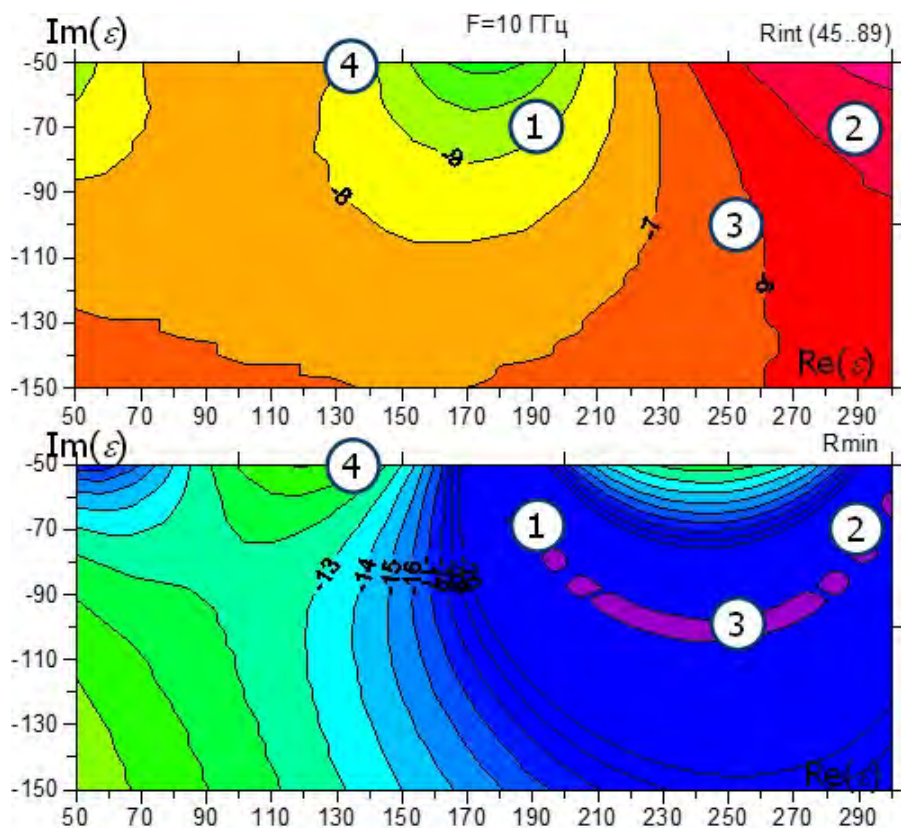


Рисунок 5 – Диаграммы интегрального ( $R_{int}$ ) и минимального ( $R_{min}$ ) коэффициентов отражения, дБ на частоте 10 ГГц

его предпочтительным одновременно в двух частотных диапазонах. Отметим здесь, что наличие глубокого провала  $R_{min}$  при угле Брюстера (покрытия C2 и C3, см. рисунок 5) не гарантирует ни широкополосности покрытия, ни минимума его интегрального коэффициента отражения. Не является надежным индикатором эффективности и параметр  $tg\delta = |\text{Im}(\epsilon) / \text{Re}(\epsilon)|$ : покрытие C4 обладает худшими свойствами по сравнению с C1, несмотря на то же самое значение  $tg\delta$ . Наконец, на рисунке 6 продемонстрировано, каким образом происходит смещение зон оптимальных значений  $\text{Re}(\epsilon)$  и  $\text{Im}(\epsilon)$  в зависимости от частоты.

### 3. Особенности использования покрытий на стенках полости

Очевидно, что имея информацию о преимущественных значениях углов падения волны, а также о поглощении энергии в стенках полости для обеих поляризаций, можно построить более точные алгоритмы оптимизации параметров РПП. Это можно сделать, в частности, за счет выбора подходящих весовых функций и ширины интервала интегрирования при расчете  $R_{int}$  (рисунок 7).

Для изучения соответствующих возможностей была рассмотрена модельная полость цилиндрической формы с отношением длины к диаметру 3:1, плоская Р-поляризованная волна падает под углом  $30^\circ$  к оси полости, ее стенки укрыты РПП типа M1, рисунок 8.

Лучевая схема переноса энергии в плоскости, содержащей продольную ось, показана на рисунке 9. Согласно этой схеме, существуют преимущественные значения углов падения, под которыми волна падает на стенки полости.

Расчет с учетом дифракционных явлений (рисунок 10) подтверждает это предположение. На этом рисунке верхний график содержит угловую зависимость коэффициента отражения на перпендикулярной и параллельной поляризациях, а также гистограмму распределения углов падения с явно выраженным максимумом в области углов  $\theta$  около 60 градусов. Эти данные рассчитаны на частоте 3 ГГц для «прямого хода», т.е. прохождения волны от входной апертуры по направлению к нагрузке в 1-й секции полости, длина которой составляет два диаметра. Полученное распределение углов соответствует интенсивному возбуждению нижней (по рисунку) поверхности полости, на которую падает волна под углом  $30^\circ$  к оси и  $60^\circ$  к нормали (см. рисунок 8 и рисунок 9). На среднем и нижнем графиках (см. рисунок 10) показаны гистограммы угловых распределений квадрата напряженности



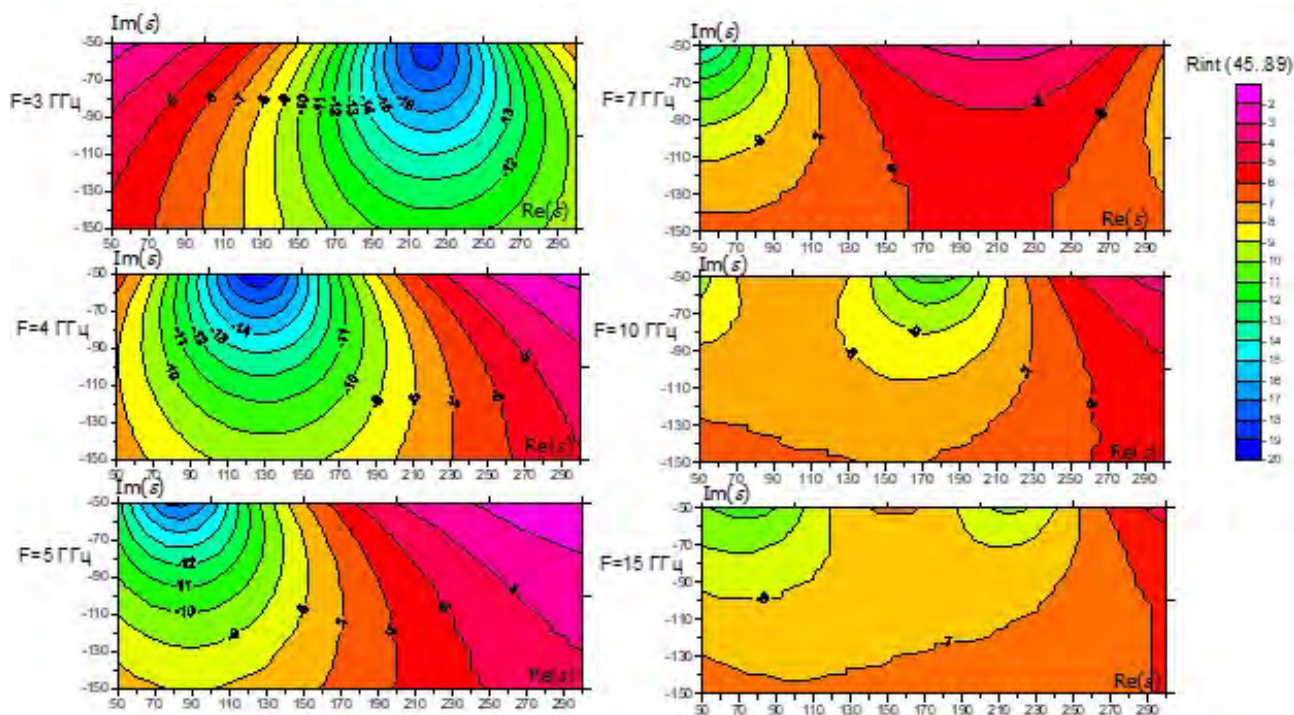


Рисунок 6 – Частотная вариация интегрального коэффициента отражения  $R_{int}$ , дБ

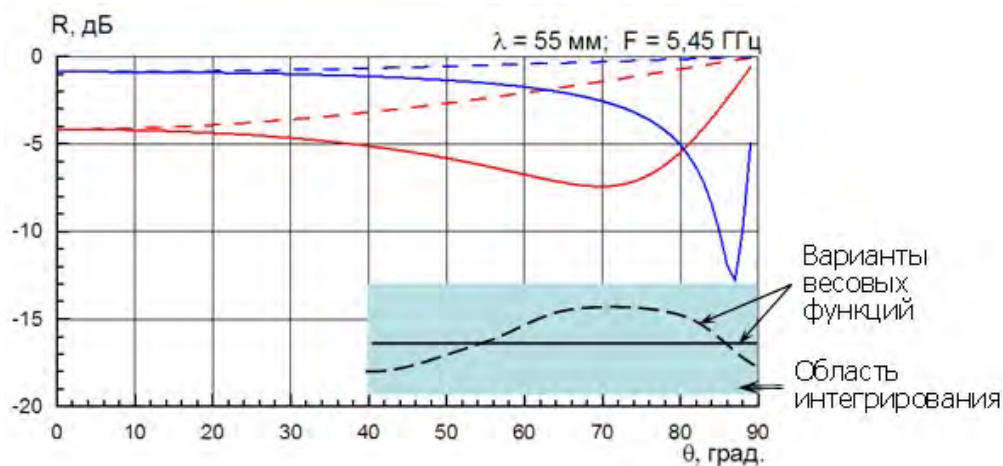


Рисунок 7 – Параметры интегрирования отраженной энергии

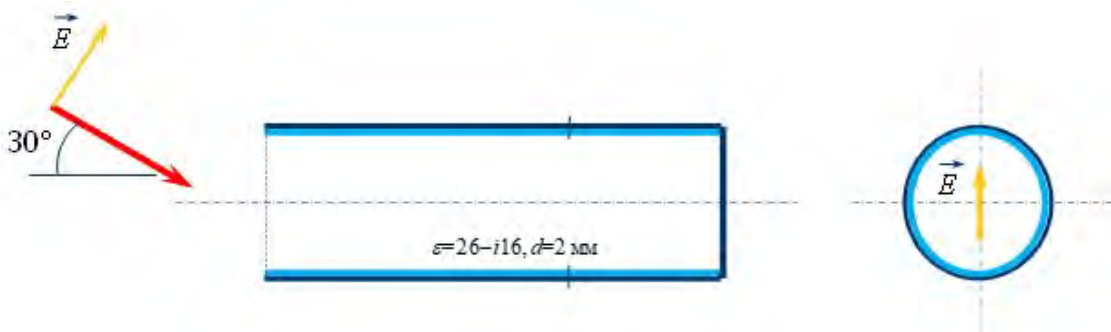


Рисунок 8 – Геометрия модельной полости цилиндрической формы

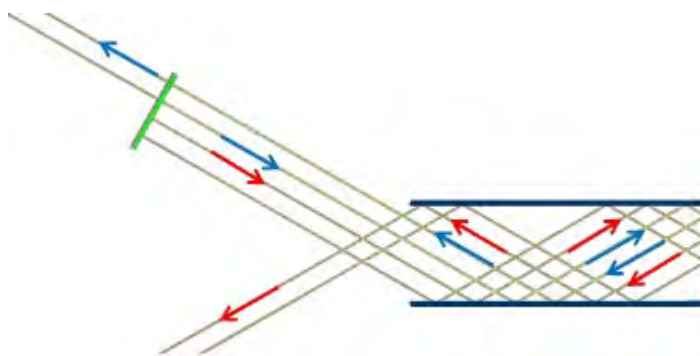


Рисунок 9 – Лучевая схема переноса энергии внутри модельной полости

электрического поля и поглощаемой энергии соответственно. Видно, что эти величины имеют четко выраженный максимум в окрестности углов  $\theta$  около 60 градусов. Аналогичная картина наблюдается и на частоте 10 ГГц; на рисунке 11 представлено распределение зон поглощения энергии в стенках полости при «прямом ходе», вполне соответствующее лучевым представлениям (см. рисунок 9).

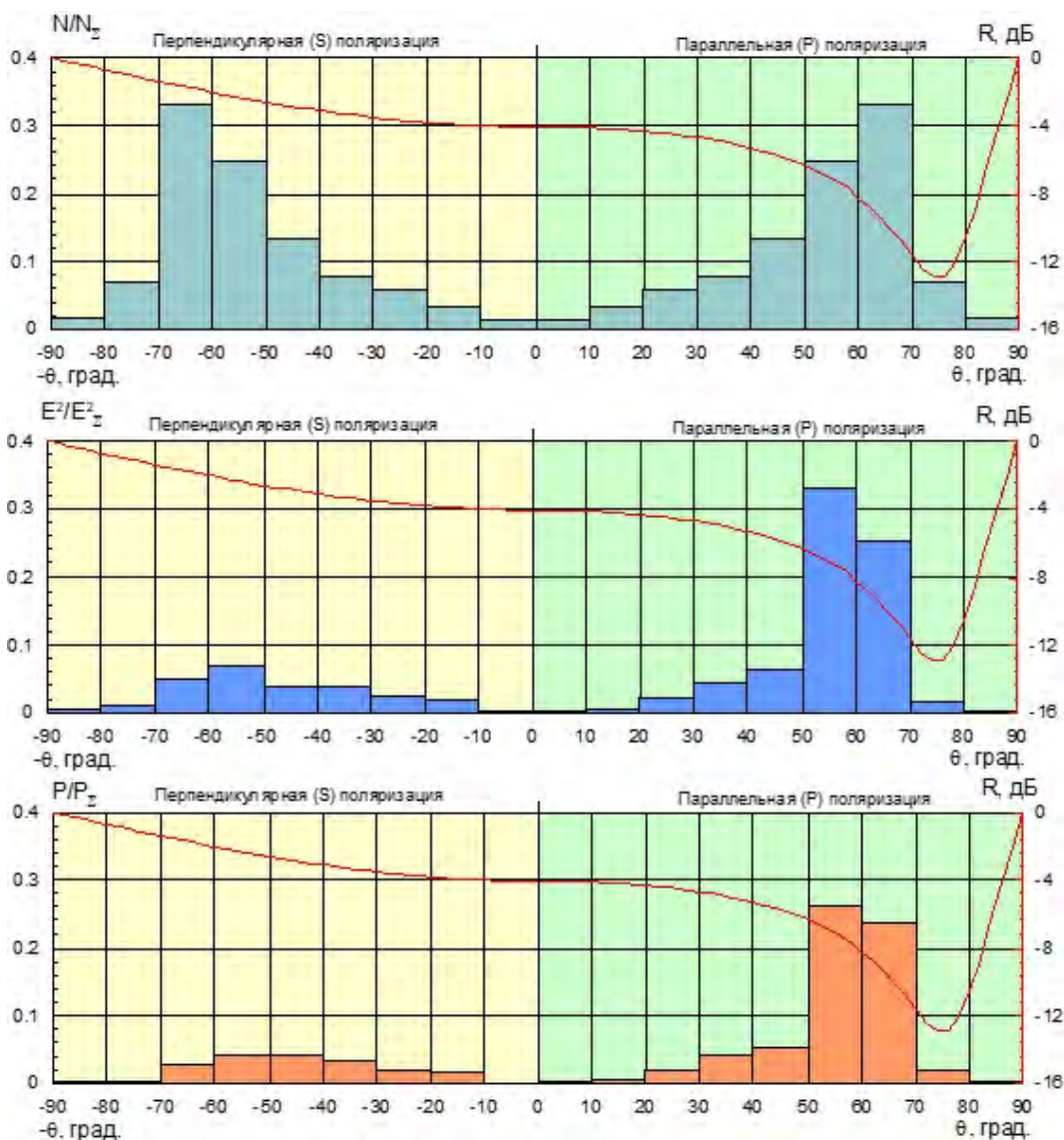


Рисунок 10 – Угловое распределение поглощаемой энергии (прямой ход),  $F = 3$  ГГц

Дополнительная информация, полезная при выборе параметров РПП, может быть получена, если проанализировать поглощение мощности на каждой из основных поляризаций (рисунок 12).

Видно, что основная часть энергии поглощается, как и ожидалось, на параллельной поляризации,

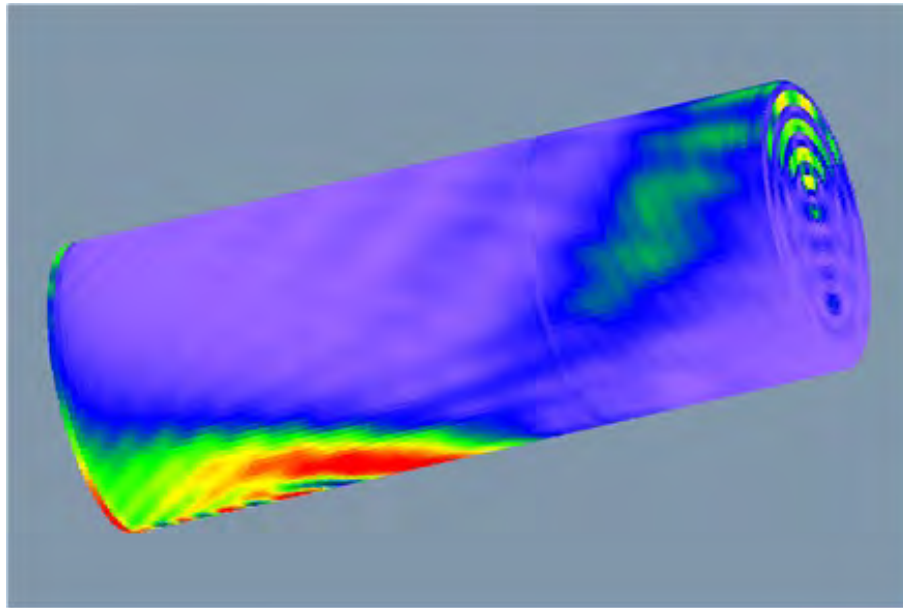


Рисунок 11 – Зоны поглощения энергии в стенках (прямой ход),  $F=10$  ГГц

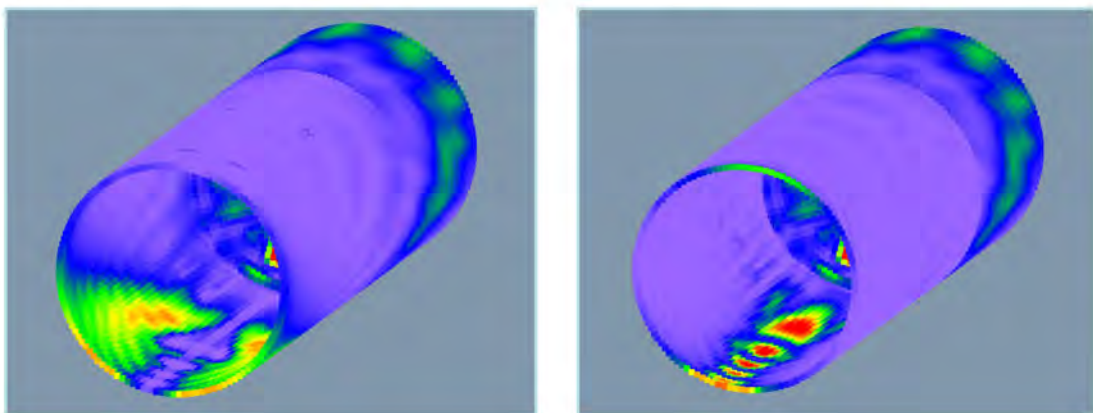
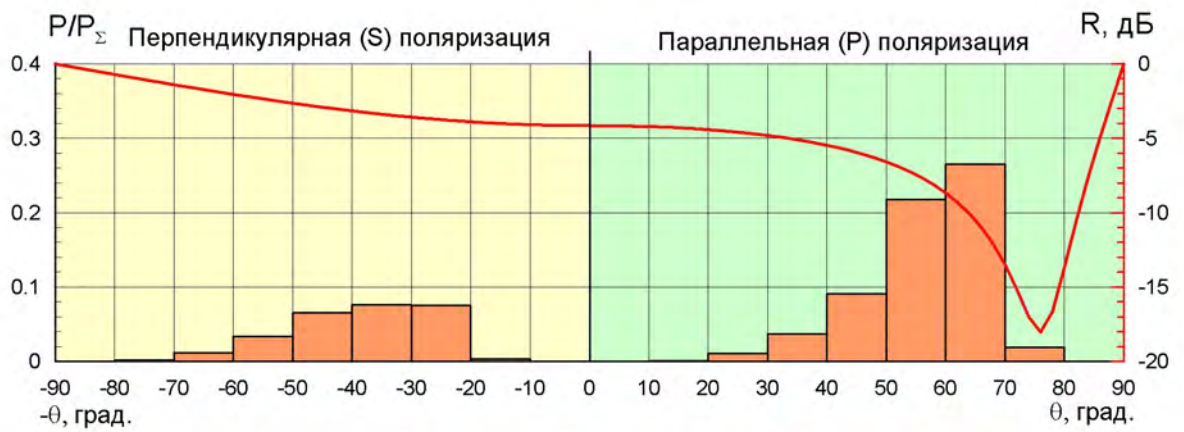


Рисунок 12 – Поглощение энергии в стенках полости при различной поляризации электромагнитной волны (прямой ход),  $F=10$  ГГц

при падении волны на стенки под углами близкими к 60 градусам (к нормали). Очевидно, наибольшая эффективность покрытия будет в том случае, если в этот же угловой диапазон попадет и угол Брюстера.

Таким образом, анализ угловых зависимостей поглощаемой мощности дает возможность прогнозировать эффективность работы РПП в данных условиях, т.е для конкретной полости и заданных условий облучения.

Обратим внимание, что поглощение энергии в полости происходит не только при распространении волны от входной апертуры к нагрузке, но и на обратном пути, от отражающей нагрузки (в данном случае – проводящего торца полости) к апертуре, т.н. «обратный ход». Гистограмма распределения углов падения при «обратном ходе» существенно иная (рисунок 13, верхний график), уже нет явно выраженного диапазона углов падения, в котором происходит основное поглощение энергии волны, что является следствием сложных дифракционных явлений внутри полости.

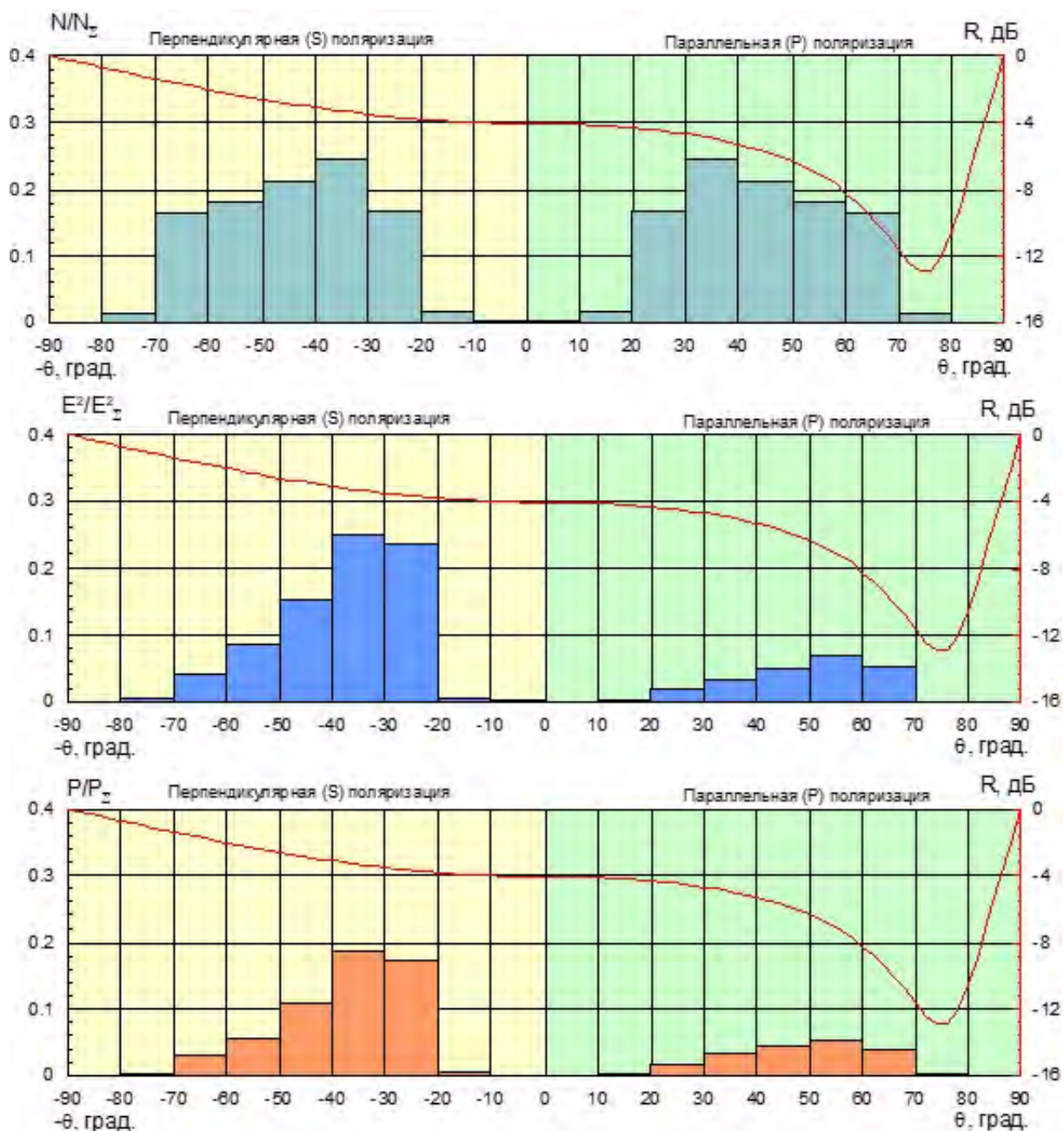


Рисунок 13 – Угловое распределение поглощаемой энергии (обратный ход), F= 3 ГГц

Более того, при «обратном ходе» усиленное поглощение энергии наблюдается уже при перпендикулярной поляризации (см. рисунок 13 для частоты 3 ГГц и рисунок 14 для частоты 10 ГГц).

Следовательно, при отражении волны от нагрузки происходит интенсивная деполаризация, и для эффективной работы РПП в этих условиях надо выбирать его параметры так, чтобы снизить

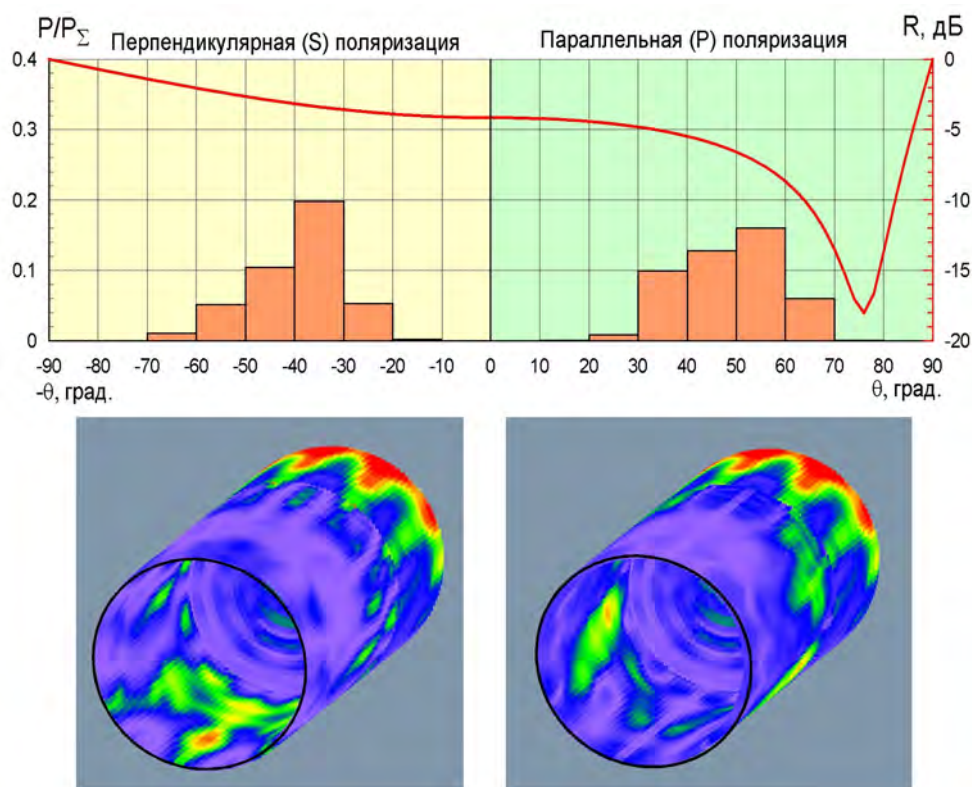


Рисунок 14 – Поглощение энергии в стенках полости при различной поляризации электромагнитной волны (обратный ход),  $F=10$  ГГц

коэффициент отражения во всем угловом диапазоне. Это значит, что определяющей величиной в данном случае будет служить коэффициент отражения покрытия по нормали, а не под углом Брюстера.

## Заключение

В ходе исследований было показано, что

- оптимальные параметры покрытия стенок полости определяются многими факторами: геометрией, параметрами облучения, частотным диапазоном и др.;
- минимизация интегральной отраженной мощности может служить критерием выбора свойств РПП для конкретных условий применения;
- разработаны электродинамические модели, вычислительные алгоритмы и программы позволяющие получать большие массивы данных об условиях работы РПП в каждой точке полости.

В качестве дальнейших шагов предполагается развивать методы обработки этих данных с целью выработки критериев эффективности РПП при их применении для радиомаскировки полостей сложной формы.

## Список литературы

- [1] Радиолокационная заметность самолетов. Обзор по материалам открытой иностранной печати/ Сост. Монин М.А., Ягудина И.М. - М.: ЦАГИ, 1986. - № 665. - 75 с.
- [2] Бочкарев А. М., Долгов М. Н. Зарубежная радиоэлектроника. 1989. – №2.
- [3] Душеина Л. В., Рунов А. В., Монин М. А. Влияние конструкции обобщенной модели силовой установки летательного аппарата на ее эффективную площадь рассеяния // Радиотехника. 1994. - № 6. - С.20-26.
- [4] Криспин Дж.У.-мл., Маффет А. Л. Оценка радиолокационного поперечного сечения тел простой формы// ТИИЭР. 1965. - Т.53. - №8. - С.960-965.

- [5] Справочник по радиолокации. Пер. с англ./ Под ред. М. Сколника. Т.1. - М.: Сов. радио, 1977. - 455 с.
- [6] Obeleiro-Basteiro F., Rodrigues J.L., Burkholder R.J. An iterative physical optics approach for analyzing the electromagnetic scattering by large open-ended cavities// IEEE Trans. Antennas and Propag. - 1995. V.AP-43. - No.4. - P.356-361.
- [7] Кисель В.Н., Федоренко А.И. Расчет рассеяния электромагнитной волны воздухозаборником с крыльчаткой // Информационные технологии в науке, проектировании и производстве. Тезисы докладов 2 Всероссийской науч.-технич. конф. (октябрь 2000 г.). Часть 4. – Н. Новгород: МВВО АТН РФ, 2000 г. - С.19.
- [8] Кисель В.Н., Федоренко А.И. Разработка электродинамической модели воздухозаборника с элементами входной части двигателя// Излучение и рассеяние электромагнитных волн ИРЭМВ 2001. Материалы Всероссийской научно-технической конференции. Таганрог, Россия, 18-23 июня 2001 г. - Таганрог: радиотехнический ун-т, 2001. - С.25-27.
- [9] Kisel' V.N., Fedorenko A.I. Electromagnetic modeling of the jet aircraft intake with the interior impeller// Conf. Proc. 2002 Int. Conf. on Mathematical Methods in Electromagnetic Theory (ММЕТ\*02), Kiev, Ukraine, Sept. 10 13, 2002. V.2. - P.508-510.
- [10] Кисель В.Н., Федоренко А.И. Совершенствование моделей для расчета рассеяния на полости сложной формы с покрытием// Седьмая ежегодная научная конференция ИТПЭ ОИВТ РАН при поддержке IEEE-APS-LEOS-CHAPTER. Сборник тезисов докладов. Под редакцией д.ф.-м.н. И.Т. Якубова - М.: ОИВТ РАН, 2006. - С. 26-27.
- [11] Васильев Е. Н. Возбуждение тел вращения. – М.: Радио и связь, 1987. - 270 с.
- [12] Lagarkov A.N., Kisel V.N. Electromagnetic Energy Absorption within Extensive Impedance Structures// Electromagnetic materials. Proc. of the Symposium P, ICMAT 2007 (International Conference on Materials for Advanced Technologies, SUNTEC, Singapore, 2007). Edited by Lim Hock, Serguei Matitsine, Gan Yeow Beng and Kong Ling Bing (World Scientific, Singapore, 2007). - P.3-10.

## CHOICE OF THE ELECTROMAGNETIC PROPERTIES OF COATING DEPLOYED OVER INNER SURFACE OF A CONDUCTING CAVITY

Kisel V.N.<sup>1\*</sup>, Kozheko A.S.<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Institute for Theoretical and Applied Electromagnetics of RAS, Moscow, Russia

<sup>2</sup> Moscow institutes of physics and technology, Moscow region, Russia

\* kis\_v@mail.ru

### Abstract

It is known that radar visibility of a modern aircraft may be defined by scattering from its cavities, particularly from air intake. Decrease of radar backscattering from an intake can be achieved by means of radar absorbing coating deposited over its inner walls. When doing so one comes across a non-trivial problem of choosing optimal properties of the components of coating because of peculiarities of electromagnetic field propagation along the cavity and associated complex diffraction phenomena. ITAE RAS developed a technique to choose those properties which is based on energy considerations. Namely, the problem of electromagnetic wave propagation over the coated plane was considered and the fraction of electromagnetic power absorbed by the coating was used as a criterion to be maximized while varying the coating properties. One can use the suggested feature, namely, the integral reflection coefficient, to achieve optimal properties of the coating at the required frequency range. The paper deals with further development of that technique to enable optimization of the electromagnetic properties of coating in the specified frequency and angular bands taking into consideration curvilinear boundaries of the cavity. The results of using modified computational model of an intake are presented, now it is possible to obtain integral evaluations of the efficiency of coatings that accounts for the specific features of electromagnetic excitation of different portions of the walls. The results of calculations are discussed.

**Key words:** diffraction, energy, cavity, radar absorbing coating, reflection coefficient

# ДИФФУЗНОЕ РАССЕЙЯНИЕ СИСТЕМОЙ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ТРЕУГОЛЬНИКОВ

Лебедев А.М. \*<sup>1</sup>, Фурманова Т.А.<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт теоретической и прикладной электродинамики Российской академии наук, Москва, Россия

Статья поступила в редакцию 09.02.2023

Одобрена после рецензирования 26.02.2023

Принята к публикации 14.03.2023

## Аннотация

Решались задачи, во-первых, обеспечения существенно диффузного рассеяния системой металлических треугольников, расположенных над поверхностью металлического объекта, и, во-вторых, изучения энергетических характеристик диффузного рассеяния системой треугольников в полосе частот. Предлагается треугольники располагать наклонно и по возможности хаотично по отношению как к поверхности объекта, так и к соседним треугольникам. Обращение треугольников заострёнными носами в сторону облучения обеспечивает согласованный вход падающей волны в область пространства, занятую треугольниками. Падающие лучи после отражения от наклонных треугольников отбрасываются вглубь области, занятой треугольниками, и начинают "блуждать" в этой области. Результатом этого является хаотизация распространения падающей волны. Исследована частотная зависимость двухпозиционного рассеяния системой треугольников, обеспечивающей неполную, но весьма высокую степень хаотизации волны. Последнее соответствует возможным реальным конструкциям, которые не могут обеспечивать полную хаотизацию по следующим двум причинам. Во-первых, число путей движения частей мощности падающей волны в объёме хаотизирующей структуры всегда конечно, хотя, возможно, и весьма велико. Во-вторых, на практике неизбежно составление хаотизирующей структуры из фрагментов определённой формы. Выявленный факт стабилизации как среднего уровня диаграмм рассеяния, так и уровня максимумов осцилляций этих диаграмм при вариации частоты в очень широкой полосе указывает на возможность применения подобных хаотизирующих конструкций на практике.

**Ключевые слова:** система металлических треугольников; согласованный вход; хаотизация распространения волны; высокая, но неполная степень хаотизации; постоянство среднего уровня диаграмм рассеяния в широкой полосе частот

EDN HSYQFQ

## Введение

Диффузное рассеяние является следствием способности рассеивателя, во-первых, в близком к согласованному режиме впускать падающую волну в объём, занимаемый рассеивателем, и, во-вторых, существенно хаотизировать распространение падающей электромагнитной волны в объёме рассеивателя. Далее интенсивность обратного и двухпозиционного рассеяния будем характеризовать эффективной поверхностью рассеяния (ЭПР), в соответствии с [1], [2], и диаграммами рассеяния (ДР), представляющими зависимости ЭПР от угла наблюдения. Всё более выраженная хаотизация падающей волны некоторой структурой означает возрастание количества путей движения частей мощности падающей волны внутри структуры. Итоговая ДР формируется как результат суммирования множества малых вкладов, каждый из которых получается в результате движения фрагмента падающей волны по своему пути в объёме рассеивателя. Всё более выраженная хаотизация с возрастающей вероятностью должна обеспечивать выравнивание угловых зависимостей ЭПР (уменьшение осцилляций ДР). Одновременно рассеяние на обеих поляризациях, совпадающей и крессовой, приближается к равновероятному в любом направлении. Из приведённого в [2] анализа следует, что в предположении равновероятного рассеяния во всех направлениях от идеального бездиссипативного (не имеющего в своём составе поглощающих материалов) хаотизатора его моностатическая и бистатическая ЭПР на совпадающей и крессовой поляризациях равна  $S \cdot \cos \beta$ . Здесь  $S$  – площадь облучаемой поверхности рассеивателя, например,

\* Автор, ответственный за переписку: Андрей Михайлович Лебедев, itae@itae.ru

площадь входа в полость, внутри которой далее направление распространения волны полностью хаотизируется,  $\beta$  - угол между направлением облучения и нормалью к облучаемой поверхности. При этом ЭПР идеального хаотизатора не зависит от частоты, как и у идеально проводящей сферы [1], [2].

В связи с изложенным, представляет как научный, так и практический интерес вопрос об уровнях ЭПР, наблюдаемых в широкой полосе частот, в случае рассеяния структурами, которые не полностью, но в высокой степени хаотизируют падающую волну. На основе таких структур можно создавать широкополосные поглощающие конструкции.

### Постановка задачи численного определения двухпозиционной диаграммы рассеяния системой диффузно рассеивающих металлических треугольников

Пусть облучение происходит по нормали к поверхности металлического объекта. Существенно диффузное рассеяние от поверхности предлагается обеспечить введением системы металлических треугольников над поверхностью. Треугольники должны быть вытянуты в направлении облучения и расположены наклонно, по возможности хаотично по отношению как к поверхности объекта, так и к соседним треугольникам. Желательно, чтобы треугольники в значительной мере перекрывали поверхность объекта с направления облучения. Общий вид системы треугольников, использованной в расчётах, представлен в левой части рисунка 1. Справа на рисунке 1 приведены два фрагмента, представляющие собой группы треугольников над квадратом поверхности. Из этих фрагментов и была составлена вся система треугольников путём смещения и поворота фрагментов.

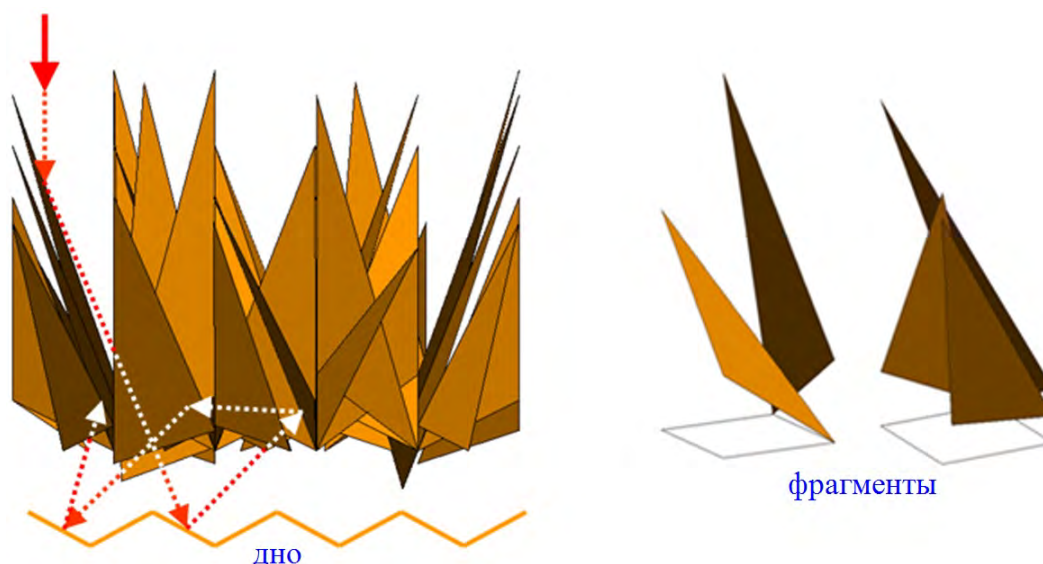


Рисунок 1 – Слева - заход падающей волны в систему треугольников и пример переотражений части падающей волны внутри этой системы. Справа – отдельные фрагменты, или группы треугольников, из которых была составлена вся система треугольников

Вытянутость треугольников в направлении облучения и практически полное перекрытие ими поверхности обеспечивают отбрасывание падающих лучей после первого отражения от вытянутых треугольников вглубь области с треугольниками. Вследствие умеренно большого дополнительного наклона участков дна (участков поверхности металлического объекта) после второго отражения лучи “запускаются” в направлениях, близких к направлениям вдоль поверхности объекта, и начинают “блуждать” в области, занятой треугольниками, смотри пример траектории луча на рисунке 1. Хаотизация падающей волны достигается в результате переотражений фрагментов волны, дробящихся на части после каждого переотражения.

Общий размер системы треугольников, использованной при численных экспериментах, был взят 300 x 300 мм. При этом в направлении вытянутости размер треугольников составил 120 - 180 мм, в поперечном направлении 40 - 50 мм. Боковой обмен энергией, который происходил бы по краям макета, если бы он был частью намного более значительного множества треугольников, имитировался введением вертикальных металлических стенок по краям макета, как это показано на рисунке 2.

Диапазон частот, в котором проводился расчёт, составил (1-30) ГГц. Таким образом, поперечный размер макета составлял от 1 до 30 длин волн. При этом продольный размер треугольников варьировался от приблизительно половины длины волны до более чем 10 длин волн, а поперечный размер - от



приблизительно  $1/6$  длины волны до 4 - 5 длин волн.

Двухпозиционные ДР рассчитывались в четырёх плоскостях, полученных последовательным поворотом (увеличением угла азимута  $\varphi$ ) на  $45^\circ$ ; при этом угол зенита  $\theta$ , являющийся аргументом ДР, отсчитывался от направления нормали к поверхности, как это показано на рисунке 2.

Расчёты проводились с помощью программы электродинамического моделирования FEKO [3].

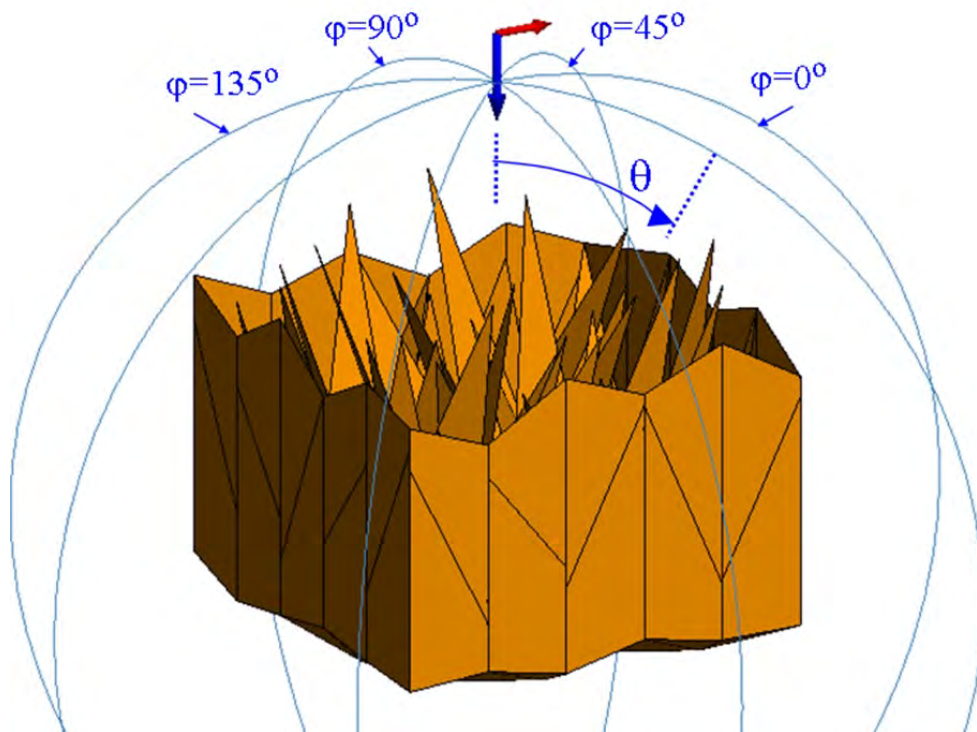


Рисунок 2 – Используемый в расчётах макет с системой треугольников. Показаны также четыре плоскости постоянного угла азимута  $\varphi$ , в которых рассчитывались двухпозиционные диаграммы рассеяния

## Результаты исследования двухпозиционного рассеяния системой металлических треугольников, хаотизирующих распространение падающей волны

На рисунке 3 приведены двухпозиционные ДР системы металлических треугольников на существенно отличающихся частотах 1, 6 и 30 ГГц в четырёх плоскостях постоянного азимута, полученные в результате численного решения соответствующих дифракционных задач.

Результаты расчётов говорят о достижении высокой степени хаотизации падающей волны, описанной системой металлических треугольников. Действительно, на всех частотах и во всех плоскостях расчёта наблюдалось единообразное изменение среднего уровня ДР в переднем полупространстве перед системой треугольников  $\theta \in [-90^\circ, 90^\circ]$ . Более того, в этой угловой области можно говорить и о стабилизации уровня максимальных значений ЭПР в пиках осцилляций ДР.

Высокая степень хаотизации падающей волны подтверждается также количественным соответствием полученной в расчёте интенсивности обратного (моностатического) и двухпозиционного (бистатического) рассеяния системой треугольников с одной стороны, и идеальным хаотизатором [2] с другой стороны. Для принятого направления облучения моностатическая и бистатическая ЭПР идеального хаотизатора равны  $S$ . Согласно рисунку 3, на всех частотах расчёта моностатическая ЭПР металлической поверхности под системой треугольников уменьшилась до уровней  $[S, 10 \cdot S]$ , где  $S \approx 0.1 \text{ м}^2$  – площадь входа в систему треугольников. Бистатическая ЭПР системы треугольников на всех частотах и во всех плоскостях расчёта менялась в интервале  $[0.1 \cdot S, 10 \cdot S]$ . При этом двухпозиционная ДР системы треугольников в переднем полупространстве всегда имеет один и тот же колоколообразный вид (рисунок 3). Таким образом, в расчёте не наблюдалось выхода на однородную по углу наблюдения двухпозиционную ДР, предсказанную в [2] для идеального хаотизатора в предположении равномерного рассеяния по всем направлениям. В связи с этим отметим, что вопросы о том, обязательно ли двухпозиционная ДР идеального хаотизатора должна быть однородной по углу, и если нет, то какой вид приобретает ДР идеального хаотизатора в зависимости от его конструкции, требуют дальнейшего изучения.

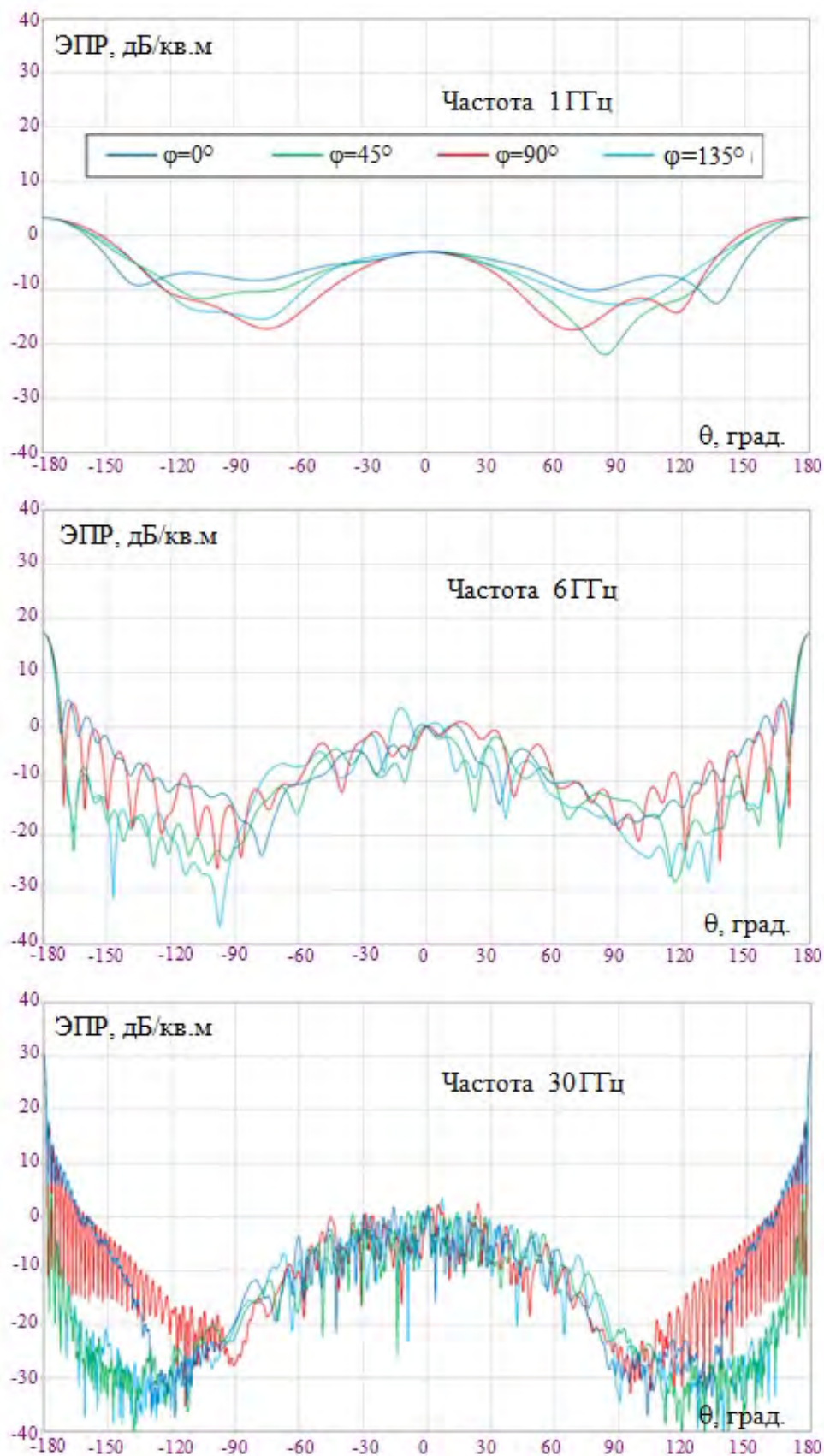


Рисунок 3 – Результаты расчётов двухпозиционных диаграмм рассеяния системой металлических треугольников на частотах 1, 6 и 30 ГГц в четырёх плоскостях постоянного угла азимута  $\varphi$

Высокая степень хаотизации падающей волны системой треугольников подтверждается также и тем, что, как показали дополнительные исследования, на частотах расчёта двухпозиционные ЭПР системы на совпадающей и крессовой поляризациях соизмеримы друг с другом в переднем полупространстве, хотя и далеки от буквального совпадения.

Наличие осцилляций ДР около среднего уровня свидетельствует о неполной степени хаотизации системой треугольников. Разумеется, стабилизации хода осцилляций ДР с ростом частоты быть не может. Действительно, с вариацией частоты меняется разность фаз между вкладами в рассеяние от фрагментов падающей волны, двигающимся по разным путям в объёме хаотизирующей структуры. Кроме того, фазы по разным траекториям меняются всё быстрее с увеличением частоты, так что угловая ширина осцилляций уменьшается.

Для реальных хаотизирующих структур всегда будет иметь место неполнота степени хаотизации падающей волны. Действительно, степень хаотизации всегда может быть увеличена, в рассматриваемом случае – например, добавлением более мелких треугольников в области дна структуры. Рассмотренная система треугольников не может обеспечить полной хаотизации ещё и потому, что состоит из фрагментов с двумя типами геометрии (рисунок 2).

На практике любая реальная протяжённая конструкция, хаотизирующая падающую волну, с неизбежностью будет состояться из повторяющихся фрагментов. Хотя в данной работе исследовано рассеяние моделью хаотизатора частного вида, но полученные результаты позволяют сделать следующий вывод общего характера: структура, составленная из конечного набора фрагментов с фиксированной геометрией, может обеспечить высокую степень хаотизации падающей волны.

Представляет методический интерес следующий из результатов расчётов факт сохранения пропорциональности моностатической и бистатической ЭПР площади участка, закрываемого хаотизирующей системой треугольников, при уменьшении размеров участка вплоть до равного длине волны. В отличие от этого, при радиолокационной маскировке участка поверхности металлического объекта нанесением поглотителя постоянной толщины, либо пирамидального, и уменьшении размеров маскируемого участка до порядка длины волны имеет место так называемый размерный эффект [4]. Он заключается в очень существенном снижении эффективности маскировки по сравнению с маскировкой участка с размерами много больше длины волны.

## Заключение

В ходе численных экспериментов доказано, что построенная по определённым правилам система металлических треугольников, располагаемая над закрываемой поверхностью, может не полностью, но в достаточно сильной степени хаотизировать распространение падающей волны, что обеспечит относительно малую ЭПР закрываемой поверхности, которая не растёт с возрастанием частоты в очень широкой полосе частот.

Системы металлических треугольников и, возможно, некоторые другие комбинации элементов, обеспечивающие неполную, но достаточно сильную хаотизацию падающей волны, могут служить основой для разработки широкополосных поглощающих конструкций.

## Список литературы

- [1] Кобак В.О. Радиолокационные отражатели. - М.: Советское радио, 1975. - 248 с.
- [2] Radar Cross Section / E.F. Knott, J.F. Shaeffer, M.T. Tuley. - 2nd ed., SciTech Publishing, Inc., USA. 2004. – 637 p.
- [3] Feko, <https://www.altair.com>
- [4] Лебедев А.М., Семенов В.Н., Фурманова Т.А., Краснолобов И.И. Размерный эффект в метровом диапазоне длин волн при маскировке поверхности пирамидальным поглотителем // Современная электродинамика. - 2022. - Т. 1, №2. - С. 32-37.

## DIFFUSIVE SCATTERING FROM THE SYSTEM OF METAL TRIANGLES

Lebedev A.M.<sup>1\*</sup>, Furmanova T.A.<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Institute for Theoretical and Applied Electromagnetics of RAS, Moscow, Russia

\* itae@itae.ru

### Abstract

Two tasks were solved: firstly, to provide substantially diffusive scattering by a system of metal triangles located above the surface of a metal object, and, secondly, to study the energy characteristics of diffusive scattering from a system of triangles in the frequency band. It is proposed to arrange the triangles obliquely and, if possible, chaotically with respect both to the surface of the object and to neighboring triangles. Orientation of the triangles' sharpened noses in direction of irradiation provides a matched entrance of the incident wave into the region of space occupied by triangles. Being reflected from the inclined triangles, incident rays are thrown deep into the region with triangles and begin to "excuse" in this region. This results in chaotization of the incident wave propagation. Frequency dependence of two-position scattering from the system of triangles, which provides high but not complete degree of chaotization, has been investigated. Any possible real randomizing construction can provide only not complete chaotization for the following two reasons. First, number of paths, along which the incident wave parts travel within the volume of randomizing structure, is always finite though it can be quite big. Second, in practice any randomizing structure is inevitably composed of a finite set of the certain shape fragments. The revealed fact of fixing both average and oscillations' maximum levels of scattering patterns in a very wide frequency band indicates the possibility of practical application of such randomizing constructions.

**Key words:** system of metal triangles, matched entrance, chaotization of wave propagation, high but not complete degree of chaotization, fixing the radar cross section levels in the frequency band

---

# АНАЛИЗ ТЕРМИЧЕСКОЙ СТОЙКОСТИ ПОРОШКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ЖЕЛЕЗА

Артёмов А.В. \*<sup>1</sup>, Маклаков С.С.<sup>1</sup>, Гаранов В.А.<sup>1</sup>, Беляйков И.Н.<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт теоретической и прикладной электродинамики Российской академии наук, Москва, Россия

Статья поступила в редакцию 19.01.2023

Одобрена после рецензирования 15.02.2023

Принята к публикации 14.03.2023

## Аннотация

Проведено исследование окисления кислородом воздуха мелкодисперсных порошков железа с размером частиц до 2 мкм. Показано, что температура начала окисления карбонильного железа составляет 167 °С и уменьшается до 135 °С при механической активации с изменением формы частиц. Окисление железа представляет собой самораспространяющийся экзотермический процесс, проходящий в несколько стадий. Показано, что механизм окисления железа сложнее, чем последовательное двухстадийное превращение  $Fe \rightarrow Fe_3O_4 \rightarrow Fe_2O_3$ . Измеренные значения температуры начала окислительных реакций могут быть использованы для отладки технологических процессов механохимической обработки железа, исключая экспериментальный подбор точки возгорания промежуточных продуктов и полуфабрикатов. Показано, что при низком содержании оксида в порошке железа температура Кюри составляет 770 °С, что соответствует табличным данным. При содержании оксида в порошке железа 70 масс. % температура Кюри образца составляет 560 °С, что соответствует табличному значению для магнетита. При окислении по данным термогравиметрии можно оценить химическую чистоту железных порошков. Для образцов порошкового железа с низкой примесью оксида температура перехода в высший оксид составила ~600 °С, а величина набора массы составила 38 %. При повышении примеси оксида в порошке железа данные значения снижаются.

**Ключевые слова:** синхронный термический анализ, окисление железа, термогравиметрия, дифференциальная сканирующая калориметрия, механохимическая обработка, порошковая металлургия

EDN BRNOOF

---

## Введение

Мелкодисперсные порошки обладают высокой удельной площадью поверхности. Для веществ, способных к экзотермическим реакциям окисления на воздухе при отсутствии нагрева, развитая поверхность может приводить к взрыву или самопроизвольному возгоранию даже при хранении на воздухе. Определение температуры начала окисления, ниже которой можно безопасно обрабатывать порошковые материалы без угрозы их самовозгорания в зависимости от состава, структуры и размеров порошкового железа, представляет интерес как с фундаментальной, так и с прикладной точки зрения.

Хорошо известно, что при температуре Кюри происходит фазовый переход II рода, то есть ферромагнитные материалы переходят в парамагнитное состояние. Установление предельной температуры, до которой сохраняются ферромагнитные свойства, имеет важное значение при конструировании композиционных материалов. Для определения температуры Кюри возможно использование синхронного термического анализа (СТА), который представляет собой комбинацию методов термогравиметрии (ТГ) и дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК). Прибор для синхронного термического анализа одновременно регистрирует изменение массы и теплового потока через тигель с образцом относительно тигля сравнения. В настоящей работе с помощью СТА экспериментально определена температура Кюри мелкодисперсных порошков железа различного размера, рассмотрены процессы, протекающие при окислении порошкового железа с различной степенью химической активности и чистоты.

---

\* Автор, ответственный за переписку: Анастасия Владимировна Артёмовна, avometras@gmail.com

## Методика эксперимента

С помощью прибора синхронного термического анализа NETZSCH STA 449 F3 Jupiter в окислительной и инертной атмосферах исследованы два вида порошков. Первый – порошок карбонильного железа со средним размером около 3 мкм, исследованный в исходном состоянии и после механохимической обработки. Второй – железный наноструктурированный порошок с частицами в виде полых сфер, полученный при помощи метода ультразвукового спрей-пиролиза с последующим восстановлением в водороде [1]. Образцы исследовали при нагреве от комнатной температуры до 1000 °С со скоростью 10 °С/мин. Навеска образца в корундовых тиглях составляла не более 20 мг. Использование внешних магнитов, помещаемых на внешний корпус печи, позволяет определять температуру Кюри по изменению магнитной восприимчивости при фазовом переходе II рода. Фазовый состав исследовали на дифрактометре Дифрей 401 с использованием  $\text{Cu K}\alpha$ -излучения ( $\lambda = 0,229$  нм) в геометрии Брэгга-Брентано в диапазоне углов от 14 до 140 град.

## Результаты и их обсуждение

Процесс окисления железа протекает с образованием промежуточных фаз по стадиям:  $\text{Fe} \rightarrow \text{FeO} \rightarrow \text{Fe}_3\text{O}_4 \rightarrow \text{Fe}_2\text{O}_3$  [2], [3]. Итоговое превращение протекает по формуле [3], [4]:



Из расчета по данному уравнению следует, что прирост массы составляет 38 %, что и наблюдается экспериментально (см., к примеру, [5]). Одновременно с описанной реакцией протекают и другие превращения [4]:



Результаты измерений СТА-анализа механохимически активированных порошков железа приведены на Рисунке 1. Показано, что температура начала реакции окисления, рассчитываемая по производной температурной зависимости теплового потока через образец при нагреве, совпадает с данными, подобранными экспериментально в ходе оптимизации механохимической обработки железа.

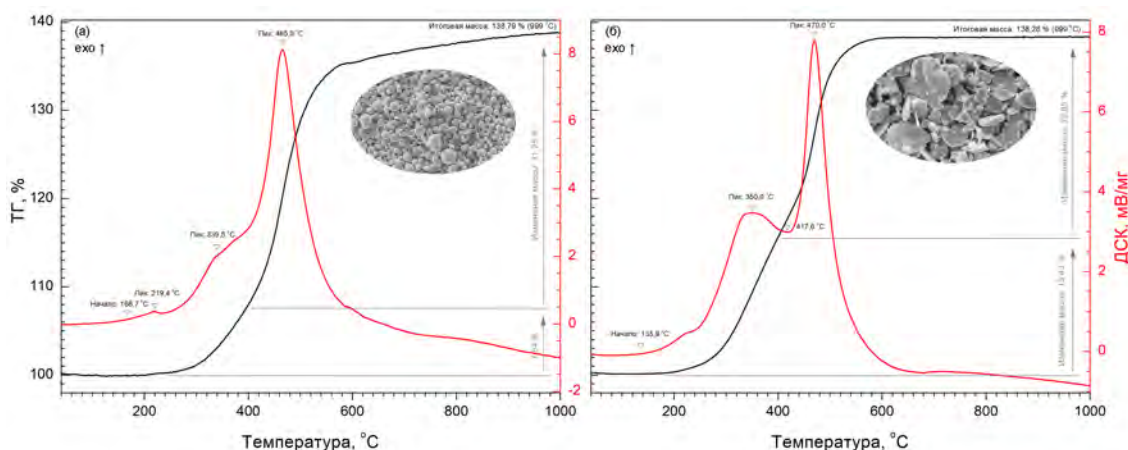


Рисунок 1 – ТГ-ДСК-кривые окисления (а) исходного и (б) механически-активированного порошков железа

Показано, что исходный порошок железа демонстрирует один экзотермический максимум, в то время как механически активированный порошок имеет два максимума (суммарный тепловой эффект составляет 6111 Дж/г против 6671 Дж/г). Начало процесса окисления в результате обработки уменьшается с 166,7 °С до 135,9 °С. Увеличение массы в результате полного окисления на 38 % соответствует теоретическому набору массы для железа по формуле 1. Из Рисунка 1 следует, что механохимическая и термическая обработка исходного порошка существенно влияет на термические свойства финального материала. Таким образом, для железных порошков структурно-чувствительными свойствами являются количество выделившейся при окислении энергии и значение температуры начала реакции окисления.

Исследовано окисление кислородом воздуха двух железных наноструктурированных порошков с полыми сферическими частицами и средним размером 0,6 мкм и 1 мкм. Из данных на Рисунке 2 следует, что процесс окисления в обоих случаях начинается при 160 °С. Также наблюдается двухстадийное окисление, сопровождаемое двумя экзотермическими максимумами на кривых ДСК. Набор массы относительно исходного значения в первом и втором случаях составил 38 % и 16 % соответственно. Из результатов рентгенофазового анализа (Рис. 3) следует, что исходные порошки состоят из фаз  $\alpha$ -Fe и  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . При этом количество оксидной примеси составляет 5 % для мелкого и 70 % для крупного порошков. Отсюда, основываясь на результатах термического и рентгенофазового анализов, можно сделать вывод, что большее содержание железа дает больший прирост по массе, соответствующий расчету изменения массы по формуле 1.

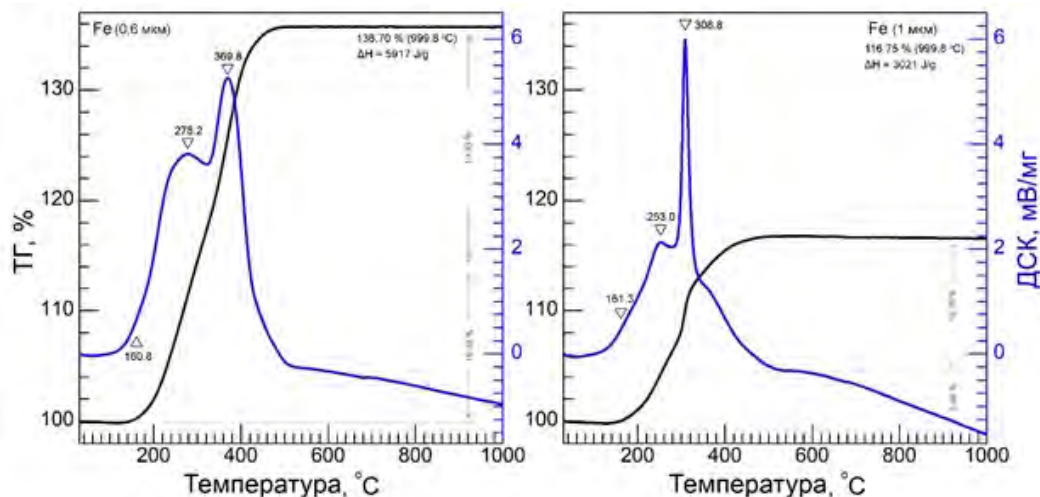


Рисунок 2 – ТГ-ДСК-кривые окисления порошков железа с полыми сферическими частицами и средним размером 0.6 мкм (слева) и 1 мкм (справа)

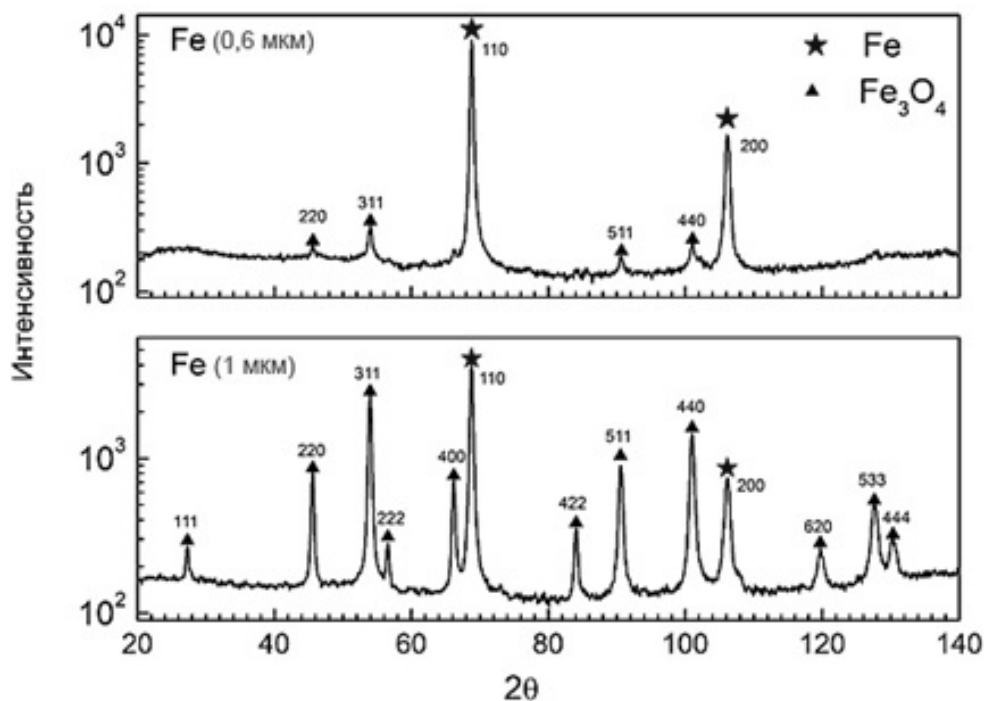


Рисунок 3 – Рентгенофазовый анализ порошков железа с полый сферической формой

Из расчета по формуле 3 изменение массы при окислении магнетита ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) до гематита ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) увеличивает массу исходной навески на 3 %. В работе [6] продемонстрировано, что проведение прецизионного эксперимента по исследованию указанного превращения непосредственно в приборе термоанализа действительно позволяет зарегистрировать величину набора массы в 3 %. В настоящей работе наблюда-

ется только две ступени увеличения массы и два максимума выделения энергии. При этом измеренное увеличение массы при окислении до промежуточного продукта до  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  отличается от 3 % и составляет 10 – 20 %. Вероятно, стадии окисления протекают одновременно, без возможности их разделения. Также можно предположить, что процесс окисления железа является многостадийным.

В работах [2]-[4], рассматривающих окисление железа с помощью методов термического анализа, на ТГ- и ДСК-кривых наблюдается ступенчатая картина окисления, аналогичная полученным данным (Рис. 1 и 2). В литературе не содержится прямых упоминаний разделения процессов образования промежуточных оксидов железа. Это означает, что механизм окисления полученных образцов сложнее, чем последовательное превращение  $\text{Fe} \rightarrow \text{Fe (II)} \rightarrow \text{Fe (III)}$ . Проведение измерений методом СТА с различной скоростью нагрева в рамках кинетического анализа, вероятно, позволит определить количество протекающих стадий и участвующие в реакции окисления вещества.

Присутствие внешнего магнитного поля, создаваемого внешними магнитами, размещенными на корпусе печи, создает постоянное магнитное поле около 100 Э в зоне держателя образца и позволяет измерять температуру точки Кюри. В результате перехода ферромагнетика в парамагнитное состояние магнитная восприимчивость падает до нуля, что выражается скачкообразным изменением веса на ТГ-кривой. При этом в действительности масса образца не изменяется, и после охлаждения до температуры ниже температуры Кюри на ТГ-кривой наблюдается скачкообразный рост веса (Рис. 4).

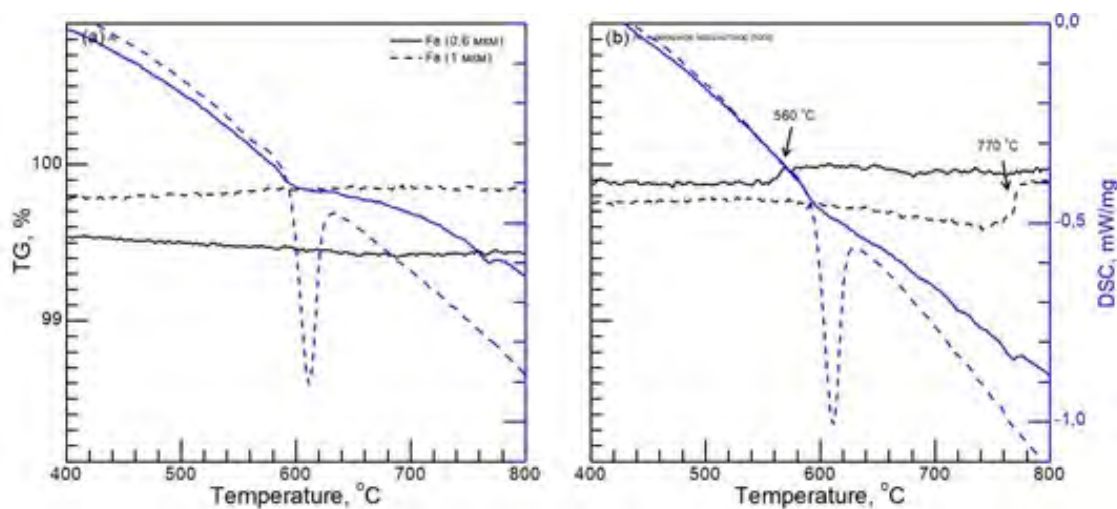


Рисунок 4 – ТГ-ДСК-кривые порошка железа, иллюстрирующие фазовый переход II рода, при нагреве до 1000 °С в инертной атмосфере (а) в отсутствие магнитного поля и (б) с применением внешних магнитов

Для карбонильного железа марки Р-20 температура Кюри равна 770 °С, что соответствует табличному значению для железа [7]. Также известно, что температура перехода в парамагнитное состояние изменяется в результате термической обработки железа [8] и чувствительна к химическому составу в случае наличия в составе железа примесей [9].

Для железного наноструктурированного порошка размером 0.6 мкм экспериментально измеренное значение температуры Кюри также равно 770 °С. При этом переход между магнитными состояниями в образце регистрируется не только по изменению веса в результате взаимодействия со внешним магнитным полем, но и на ДСК-кривой (сплошная синяя линия на Рисунке 4). Слабоинтенсивный эндотермический тепловой эффект на ДСК кривой при 770 °С наблюдается в независимости от наличия внешнего магнитного поля и объясняется магнетокалорическим эффектом [10]. Магнетокалорический эффект состоит в нагреве магнитных материалов при помещении в магнитное поле и охлаждении при удалении из поля. Величина эффекта в элементарных ферромагнетиках, таких как Fe, составляет 0,5–2 Кл на Тл.

У второго образца, в составе которого 70 % магнетита, температура Кюри равна 560 °С. На ДСК кривой (пунктирная линия на Рис. 4) при 600 °С наблюдается необратимый эндотермический тепловой эффект низкой интенсивности, который, по-видимому, связан с рекристаллизацией.

## Заключение

Синхронный термический анализ использован для определения температуры начала экзотермических процессов для предотвращения взрыва при термообработке порошкового железа. Также



получаемые данные могут быть использованы для оценки химической чистоты закупаемого сырья по величине набора массы при окислении.

Определена температура Кюри для порошков с частицами с полый сферической структурой и различным содержанием примеси магнетита. Для образца, содержащего преимущественно железо, температура Кюри соответствует табличному значению и равна 770 °С. В образце, по данным РФА содержащем до 70 % магнетита, температура Кюри составила 560 °С.

Показано, что окисление железа представляет собой многостадийный автокаталитический процесс. Для дальнейшего исследования предложено использовать анализ химической кинетики.

### Финансирование работы

Исследование выполнено за счет средств гранта Российского научного фонда № 21-19-00138, <https://rscf.ru/project/21-19-00138/>.

### Список литературы

- [1] Artemova A., Maklakov S., Osipov A., Petrov D., Shiryaev A., Rozanov K. N., Lagarkov A. The Size Dependence of Microwave Permeability of Hollow Iron Particles // *Sensors*. – 2022. – V. 22. – P. 3086.
- [2] Wen D., Song P., Zhang K., Qian J. Thermal oxidation of iron nanoparticles and its implication for chemical-looping combustion // *Journal of Chemical Technology & Biotechnology*. – 2011. – V. 86, № 3. – P. 375-380.
- [3] Huang D. H., Tran T. N., Yang B. Investigation on the reaction of iron powder mixture as a portable heat source for thermoelectric power generators // *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. – 2014. – V. 116, No 2. – P. 1047-1053.
- [4] Lysenko E. N., Surzhikov A. P., Zhuravkov S. P., Vlasov V. A., Pustovalov A. V., Yavorovsky N. A. The oxidation kinetics study of ultrafine iron powders by thermogravimetric analysis // *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. – 2014. – V. 115, No 2. – P. 1447-1452.
- [5] Abshinova M., Kazantseva N., Saha P., Sapurina I., Kovářová J., Stejskal J. The enhancement of the oxidation resistance of carbonyl iron by polyaniline coating and consequent changes in electromagnetic properties // *Polymer Degradation and Stability*. – 2008. – V. 93. – P. 1826-1831.
- [6] Monazam E., Breault R., Siriwardane R. Kinetics of Magnetite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) Oxidation to Hematite (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) in Air for Chemical Looping Combustion // *Industrial & Engineering Chemistry Research*. – 2014. – V. 53. – P. 140807120832006.
- [7] Velasco S., Román F. L. Determining the Curie Temperature of Iron and Nickel // *The Physics Teacher*. – 2007. – V. 45, No 6. – P. 387-389.
- [8] Fleurier R., Bhattacharyya S., Saboungi M.-L., Raimboux N., Simon P., Kliava J., Magrez A., Feher T., Forro L., Salvétat J.-P. Increase in the Curie temperature and magnetic anisotropy in FePd/Pt-iron oxide core-shell nanoparticles // *Journal of Applied Physics*. – 2009. – V. 106. – P. 073903-073903.
- [9] Chen T., Yuan Y., Liu T., Li D., Tang A., Chen X., Schmid-Fetzer R., Pan F.-S. Effect of Mn Addition on Melt Purification and Fe Tolerance in Mg Alloys // *JOM*. – 2021. – V. 73.
- [10] McHenry M. E., Laughlin D. E. Magnetic properties of metals and alloys / *Physical Metallurgy* // Elsevier. – 2014. – P. 1881-2008.

---

## THERMAL STABILITY ANALYSIS OF IRON-BASED POWDER MATERIALS

**Artemova A.V.<sup>1\*</sup>, Maklakov S.S.<sup>1</sup>, Garanov V.A.<sup>1</sup>, Belyaikov I.N.<sup>1</sup>**

<sup>1</sup> Institute for Theoretical and Applied Electromagnetics of RAS, Moscow, Russia

\* avometras@gmail.com

**Abstract**

Study was made of the oxidation of finely dispersed iron powders with a particle size of up to  $2 \mu m$  by air oxygen. It is shown that the temperature of the beginning of the oxidation of carbonyl iron is  $167^\circ C$  and decreases to  $135^\circ C$  during mechanical activation with a change in the shape of the particles. The oxidation of iron is a self-propagating exothermic process that occurs in several stages. It is shown that the mechanism of iron oxidation is more complicated than the sequential two-stage transformation  $Fe \rightarrow Fe_3O_4 \rightarrow Fe_2O_3$ . The measured values of the temperature of the onset of oxidative reactions can be used to debug the technological processes of the mechanochemical processing of iron, excluding the experimental selection of the ignition point of intermediate products and semi-finished products. It is shown that at a low oxide content in iron powder, the Curie temperature is  $770^\circ C$ , which corresponds to the tabular data. When the oxide content in the iron powder is 70 wt. %, the Curie temperature of the sample is  $560^\circ C$ , which corresponds to the tabular value for magnetite. During oxidation, according to thermogravimetry data, it is possible to estimate the chemical purity of iron powders. For powdered iron samples with a low oxide impurity, the transition temperature to the higher oxide was  $\sim 600^\circ C$ , and the weight gain was 38 %. With an increase in the oxide impurity in the iron powder, these values decrease.

**Key words:** simultaneous thermal analysis, iron oxidation, thermogravimetry, differential scanning calorimetry

---

# ЭФФЕКТ ДОПОЛНИТЕЛЬНОГО УСИЛЕНИЯ АМПЛИТУДЫ ГКР СПЕКТРОВ МИОГЛОБИНА, ОСАЖДЕННОГО ПОД ВОЗДЕЙСТВИЕМ УЛЬТРАЗВУКА НА ПРЕДВАРИТЕЛЬНО НАНОСТРУКТУРИРОВАННУЮ ПОВЕРХНОСТЬ ПЛЕНОК АГ

Афанасьев К.Н.<sup>1</sup>, Богинская И.А.<sup>1</sup>, Седова М.В.<sup>1</sup>, Слипченко Е.А. \*<sup>1</sup>,  
Аверьянова А.Д.<sup>2</sup>, Рыжиков И.А.<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт теоретической и прикладной электродинамики Российской академии наук, Москва, Россия

<sup>2</sup> Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Московский физико-технический институт (национальный исследовательский университет)», Москва, Россия

Статья поступила в редакцию 16.01.2023

Одобрена после рецензирования 24.01.2023

Принята к публикации 14.03.2023

## Аннотация

Исследовано явление дополнительного усиления амплитуды спектров гигантского комбинационного рассеяния (ГКР) миоглобина, осажденного из раствора под воздействием ультразвука (УЗ). Исследование проведено в широком диапазоне частот УЗ на серебряных подложках с различными параметрами морфологии. Морфология поверхности ГКР-активных подложек на наноразмерном уровне формировалась условиями травления поверхности стекла (концентрации плавиковой кислоты и времени травления) перед осаждением пленок серебра с помощью электронно-лучевого испарения в вакууме. Показано, что ГКР спектры миоглобина после УЗ воздействия в процессе высушивания пробы характеризуются изменением как положений полос колебаний, так и амплитудами этих полос по сравнению с ГКР спектром белка, высушенного на воздухе без УЗ воздействия. В частности, получено значительное по сравнению с контролем (высушивание без УЗ на подложках без травления стекла) усиление ГКР спектров миоглобина при определенной частоте УЗ и параметрах морфологии поверхности. Продемонстрирована возможность уменьшения времени подготовки пробы для анализа по сравнению с контролем, и исследована зависимость этого времени от частоты ультразвука и времени травления стекла.

**Ключевые слова:** эффект гигантского комбинационного рассеяния (ГКР), ГКР активные подложки, регистрация белков, пробоподготовка, ультразвук, миоглобин

EDN ВПВСК

## 1. Введение

Одна из актуальных задач для медицинских приложений – быстрая регистрация белков, находящихся в плазме крови при низких концентрациях и являющихся маркерами различных заболеваний. В частности, миоглобин – один из маркеров инфаркта миокарда [1].

На сегодняшний день общеприменимыми являются такие методы идентификации белков, как масс-спектрометрия, ИК-спектрометрия, колориметрические методы, флуоресцентная спектроскопия, электрофорез [2]. Эти методы определяют белки только в достаточно больших концентрациях и при больших объемах проб. В настоящее время перспективным для регистрации белков плазмы крови в низких концентрациях считается метод детектирования с использованием эффекта гигантского комбинационного рассеяния (ГКР). Это обусловлено несколькими преимуществами метода, такими как небольшое время анализа, точность, большая чувствительность, малое количество материала, необходимое для анализа.

Для получения высокоамплитудных ГКР спектров с высоким соотношением сигнал/шум для аналитов с низкой концентрацией (менее 1 мкг/мл) необходимо принимать специальные меры: ис-

\* Автор, ответственный за переписку: Екатерина Александровна Слипченко, slipchenko-katya@mail.ru

пользовать специальным образом изготовленные подложки с наноструктурированной поверхностью, а также методы подготовки пробы, включающие в себя нанесение раствора анализата на подложку с последующим высушиванием. Высушивание может происходить под действием лазерного излучения, электрического поля, нагрева [3] или под действием ультразвука, что исследовалось в настоящей работе. Целью подготовки пробы является такое обеспечение физико-химического взаимодействия белка с поверхностью, при котором достигается необходимая концентрация анализата в зоне анализа, а спектр ГКР имеет максимальную амплитуду.

Согласно [4] ультразвук в растворе создает кавитационные пузырьки, характеризующиеся высоким мгновенным давлением и температурой, которые, согласно [5], в зависимости от условий функционируют определенное время или схлопываются. Предполагают [4], что в пузырьках, где снижается критическая энергия для образования кристаллов, создаются условия для возникновения центров зародышеобразования. В то же время [4] акустические волны могут увеличить как вероятность удара между молекулами, так и скорость массопереноса, тем самым увеличивая частоту нуклеации.

В ранее проведенной нами работе [6] о применении УЗ воздействия с частотой 1.4 МГц для пробоподготовки раствора миоглобина с концентрацией 1 мкг/мл, осажденного на планарных наноструктурированных серебряных подложках, было показано формирование отдельных кристаллоподобных объектов кубической формы, характеризующихся измененным усиленным в  $\sim 10$  раз ГКР спектром по сравнению с контрольным образцом без дополнительной обработки. В продолжение этой работы является актуальным многофакторное исследование возможности использования метода УЗ пробоподготовки на наноструктурированных серебряных ГКР подложках различного типа, отличающихся параметрами шероховатости, для расширения представлений о повышении эффективности ГКР метода.

В представленной работе различные параметры морфологии ГКР подложек были реализованы за счет использования предварительного травления стекла в плавиковой кислоте перед напылением серебра методом электронно-лучевого осаждения. На полученных таким образом подложках был проведен эксперимент по УЗ пробоподготовке раствора миоглобина с концентрацией 1 мкг/мл, проанализированы полученные ГКР спектры, определены условия, приводящие к дополнительному усилению ГКР спектров миоглобина по сравнению с контрольным образцом.

## 2. Материалы и методы

### 2.1. Изготовление ГКР активных подложек

#### 2.1.1. Формирование основы из стекла

Предметные стекла (Deltalab, Испания) были отполированы абразивом Крокус технический ТУ 6-36-5800167-483-90, затем промыты изопропиловым спиртом (Sigma-Aldrich, США). Очищенные стеклянные пластины травили в течение разного времени от 1 до 5 секунд с шагом 1 с в водном растворе плавиковой кислоты (HF) с массовыми концентрациями 18 % и 36 %, после чего отмывали дистиллированной водой от остатков HF и затем промывали стекла изопропиловым спиртом для подготовки поверхности к нанесению серебра.

#### 2.1.2. Напыление покрытия на основе Ag на стеклянные основы

Серебряное покрытие для ГКР активных подложек на подготовленных стеклянных пластинах было сформировано методом электронно-лучевого испарения в вакууме в установке электронно-лучевого испарения УРМ 3-279.072 (ООО «Кварц», Россия). Подготовленные стекла размещали в вакуумной камере в подложкодержателе, находящемся на расстоянии 380 мм от источника металла. Дополнительно стекла были очищены плазмой на остаточной атмосфере при давлении в камере  $10^{-3}$  торр. Для формирования серебряных покрытий использовали следующие параметры напыления: давление в камере  $10^{-4}$  торр, напряжение на катоде 12 В, ток пучка 30 мА, температура в камере составляла 30 °С, скорость напыления 20 нм/мин. В качестве источника серебра использовали высокочистое гранулированное серебро 99,99 % чистоты (АО МЗСС, Россия). Контроль толщины осуществляли в процессе напыления по пропусканию на образце свидетеле на длине волны 650 нм. Толщина полученных пленок составляет 100 нм.

### 2.2. Исследование морфологии поверхности

Морфологию образцов исследовали с помощью интерферометра NewView 7200 (Zygo, США) с использованием объектива Mirau 50X/0.55. Встроенную программу расчета параметров шероховатости использовали для вычисления параметров морфологии поверхности по формулам, описанным в руководстве пользователя интерферометра NewView 7200 [7]. Вычисления проводили для 10 случайных

профилей скана поверхности после программного вычитания плоскости первого порядка, определенной методом наименьших квадратов. Полученные значения параметров шероховатости затем усредняли для 10 профилей.

### 2.2.1. Среднеквадратичная шероховатость ( $rms$ )

Характеризует среднее квадратическое отклонение от центральной линии профиля и вычисляется по формуле 1:

$$rms = \left( \frac{y_1^2 + y_2^2 + y_3^2 + \dots + y_n^2}{N} \right)^{\frac{1}{2}}, \quad (1)$$

где  $y_n$  – высота точки профиля относительно центральной линии в каждой точке профиля,  $N$  – количество точек профиля.

Центральная линия профиля – это пересечение профиля плоскостью, определенной методом наименьших квадратов и вычитенной после. Значение  $rms$  характеризует однородность морфологии поверхности подложек на макромасштабе.

### 2.2.2. Коэффициент эксцесса ( $R_{ku}$ )

Коэффициент эксцесса отражает остроту формы распределения высот профиля поверхности и вычисляется по формуле 2:

$$R_{ku} = \frac{1}{n(rms)^4} \sum_{i=1}^{i=n} (y_i)^4, \quad (2)$$

где  $n$  – номер точки профиля,  $y_i$  – значение высоты профиля. Значения  $R_{ku}$  могут находиться в интервале от 0 до 8 [7]. Значение 3 соответствует нормальному распределению высот профиля и наиболее случайному распределению значений высот профиля поверхности. Согласно [8], чем больше значение  $R_{ku}$  отличается от 3, тем больше повторяющихся элементов образуют поверхность, а также чем значение  $R_{ku}$  больше 3, тем больше острота каждого элемента поверхности.

### 2.2.3. Средняя максимальная высота профиля $R_{tm}$

Средний перепад высот между наибольшим пиком и наибольшей впадиной для каждого из равных по величине девяти или пяти последовательных отрезков, на которые делят профиль.  $R_{tm}$  вычисляется по формуле 3:

$$R_{tm} = \frac{Z_1 + Z_2 + \dots + Z_n}{n}, \quad (3)$$

где  $Z_n$  - перепад высот между наибольшим пиком и наибольшей впадиной для отрезка  $n$ ,  $n$  – число отрезков (5 или 9). В статье использовали разбиение на 5 отрезков. Значение  $R_{tm}$  отражает усредненную глубину локальных неоднородностей на поверхности ГКР подложек.

### 2.2.4. Средний шаг неровности $S_m$

Среднее расстояние между тремя последовательными точками пересечения профиля поверхности с центральной линией, определяющими неровность на длине профиля. Таким образом неровность представляет собой элемент профиля поверхности, содержащий соседние пик и впадину.  $S_m$  вычисляется по формуле 4:

$$S_m = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{i=n} S_{m_i}, \quad (4)$$

где  $n$  – число неровностей на профиле;  $S_{m_i}$  – значение  $i$ -го шага неровности. Величина  $S_m$  отражает эффективный размер неоднородностей поверхности в плоскости XY.

## 2.3. Подготовка пробы раствора миоглобина

### 2.3.1. Приготовление раствора миоглобина

Для приготовления водного раствора белка использовали лиофилизированный миоглобин человека (Sigma-Aldrich, Германия) и деионизованную воду с сопротивлением 18 МОм (Milli-Q, Германия). В эксперименте использовали только свежеприготовленные растворы.

### 2.3.2. Высушивание капли раствора миоглобина

Аликвоты раствора миоглобина с концентрацией 1 мкг/мл и объемом 3 мкл наносили на ГКР подложки с помощью дозатора переменного объема (Eppendorf, Германия). Затем сразу после нанесения с использованием ультразвукового стенда (рис. 1) производили сушку до полного испарения жидкости из капли на предварительно подобранных для подложек резонансных частотах: 90 кГц, 690 кГц, 880 кГц, 1700 кГц. Высушивание в УЗ проводили для каждой частоте при постоянном напряжении, подаваемом на генератор сигналов, на всех типах ГКР подложек, отличающихся морфологией поверхности. В качестве контрольного образца использовали капли, высушенные на воздухе без применения ультразвука на ГКР подложках без предварительного травления стекла.



Рисунок 1 – Ультразвуковая установка, состоящая из генератора (а), осциллографа (б), пьезо-элемента с воздушным охлаждением (в), на котором располагалась подложка с аналитом

Стенд оснащен системой воздушного охлаждения для предотвращения денатурации белка вследствие перегрева. Температура подложки не превышала 27 °С. При каждом из выбранных условий эксперимент проводили 5 раз.

### 2.4. Измерение спектров

После высушивания были измерены ГКР спектры миоглобина в случайных точках его осадка в количестве 20 штук с помощью спектрометра комбинационного рассеяния Alpha 300R+ (WITek, Германия) на длине волны излучения 785 нм и мощности 54 мВт. Время накопления одного спектра составляло 30 секунд.

## 2.5. Обработка спектров

Обработку спектров проводили с помощью программы OPUS 7.0 (Bruker, Германия). Полученные спектры были обрезаны в спектральном диапазоне  $300-1800 \text{ см}^{-1}$ . Затем из них была вычтена базовая линия с помощью встроенного в программу OPUS алгоритма «скорректированной эластичной ленты» [9].

## 3. Результаты и обсуждение

### 3.1. Анализ морфологии поверхности

В результате исследования было зафиксировано значительное визуальное отличие поверхности подложек, обработанных травителем HF при различных концентрациях (рис. 2).

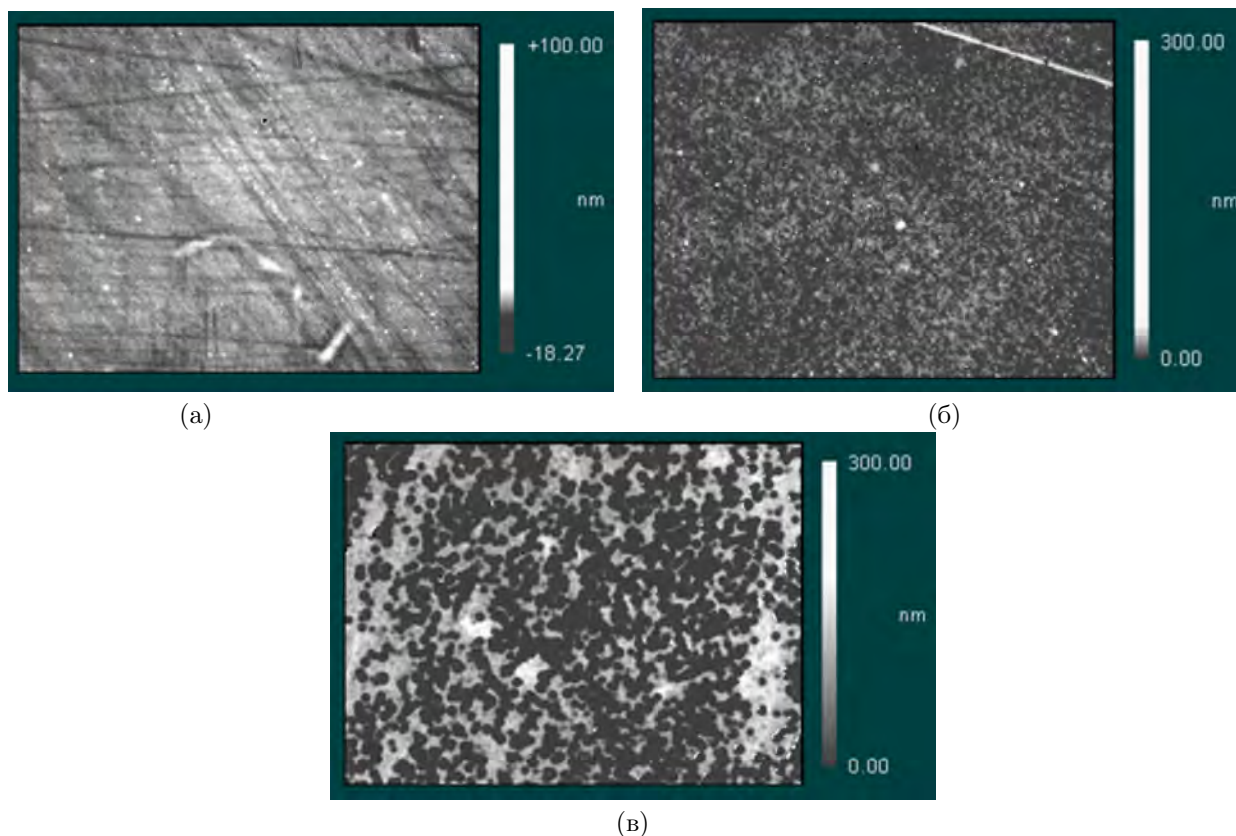


Рисунок 2 – Изображение поверхности размером  $700 \text{ мкм} \times 530 \text{ мкм}$  при различных концентрациях травителя HF: 0 % (а), 18 % (б), 36 % (в)

Визуально травление привело к формированию массива неоднородностей поверхностей, напоминающих лунки. Их количество и размер визуально оцениваются как возрастающие при увеличении концентрации травителя. Параметры шероховатости могут быть использованы для количественного описания преобразования поверхности при травлении и отражают ее шероховатость на макроуровне через показатель  $rms$ , локальную глубину лунок через параметр  $R_{tm}$  и эффективный размер лунок через параметр  $S_m$ .

Для более точной оценки результатов исследования морфологии полученных подложек построены графики зависимости вышеописанных параметров шероховатости поверхности от времени травления для концентраций травителя HF 18 % и 36 % (рис. 3).

Для концентрации кислоты 18 % (рис. 3а) среднеквадратичная шероховатость, коэффициент эксцесса и средняя максимальная высота профиля линейно растут до времени травления 2 секунды, а затем выходят на плато. При этом средний шаг неровности остается константой, то есть ширина “лунок” не меняется с увеличением времени травления. Т.е. до 2 секунд травления размеры лунок растут, а затем остаются постоянными. Для концентрации 36 % (рис. 3б) средний шаг неровности и средняя максимальная высота профиля имеют тенденцию к росту во всем диапазоне времен травления. А среднеквадратичное отклонение и эксцесс остаются константами после 1 секунды (от 0 до 1 секунды  $rms$  растет,  $R_{ku}$  убывает). Т.е. размеры лунок в целом растут постоянно.

Таким образом травление стекла приводит к значительному изменению морфологии получаемых

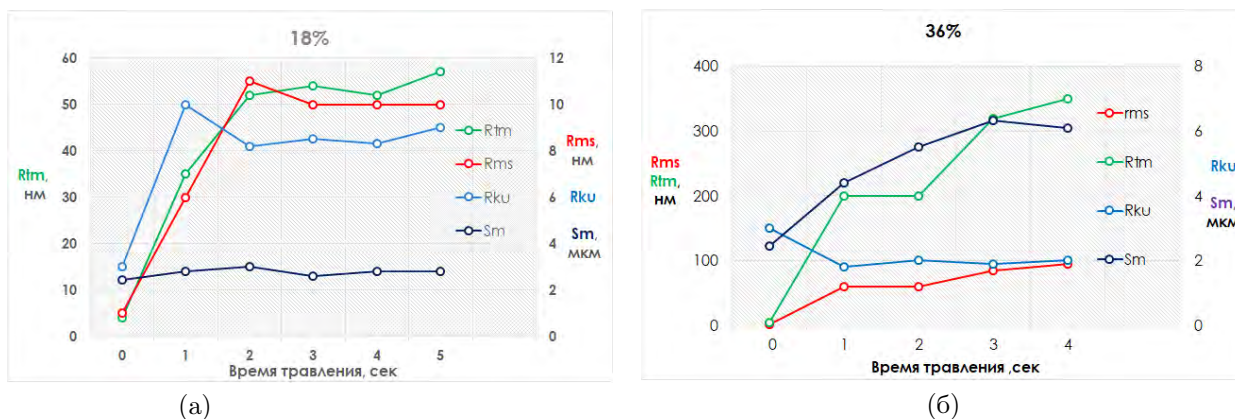


Рисунок 3 – Графики зависимостей параметров шероховатостей от времени травления 18 % HF (а), 36 % HF (б)

подложек, описываемой рядом параметров, характеризующихся немонотонной зависимостью от времени травления и концентрации плавиковой кислоты.

### 3.2. Оценка времени высушивания раствора аналита

Было измерено время сушки от начала воздействия ультразвуком до испарения всей жидкости с поверхности подложки (рис. 4). В сравнении с образцом, высушенным на воздухе без воздействия ультразвука, можно сделать вывод, что ультразвук существенно сокращает время пробоподготовки, так как сушка на воздухе занимает порядка 30 минут. Из четырех выбранных частот наименьшее время высушивания наблюдали при 1700 кГц, а наибольшее время высушивания было отмечено для частот 690 и 880 кГц. Также было обнаружено, что продолжительность высушивания почти не зависит от времени травления при концентрации кислоты 36 %.

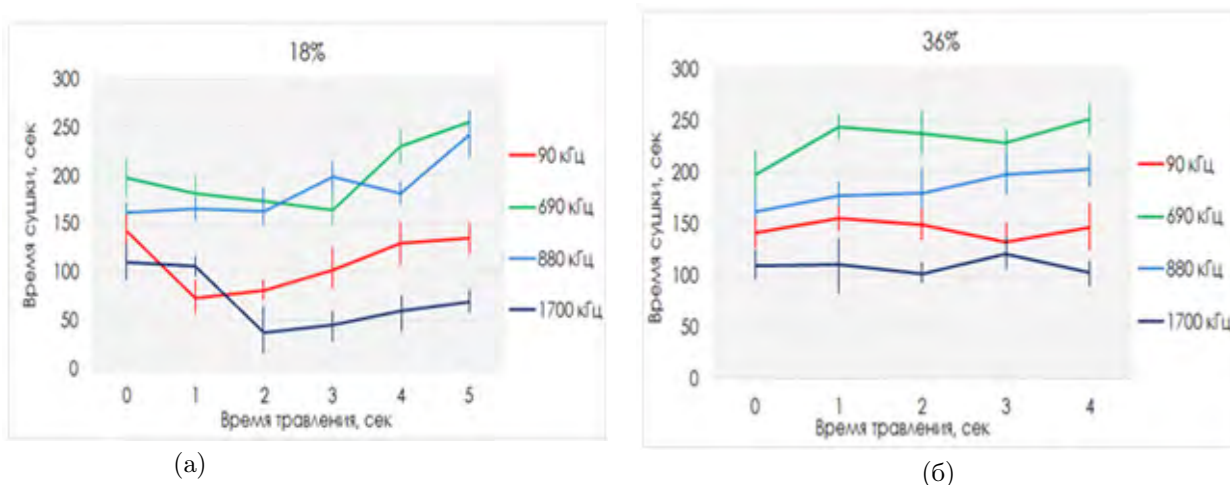


Рисунок 4 – Зависимость времени сушки от времени травления образцов 18 % HF (а), 36 % HF (б)

### 3.3. Анализ ГКР спектров

#### 3.3.1. Анализ конформационных изменений ГКР спектров

В результате измерений миоглобина на подложках, сформированных с использованием травления, с высушиванием в УЗ были получены ГКР спектры двух типов (рис. 5 а, б), спектры первого типа (а) встречались, как правило, реже. При сравнении со спектрами контрольного образца (рис. 5 в) можно сделать вывод, что происходит смещение полос колебаний и изменение их амплитуды при применении ультразвука, что свидетельствует о наличии конформации (изменении пространственного расположения) белка относительно поверхности подложки. Типы спектров на рисунке 5 а и б встречались для всех параметров травления подложек.

Сравнивая спектр первого типа (рис. 5 а) и спектр контрольного образца (рис. 5 в), можно заметить, что полоса колебаний при  $1060\text{ см}^{-1}$  смещается на  $1000\text{ см}^{-1}$ , меняется по амплитуде полоса при  $1474\text{ см}^{-1}$  и смещается на  $1458\text{ см}^{-1}$ , значительно падает амплитуда полосы при  $778\text{ см}^{-1}$ .



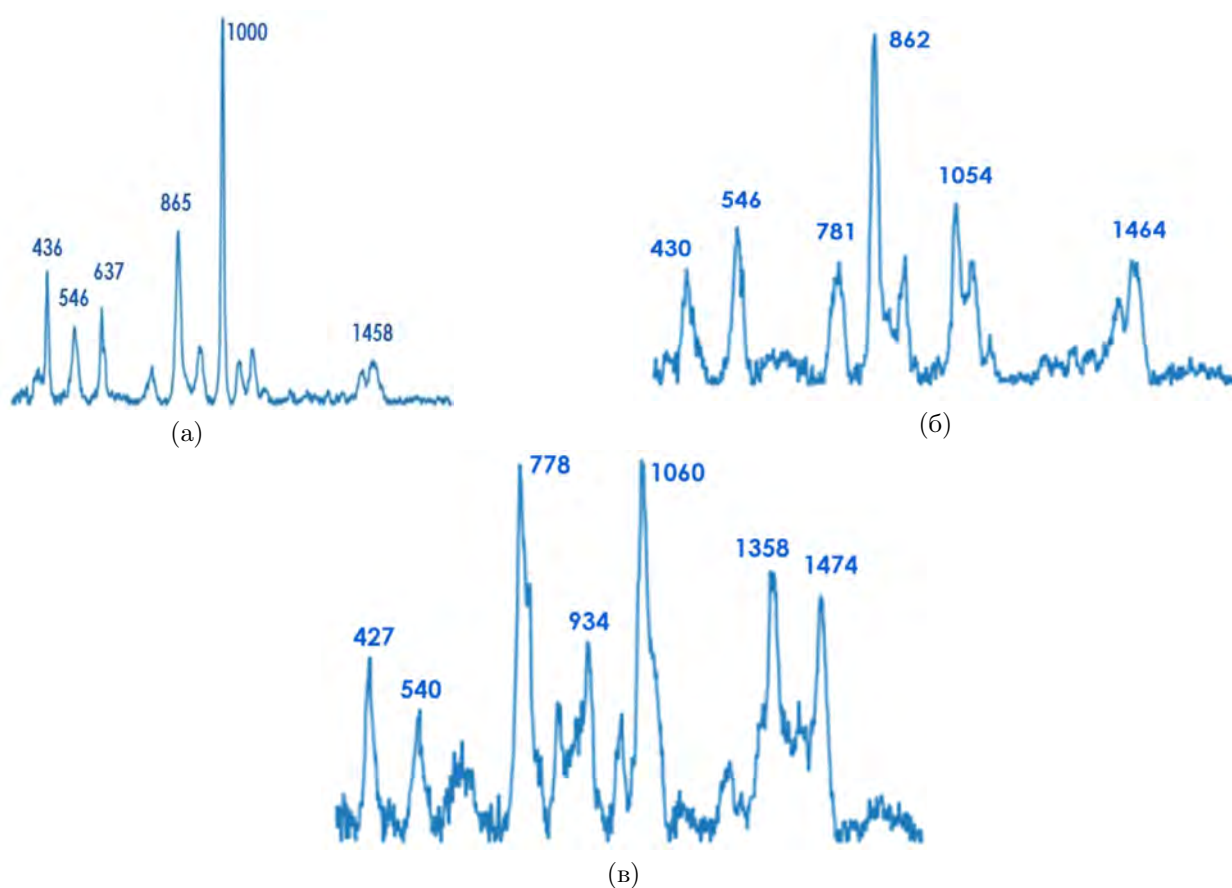


Рисунок 5 – Типичные спектры первого (а), второго (б) типа, спектр контрольного образца (в)

При сравнении спектра второго типа (рис. 5 б) со спектром контрольного образца (рис. 5 в) видно, что пик при  $1060\text{ см}^{-1}$  уменьшается по амплитуде, пик при  $934\text{ см}^{-1}$  смещается на  $862\text{ см}^{-1}$ . Сильно уменьшается амплитуда пика при  $1358\text{ см}^{-1}$ .

В целом высушивание в УЗ ни при каких модификациях морфологии поверхности, несмотря на очевидные конформационные изменения в спектрах по сравнению со спектром контрольного образца, не привело к образованию кристаллоподобных структур, которые наблюдали в работе [6].

Поскольку образование кристаллов может сопровождаться изменением колебательных спектров, что мы и наблюдаем в нашем эксперименте, можно предположить, что, несмотря на отсутствие значительных кристаллических объектов, заметные конформационные изменения структуры молекулы при образовании осадка имеют место.

### 3.3.2. Оценка амплитуды ГКР спектров

Была проведена оценка эффективности возбуждения ГКР спектров в зависимости от условий подготовки пробы и параметров морфологии подложек, выраженных через время травления стекла. Графики зависимости амплитуды спектров от времени травления стекла, рассчитанные как среднее арифметическое по трем максимальным пикам в каждом спектре и усредненные по всем спектрам для образца независимо от типа спектра, представлены на рисунке 6.

Из графиков видно, что при меньшей концентрации плавиковой кислоты амплитуда в среднем растет с 0 до 1 секунды, затем выходит на плато и спадает для времени травления от 4 до 5 секунд. При этом выделяется точка 2 секунды травления и  $1700\text{ кГц}$ , она имеет наибольшее усиление. А для большей концентрации травителя амплитуда в среднем растет с ростом времени травления. Также видно, что, по сравнению с контрольным образцом ( $0\text{ кГц}$ , желтая кривая), применение ультразвука приводит к усилению сигнала.

Примечательно, что максимальную амплитуду спектров (2 сек травления  $18\%$  масс. HF,  $1700\text{ кГц}$ ) наблюдали для морфологии не с максимально протравленной поверхностью, а для некоторого оптимального набора параметров шероховатости (ниже максимального). И при этом формирование осадка белка должно было сопровождаться максимальной частотой УЗ.

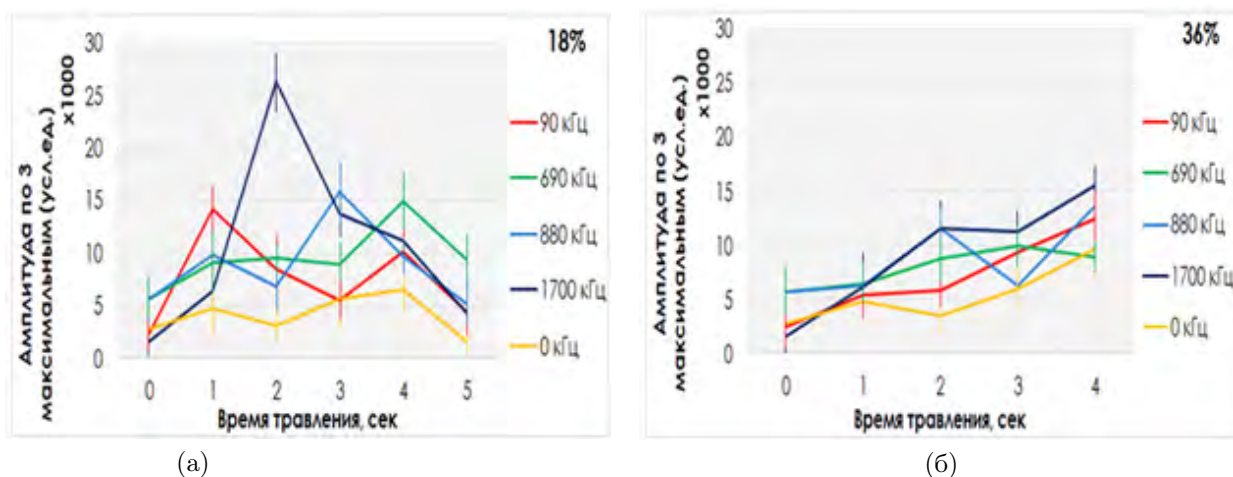


Рисунок 6 – График зависимости амплитуды, рассчитанной как усреднение по 3 максимальным пикам спектра 18 % HF (а), 36 % HF (б)

Таким образом, конформационные изменения при использовании УЗ высушивания раствора миоглобина на наноструктурированной травлением в плавиковой кислоте поверхности приводит к заметному усилению ГКР спектров (до 9 раз) по сравнению с контролем, несмотря на отсутствие выраженных кристаллоподобных объектов.

## Заключение

В представленной работе была исследована возможность использования УЗ в широком диапазоне частот для подготовки пробы раствора миоглобина на серебряных подложках различного типа, отличающихся параметрами морфологии, для повышения эффективности регистрации ГКР спектров. Формирование поверхностей с различными параметрами шероховатости было реализовано путем предварительного травления стекла в плавиковой кислоте перед нанесением серебра, что привело к реализации эффекта дополнительного усиления ГКР спектров миоглобина в областях формирования концентрированного осадка. Была определена зависимость морфологии поверхности от параметров изготовления подложек, таких как концентрация плавиковой кислоты и время травления. При измерениях были получены ГКР спектры двух типов, что свидетельствует о наличии конформации белка. Было обнаружено, что при концентрации 36% масс. плавиковой кислоты средняя амплитуда сигнала имеет тенденцию к росту с увеличением времени травления. При 18% масс. HF зависимость сложная, но амплитуда убывает при увеличении времени травления. Определено, что при времени травления 2 секунды в 18% масс. плавиковой кислоте и ультразвуковой подготовке пробы при 1700 кГц достигается увеличение амплитуды ГКР спектров до 9 раз по сравнению с контрольными ГКР спектрами миоглобина.

Также была исследована зависимость времени высушивания от УЗ частоты и морфологии ГКР-активной подложки. Наименьшее время сушки наблюдали на частотах 1700 кГц (50 сек) и 90 кГц (100 сек), при этом время сушки не зависит от морфологии подложки. Использование УЗ в целом приводит к уменьшению времени пробоподготовки с 30 до 1 - 5 минут.

## Список литературы

- [1] Метельская В.А., Гуманова Н.Г. Валидные кардиоспецифические биохимические маркеры. Часть I. // Кардиоваскулярная терапия и профилактика. –2020. – № 19(4). – С. 123-134.
- [2] Merrill, Carl. Gel Electrophoresis of Proteins: A Practical Approach, Third ed. Edited by B. D. Hames//Analytical Biochemistry - ANAL BIOCHEM. –2000.–№ 280(2). – P. 333-333.
- [3] Yen, Tony & Fu, Xin & Wei, Tao & Nayak, Roshan & Shi, Yuesong & Lo, Yu-Hwa. Reversing Coffee-Ring Effect by Laser-Induced Differential Evaporation // Scientific Reports. – 2018. – №8. – P.1-11.
- [4] Crespo R., Martins P.M., Gales L., Rochac F., Damasa A.M. Potential use of ultrasound to promote protein crystallization // Journal of Applied Crystallography. –2010. – № 43(6). – P. 1419–1425.
- [5] Neppiras E.A. // Acoustic cavitation. Physics Reports. – 1980. – V. 61. - № 3. P. - 159-251. ISSN 0370-1573.

- [6] Бабурин А.С., Богинская И.А., Курочкин И.Н., Родионов И.А., Рыжиков И.А., Седова М.В., Тонанайский Б.Д., Ушаков Н.Д. Исследование влияния ультразвука при осаждении миоглобина из растворов на активные ГКР-подложки. // Вестник МГТУ им Н.Э. Баумана. – 2018. – № 4. – С. 97-111.
- [7] MetroPro Reference Guide // Zygo Corporation. Laurel Brook Road P.O. Box 448 Middlefield, Connecticut 06455-0448.
- [8] Leach R. Fundamental Principles of Engineering Nanometrology (Second Edition). Chapter 8. Surface Topography Characterisation In Micro and Nano Technologies. Ed.: Richard Leach. William Andrew Publishing. - 2014. P. -241-294. ISBN 9781455777532
- [9] OPUS Spectroscopy Software. User manual. BRUKER OPTIK GmbH, Rudolf-Plank-Straße 27, D-76275 Ettlingen. - 2006.

---

## THE EFFECT OF ADDITIONAL ENHANCEMENT OF THE SERS SPECTRA AMPLITUDE OF MYOGLOBIN DEPOSITED UNDER THE ULTRASOUND ON THE PRELIMINARY NANOSTRUCTURED SURFACE OF AG FILMS

Afanasev K.N.<sup>1</sup>, Boginskaya I.A.<sup>1</sup>, Sedova M.V.<sup>1</sup>, Slipchenko E.A.<sup>1\*</sup>, Averianova A.D.<sup>2</sup>, Ryzhikov I.A.<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Institute for Theoretical and Applied Electromagnetics of RAS, Moscow, Russia

<sup>2</sup> Moscow institutes of physics and technology, Moscow region, Russia

\* slipchenko-katya@mail.ru

### Abstract

The phenomenon of additional enhancement of the amplitude of the surface enhanced Raman spectra (SERS) of myoglobin precipitated from solution under the action of ultrasonic (US) has been studied. The study was carried out in a wide range of US frequencies, on silver substrates with different morphology parameters. The surface morphology of SERS-active substrates at the nanoscale level was formed by the conditions of glass surface etching (hydrofluoric acid concentration and etching time) before the deposition of silver films using electron beam evaporation in vacuum. It was shown that the SERS spectra of myoglobin after ultrasonic exposure during the drying of the sample are characterized by a change in both the positions of the vibration bands and the amplitudes of these bands compared to the SERS spectrum of the protein dried in air without US exposure. In particular, a significant enhancement of the SERS spectra of myoglobin was obtained compared to the control (drying without ultrasonication on substrates without glass etching) at a certain ultrasonic frequency and surface morphology parameters. The possibility of reducing the sample preparation time for analysis compared to the control was demonstrated, and the dependence of this time on the ultrasound frequency and glass etching time was studied.

**Key words:** surface-enhanced Raman scattering, SERS substrate, protein registration, sample preparation, ultrasound, myoglobin

---