

15. Братухин В. А., Братухин А. В. Конструкции и технологии крепежных систем авиационной техники. – К., 2011.
16. Степанов А. А. Обработка резанием высокопрочных композиционных материалов. – Л.: Машиностроение, Ленинград Отд-ние, 1987 – 176 с.
17. Влияние технологических параметров процесса сверления на статическую прочность болтовых соединений ПКМ / Б. В. Лупкин, О. В. Мамлюк, А. И. Дранык, В. С. Петропавловский, А. С. Касс // Открытые информационные и компьютерные интегрированные технологии. – 2013. – № 13. – С. 30–41.
18. Arul S., Vijayaraghavan L., Malhotra S.K. Online monitoring of acoustic emission for quality control in drilling of polymeric composites // J. of Mater. Proc. Tech. – 2007. – 185. – N. 1. – P. 184–190.
19. Ravishankar S. R., Murthy C. R. L. Application of acoustic emission in drilling of composite laminates // NDT & E International. – 2000. – 33. – N 6. – P. 429–435.
20. Karimi N. Z., Minak G., Kianfar P. Analysis of damage mechanisms in drilling of composite materials by acoustic emission // Composite Structures. – 2015. – 131. – С. 107–114.
21. Acoustic emission for controlling drill position in fiber-reinforced plastic and metal stacks R. Wertheim et al. // CIRP Annals-Manufacturing Tech. – 2012. – 61. – N. 1. – P. 75–78.
22. Velayudham A., Krishnamurthy R., Soundarapandian T. Acoustic emission based drill condition monitoring during drilling of glass/phenolic polymeric composite using wavelet packet transform // Mater. Sci. and Eng: A. – 2005. – 412. – N 1. – P. 141–145.
23. Effect of the drilling process on the compression behavior of glass/epoxy laminates / N. Z. Karimi et al. // Composite Structures. – 2013. – 98. – P. 59–68.
24. Філоненко С. Ф., Каїта В. М., Космач О. П. Акустична емісія при навантаженні композиційних матеріалів // Вісн. Нац. Авіац. Ун. – 2010. – 42. – № 1. – С. 133–142.
25. Analysis of hole quality in drilling GLARE fiber metal laminates / O.A. Pawar et al. // Composite Structures. – 2015. – 123. – P. 350–365.

Поступила 14.05.16

УДК 621.315

**В. І. Часник¹, О. М. Кайдаш², кандидати технічних наук,
І. П. Фесенко², В. І. Куш², доктори технічних наук; Л. О. Фролова²**

**ВИЗНАЧЕННЯ ДІЕЛЕКТРИЧНОЇ ПРОНИКНОСТІ КОМПОЗИТУ
З КЕРАМІЧНОЮ МАТРИЦЕЮ ДЛЯ ВИСОКОТОЧНОГО
МЕХАНІЧНОГО ОБРОБЛЕННЯ НОВИХ МАТЕРІАЛІВ**

¹Державне підприємство НДІ «Оріон», м. Київ, Україна

²Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, м. Київ

Наведено теоретичне оцінювання діелектричної проникності системи ізолятор – сфероідальні зерна провідника і її порівняння з експериментально визначенним значенням у мікрохвильовій області для вільноспечених композиційних матеріалів AlN-16,9 об.% Mo та фактором форми зерен 2,4 за відсутності макроскопічної електропровідності.

Ключові слова: нітрид алюмінію, молібден, фактор форми, діелектрична проникність, мікрохвилья, поріг перколяції.

Визначення точних значень діелектричної проникності низки тугоплавких сполук та металів у масивному та дисперсному станах, а також у вигляді механічної суміші або спеченого композиту важливе з кількох аспектів. Знати діелектричну проникність одно- та двофазних матеріалів потрібно, як для застосування матеріалу як функціонального, так і для механічного оброблення деталей з цього матеріалу до необхідних допусків.

Наприклад, для вікон виведення мікрохвильової енергії в гіроприладах з потужністю, що дорівнює сотні кіловат, необхідно застосовувати диски з нітриду бору чи сапфіру, а також в імпульсних гіротронах, які застосовують у термоядерних реакторах, потрібним є високий ступінь полірування поверхонь [1].

Для високоточного механічного оброблення нових матеріалів необхідно знати точні значення діелектричної проникності всіх учасників процесу, а саме оброблюваного матеріалу, матеріалу інструменту та технологічної рідини. Рівняння зносу (1) щодо інтенсивності (продуктивності) знімання оброблюваного матеріалу містить як спів множник функцію діелектричних проникностей [2]:

$$E = (\varepsilon_1 - \varepsilon_3)(\varepsilon_2 - \varepsilon_3)/(\varepsilon_1 + \varepsilon_3)(\varepsilon_2 + \varepsilon_3), \quad (1)$$

де ε_1 , ε_2 , ε_3 – діелектрична проникність матеріалів відповідно деталі, інструменту та технологічної рідини.

При моделюванні та реалізації полірувального процесу для досягнення необхідної шорсткості поверхні вікон з полікристалічної нітридалюмінієвої кераміки, яка є потенційним кандидатом для вікон введення/виведення енергії потужних мікрохвильових приладів завдяки великій міцності та теплопровідності, важливо знати діелектричну проникність.

Крім того, точного механічного оброблення потребують композити з матрицею з нітриду алюмінію, які щодалі ширше застосовують у деталях поглиначів у вакуумній електроніці [3], для чого необхідно знати діелектричні характеристики за певної концентрації та морфології зерен провідної фази в цих композитах.

Теоретичному аналізу діелектричної проникності композитів присвячено багато праць [4–14]. При цьому в більшості досліджень розглядають модель композиту з певними розмірами провідних частинок однієї форми, найчастіше це сфера [4; 7; 10; 11], сфероїд-еліпсоїд [12] або ниткоподібні частинки (вуса) [5; 6; 8; 13; 14].

Мета цієї статті – визначити оптимальні структурні параметри композиційного матеріалу з діелектричною матрицею і металічними включеннями для досягнення максимальної діелектричної проникності композиту за відсутності макроскопічної електропровідності.

Теоретична частина

Макроскопічна електропровідність композиційного матеріалу визначається формуванням у структурі непровідної матриці нескінченних ланцюжків (кластерів) провідних частинок при досягненні певного критичного значення об'ємного вмісту c провідної фази, тобто порогу протікання. У свою чергу, поріг протікання, або перколляції p_c , залежить від розміру та форми частинок. При фіксованому об'ємному вмісті провідних частинок тільки їх розмір та фактор форми є параметрами, здатними змінити поріг перколляції за умови, що такі частинки розподілені в матриці довільно [15].

Найпростішою геометричною фігурою для врахування форми несферичних включень є сфероїд (еліпсоїд обертання), відношення осей якого $\theta = l/d > 1$ для витягнутих частинок і менше одиниці для сплюснутих, або дископодібних, частинок; тут l – розмір частинки вздовж осі обертання. Далі θ називатимемо фактором форми. За припущення, що композит

складається з неперервної матриці, армованої однаковими статистично однорідно розташованими і орієнтованими включеннями, математична задача оптимізації структури композиту полягає у визначенні оптимальної форми включень θ та відповідного її значення ε з умови (2):

$$\varepsilon(\theta) = \max_{\theta} \max_{c < p(\theta)} \varepsilon(c, \theta), \quad (2)$$

де $\varepsilon(c, \theta)$ – макроскопічна діелектрична проникність композиту. Розв’язання цієї задачі, у свою чергу, потребує обчислення $\varepsilon(c, \theta)$ для довільних значень c та θ , а також залежності $p_c(c)$. Перша з цих задач є типовою задачею механіки композитів і з різним ступенем наближення розглядалась серед багатьох інших у [16–18].

Для усіх зазначених праць спільними є такі висновки:

- 1) поріг перколляції знижується зі збільшенням θ ;
- 2) діелектрична проникність збільшується зі збільшенням θ ;
- 3) діелектрична проникність збільшується зі збільшенням c .

У діелектричній матриці реальних композитів містяться частинки різної форми та довжини, тобто на діелектричну проникність впливають усі розміри провідних частинок. Отже, експериментальні вимірювання зразків реальних композитів важливі з огляду на необхідність вибору оптимальних структурних параметрів композитного матеріалу з метою досягнення максимальної діелектричної проникності композиту за відсутності макроскопічної електропровідності.

Експериментальна частина

Зразки композиту готували вільним спіканням в атмосфері азоту [19; 20]. Діелектричну проникність зразків вимірювали в мікрохвильовому діапазоні резонансним методом [21]. Наведено дані експериментального визначення діелектричної проникності композиту з діелектричною матрицею з нітриду алюмінію AlN та провідними частинками з молібдену Mo.

Електронно-мікроскопічне зображення структури шліфа композиту з молібденом показано на рис. 1. Світлі зерна мікроструктури відповідають частинкам молібдену, темносірі – керамічній фазі нітриду алюмінію. Як випливає з даних рис. 1, в одержаних композитах міститься велика кількість видовжених частинок молібдену, за формую близьких до циліндрів із заокругленнями на торцях. Витягнуті частинки молібдену різної довжини та діаметру розподілені по об’єму композиту хаотично і не мають переважної орієнтації.

За даними рис. 1 проаналізували розподіл частинок молібдену за розмірами. Загальна кількість

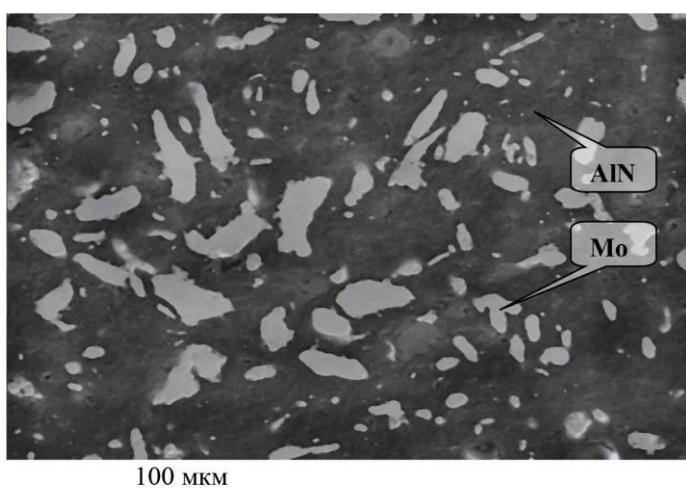


Рис. 1. Електронно-мікроскопічне зображення структури шліфа композиту AlN-16,9 об.% Mo

частинок молібдену – 271. Спектральний склад частинок у кількісному відношенні за діаметром та довжиною показано для композиту AlN–16,9% Mo² на рис. 2.

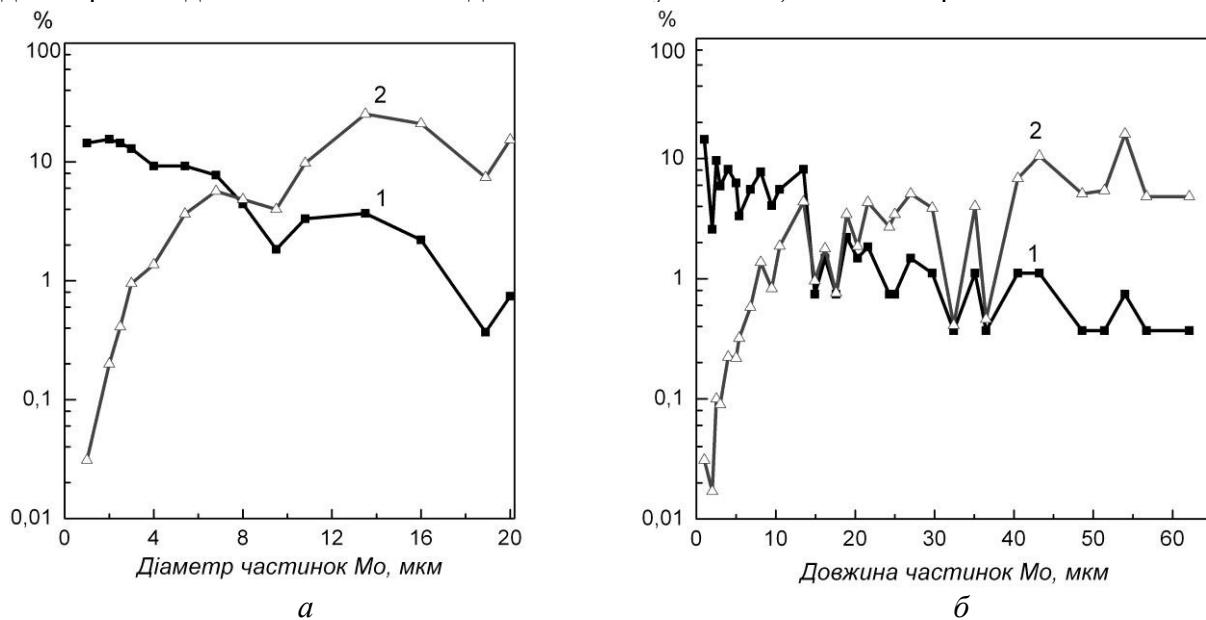


Рис. 2. Залежності кількісної (1) та об’ємної (2) часток частинок молібдену від їх діаметра (а) та довжини (б), визначені за зображеннями мікроструктури композиту AlN–16,9 об.% Mo на рис. 1

Об’єм частинки молібдену у вигляді циліндра із заокругленнями на торцях (контур 1 на рис. 3) обчислювали за формулою

$$V_{\text{ц}} = 0,5 \pi d^2(0,5l - 0,167d), \quad (3)$$

де d , l – відповідно діаметр та довжина частинки молібдену; радіус заокруглення прийнято $d/2$.

Об’єм частинок у формі кулі діаметром d визначали за відомим співвідношенням $0,5236 \cdot d^3$. Площа перерізу частинки молібдену у вигляді циліндра із заокругленнями на торцях визначали за формулою

$$S_{\text{ц}} = d(l - 0,2146d). \quad (4)$$

Площу перерізу частинки молібдену у формі кулі розраховували за формулою

$$S_{\text{к}} = 0,25 \pi d^2. \quad (5)$$

Обчислена за формулами (4), (5) відносна площа зерен молібдену для мікроструктури композиту (див. рис. 1) дорівнює 16,9%. Цей результат близький до величин вихідного об’ємного вмісту молібдену в шихті для цих зразків композитів – 16,6% (за об’ємом) або 38,0% (за масою).

² Тут і далі склад композиту наведено у відсотках за об’ємом (%, об.).

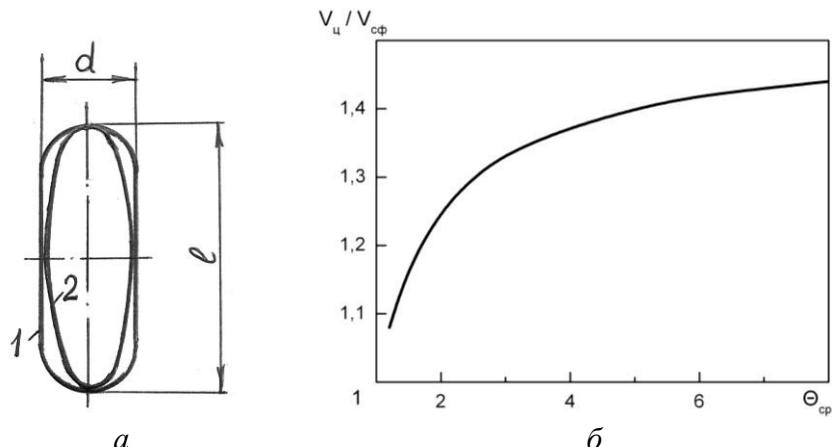


Рис. 3. Контури видовжененої частинки у вигляді циліндра із заокругленнями на торцях (контур 1) та витягнутого сфероїда (контур 2) з однаковою довжиною l та діаметром d (а) та обчислені відношення їх об'ємів залежно від фактора форми Θ_{cp} (б)

Середній фактор форми Θ_{cp} для цього композиту обчислювали за формулою

$$\Theta_{cp} = \sum \Theta_{cp,i} c_i / \sum c_i, \quad (6),$$

де $\Theta_{cp,i} = l_i/d_i$; c_i – об’ємна частка для фіксованого i -того діаметра в розподілі частинок молібдену довжиною l_i і діаметром d_i . Усі їх було розсортовано для фіксованого діаметра d_i за довжиною; з урахуванням їх кількості обчислений фактор форми

$$\Theta_{cp,i} = \sum l_i N_i / \sum N, \quad (7),$$

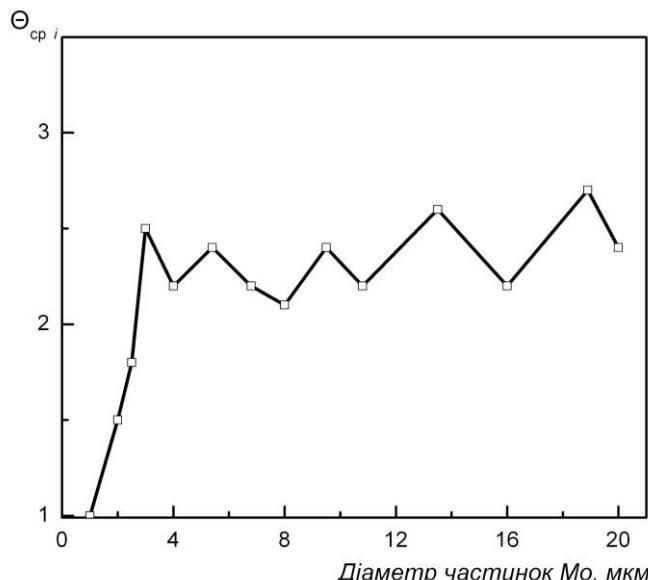


Рис. 4. Обраховані залежності фактора форми $\Theta_{cp,i}$ від діаметра частинок молібдену для одержаних вільним спіканням композитів $AlN-16,9$ об.% Mo

де l_i – довжина i -тої частинки, N_i – кількість i -тих частинок, ΣN – сума частинок i -го діаметра.

Значення факторів форми частинок $\Theta_{cp,i}$ кожного діаметра для композиту показано на рис. 4. За цими значеннями за формулою (6) обчислили фактор форми частинок молібдену всього композиту (Θ_{cp}), що становить 2,37 для композиту з вмістом молібдену 16,9%.

Характеристики модельних структур композитів на основі діелектричної матриці з провідними частинками у формі правильних сфероїдів теоретично розглянуто в [22]. Для видовжених частинок молібдену в реальних композитах, що досліджувались, найбільш близькою за формою являється не витягнутий сфероїд, розглянутий теоретично у [22], а циліндр із заокругленими торцями з дещо більшим об’ємом при рівному факторі

форми (див. рис. 3). Цю різницю об'ємів частинок, що впливає на діелектричну проникність, слід визначити. Розглянемо композити з частинками у формі циліндрів із заокругленими торцями, обчислимо об'єми спектру всіх частинок і порівняємо результати теоретичного оцінювання діелектричної проникності композитів з частинками цих двох форм та експериментальними даними для реальних структур подібного складу.

Формула для визначення об'єму витягнутого сфероїда в позначеннях, прийнятих на рис. 3, а, має вигляд

$$V_{\text{сф}} = 0,5236 d^2 l. \quad (8)$$

Відношення об'ємів $V_{\text{ц}} / V_{\text{сф}}$ для різних θ показано на рис. 3, б. При цьому $V_{\text{ц}}$ обчислювали за формулою (1), $V_{\text{сф}}$ за формулою (6). Як випливає з даних рис. 3, б, частинка у вигляді циліндра із заокругленнями на торцях радіусом $d/2$ має більший об'єм при одному значенні фактора форми θ .

Подальший аналіз спеченого зразка композиту проводився згідно методики, розробленої при досліженні алмазних порошків [23]. Весь спектр частинок молібдену був розподілений на три групи: дрібні частинки діаметром 1–3 мкм, середні частинки діаметром від 4 до 16 мкм, що забезпечують основний вклад в об'єм провідних частинок, та найкрупніші частинки 18–20 мкм.

Результати аналізу спектрального складу частинок молібдену в досліджуваному зразку композиту (див. рис. 2) свідчать про вміст у цих частинках великої кількості дрібних сферичних частинок діаметром 1–3 мкм та дещо витягнутих ($1 < \theta_{\text{ср}} < 2$) довжиною 3–6 мкм цього самого діаметра. Так, їх міститься 44,6% при об'ємній частці всього 0,6 % для цього композиту. Отже, якщо, при обчисленні середньої довжини частинки ними знехтувати, то середня довжина частинки молібдену у зразку композита буде 16,0 мкм.

Обчислення фактора форми для різного об'ємного вмісту провідних сфероїдальних частинок та різних відношень $\varepsilon/\varepsilon_0$ проводилося при їх фіксованому діаметрі. Чорним кружком на теоретичній граничній перколоційній лінії p_c відмічена максимально досяжна діелектрична проникність $\varepsilon/\varepsilon_0 = 2,8$ при оптимальному значенні фактора форми $\theta_{\text{теор}} = 3,9$ та об'ємному вмісті провідних сфероїдальних частинок $c = 0,175$, за умови, що макроскопічна електропровідність композиту відсутня.

На основі теоретично розрахованої кривої граничної перколоційної лінії p_c (див. рис. 5) побудували залежності відношення значень $\varepsilon/\varepsilon_0$ до максимального значення $\varepsilon/\varepsilon_0 = 2,8$ при $\theta_{\text{теор}} = 3,9$ та $c = 0,175$ (рис. 6). Як випливає з даних рис. 6, для фактора форми θ та концентрації c спостерігаються оптимуми за діелектричною проникністю. Слід зауважити, що обидва оптимуми доволі пологі за формою, тобто немає різкої зміни максимально досяжної діелектричної проникності в широкому інтервалі фактора форми θ та концентрації c . Так, за зміни фактора форми в інтервалі $2,5 < \theta < 5,7$ та концентрації $0,11 < c < 0,23$ відмінність $\varepsilon/\varepsilon_0$ від оптимального значення не перевищує 7%. Цей висновок сприятливий для практичного застосування результатів теоретичних розрахунків, тому що сприяє реалізації в композитах наближеного до максимального значення діелектричної проникності при значному відхиленні θ та c від їх оптимальних значень.

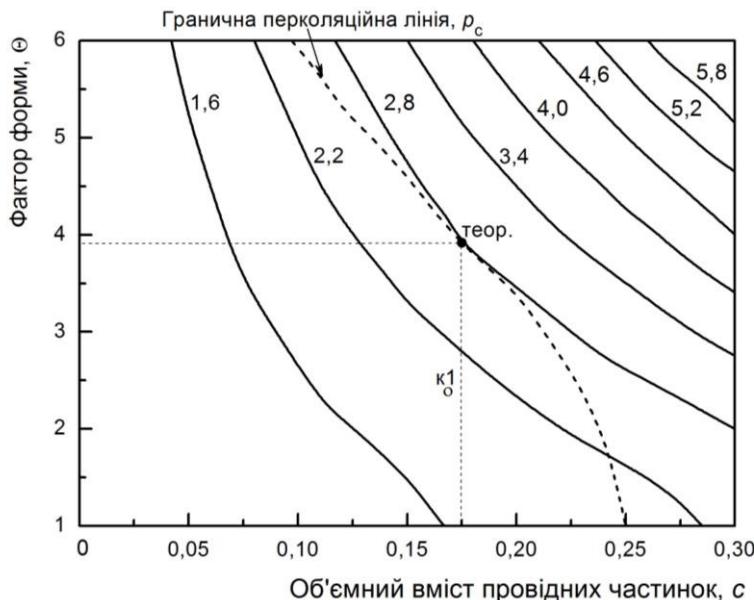


Рис. 5. Одержані теоретичні залежності фактора форми Θ від об'ємного вмісту c провідних сфероїдних частинок. Цифри на кривих – відношення діелектричної проникності композиту ϵ до непровідної матричної фази ϵ_δ . Показана гранична перколаційна лінія r_c з теоретичною точкою. Експериментальна точка κ_1 відповідає обчисленому раніше фактору форми $\theta_{\text{ср}}=2,37$ для одержаного композиту AlN–16,9 об.% Mo

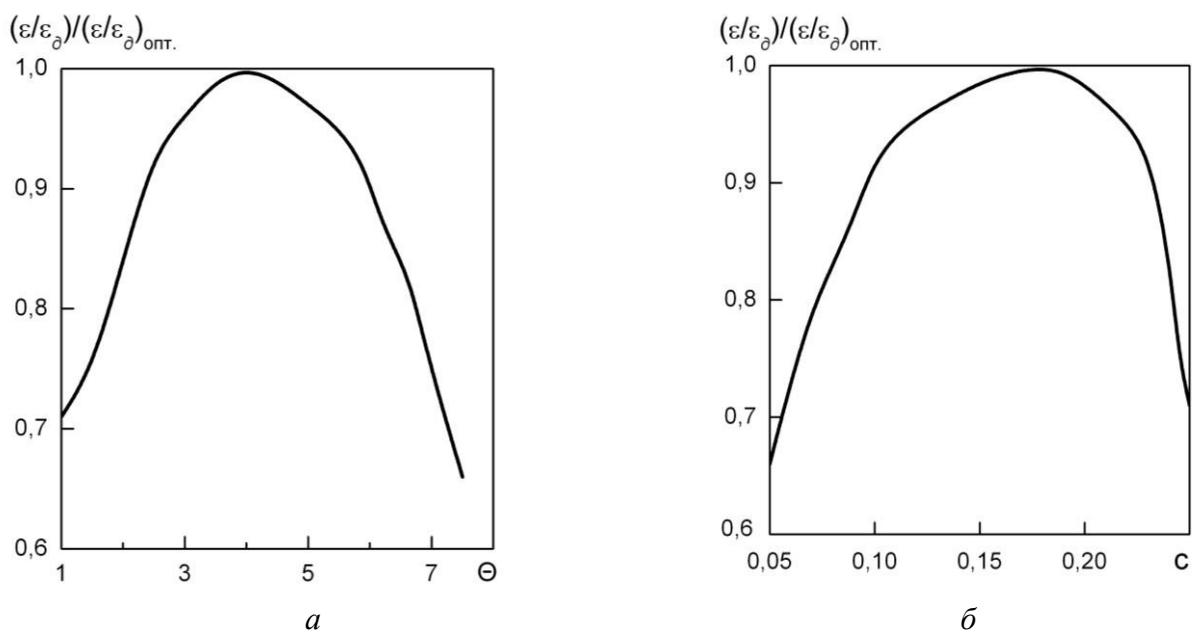


Рис. 6. Залежності відношення теоретично визначених значень ϵ/ϵ_δ до максимальної величини $(\epsilon/\epsilon_\delta)_{\text{опт.}}=2,8$ (з фактором форми $\theta_{\text{теор.}}=3,9$ та $c=0,175$) від фактора форми Θ (а) та концентрації провідних частинок c (б)

Експериментально виміряні значення діелектричної проникності у зразках композитів $\epsilon = 24,0$ (частота 3,2 ГГц), поділені на значення $\epsilon_0 = 8,0$ для матричної фази нітриду алюмінію, тобто $\epsilon/\epsilon_0 = 3,0$ більше теоретичного значення $\epsilon/\epsilon_0 = 2,0$ у композиті з провідними частинками у вигляді сфераїдів. Це пов'язано з тим, що значення діелектричної проникності у спеченому композиті визначається сукупністю всього спектру розмірів провідних частинок молібдену від найдрібніших 1–3 мкм до найбільших 18–20 мкм. Крім кого, частинки молібдену різні за формою від сфери до сильно витягнутих частинок від 3–4 мкм до 60 мкм.

Порівняння теоретичних та експериментальних даних показує, що у вільноспечених композитах при концентрації частинок, близької до оптимальної, можна реалізувати максимальні значення діелектричної проникності при відхиленні фактора форми та концентрації частинок на 26–56% від їх оптимального значення.

Висновки

Теоретично оцінено максимально досяжну діелектричну проникність системи ізолятор – сфераїдні зерна провідника з різними факторами форми за відсутності макроскопічної електропровідності, тобто нижче порогу перколяції. Теоретично одержані значення діелектричної проникності порівняно з експериментально визначенім у мікрохвильовій області значенням $\epsilon = 24,0$ (частота 3,2 ГГц) для вільноспечених композиційних матеріалів AlN–16,9 об.% Mo з фактором форми зерен 2,4. Порівняння теоретичних та експериментальних даних показує, що у вільноспечених композитах при близькій до оптимальної концентрації частинок можна реалізувати максимальні значення діелектричної проникності при відхиленні фактора форми та концентрації частинок на 26–56% від їх оптимального значення.

Приведены теоретическая оценка диэлектрической проницаемости системы изолятор – сфероидальные зерна проводника и ее сравнение с экспериментально определенным значением в микроволновой области для свободноспеченных композиционных материалов AlN–16,9 об.% Mo с фактором формы зерен 2,4 при отсутствии макроскопической электропроводности.

Ключевые слова: нітрид алюмінія, молібден, фактор форми, диелектрическая проницаемость, мікрохвиля, порог перколяції.

DETERMINATION OF THE PERMITTIVITY CERAMIC MATRIX COMPOSITES FOR HIGH-PRECISION MACHINING NEW MATERIALS

A theoretical estimation of dielectric constant of the dielectric-spheroid conductive grains system, and its comparison with experimentally obtained values in microwave region for pressureless sintered composite materials AlN–16,9 vol.% Mo with grain aspect ratio 2,4 by no macroscopic electrical conductivity are presented.

Key words: aluminum nitride, molybdenum, aspect ratio, dielectric constant, microwave, percolation threshold.

Література

1. Касаткин Л. В., Рапопорт Г. Н. Гироприборы СВЧ: принципы действия и особенности конструкции. – Севастополь : Вебер, 2008. – 134 с.
2. Філатов Ю.Д. Моделювання процесів механічної обробки матеріалів. – К.: НТТУ «КПІ», 2012. – 176 с.
3. Ковнеристый Ю. К., Лазарева И. Ю., Раваев А. А. Материалы, поглощающие СВЧ-излучения. – М. : Наука, 1982. – 163 с.

4. Шкловский Б. И., Эфрос А. Л. Теория протекания и проводимость сильно неоднородных сред // Успехи физ. наук. – 1975. – 117. – Вып. 3. – С. 401–435.
5. Dani A., Ogale A. A. Percolation in short-fiber composites: cluster statistics and critical exponents // Composite Sci. and Technology. – 1997. – 57. – Р. 1355–1361.
6. Mileiko S. T., Stepanov A. K. A percolation-type fracture criterion for composites with randomly oriented fibers // Theoretical and Applied Fracture Mechanics. – 1997. – 28. – Р. 95–108.
7. Foulger S. H. Electrical Properties of Composites in the Vicinity of the Percolation Threshold // J. Appl. Polymer Sci. – 1999. – 72. – Р. 1573–1582.
8. Clingerman M. L., King J. A., Schulz K. H., Meyers J. D. Evaluating Electrical Conductivity Models for Conductive Polymer Composites // J. Appl. Polymer Sci. – 2002. – 83. – Р. 1341–1356.
9. Сороков С. Кластерний підхід до розрахунку фізичних характеристик композиційних матеріалів // Препринт ICMP-03-19U. — Л. : Інститут фізики конденсованих систем, 2003. – С. 23.
10. Xue Q. A percolation model of metal–insulator composites // Physica B. – 2003. – 325. – Р. 195–198.
11. He D., Ekere N. N. Effect of particle size ratio on the conduction percolation threshold of granular conductive-insulating composites // J. Phys. D: Appl. Phys. – 2004. – 37. – Р. 1848–1852.
12. Xu P., Li Zh.-Ya. Effect of particle shape on the effective dielectric response of nanocomposite close to the percolation threshold // Physica B. – 2004. – 348. – Р. 101–107.
13. Chen B., Wu K., Yao W. Conductivity of carbon fiber reinforced cement-based composites // Cement & Composites. – 2004. – 26. – Р. 291–297.
14. Снарский А. А., Шамонин М. В., Женировский М. И., Траутнер Р. Влияние разупорядоченности на проводимость двухфазных сильно неоднородных высоконаполненных композитов // Журн. техн. физ. – 2005. – 75. – Вып. 1. – С. 14–21.
15. Garboczi E. J., Snyder K. A., Douglas J. F., Thorpe M. F. Geometrical percolation threshold of overlapping ellipsoids // Phys. Rev. E. – 1995. – 52. – N 1. – Р. 819–828.
16. Norris A. N. An examination of the Mori-Tanaka effective medium approximation for multiphase composites // ASME J. of Appl. Mech. – 1989. – 56. – Р. 83–88.
17. Cheng H., Torquato S. Electric-field fluctuations in random dielectric composites // Phys. Rev B. – 1997. – 56. – N 13. – Р. 8060–8068.
18. Shafiro S., Kachanov M. Anisotropic effective conductivity of materials with nonrandomly oriented inclusions of diverse ellipsoidal shapes // J. Appl. Phys. – 2000. – 87. – Р. 8561–8569.
19. Chasnyk V. I. High Absorption of the Microwave Energy in a System with Strongly Elongated Molybdenum Grains in Aluminum Nitride Matrix at Frequencies of 9.5–10.5 GHz // J. Super. Mat. – 2012. – 34. – N 1. – Р. 71–73.
20. Часнык В. И. Влияние структурной иерархии частиц проводящей фазы в материале объемного поглотителя на процесс поглощения СВЧ-энергии // Электроника и связь. – 2011. – № 1(60). – С. 43–47.
21. Часнык В. И., Фесенко И. П. Объемный поглотитель СВЧ-энергии на основе нитрида алюминия и карбida кремния // Техника и приборы СВЧ. – 2008. – № 2. – С. 45–47.
22. Benveniste Y. A new approach to the application of Mori-Tanaka's theory in composite materials // Mech. Mater. – 1987. – 6. – N 2. – Р. 147–157.
23. Сафонова М. Н., Петасюк Г. А., Сыромятникова А. С. Компьютерно-аналитические методы диагностики эксплуатационных характеристик алмазных порошков и композиционных материалов на их основе // Изд-во СО РАН, 2013. – 222 с.

Надійшла 06.06.2016