

06.4;15.2

## Экспериментальная оценка температурной зависимости показателя поглощения порошков оксидов металлов при их нагреве излучением гиротрона с частотой 527 GHz

© А.И. Цветков<sup>1,2</sup>, Д.А. Мансфельд<sup>1</sup>, А.В. Водопьянов<sup>1</sup>, А.С. Седов<sup>1</sup><sup>1</sup> Институт прикладной физики РАН, Нижний Новгород, Россия<sup>2</sup> Волжский государственный университет водного транспорта, Нижний Новгород, Россия

E-mail: tsvetkov@ipfran.ru

Поступило в Редакцию 5 апреля 2021 г.

В окончательной редакции 7 мая 2021 г.

Принято к публикации 11 мая 2021 г.

Исследуются температурные зависимости показателя поглощения порошков  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{TiO}_2$  на частоте 527 GHz. В качестве источника излучения для нагрева образцов использовался гиротрон с выходной мощностью до 240 W в непрерывном режиме генерации. Проведены измерения мощности, поглощенной в образцах, в диапазоне температур от 300 до 1000°C. По сравнению с экспериментами на частоте 263 GHz наблюдается существенное увеличение (в 4–6 раз) показателя поглощения.

**Ключевые слова:** порошки оксидов металлов, поглощение, гиротрон.

DOI: 10.21883/PJTF.2021.16.51327.18808

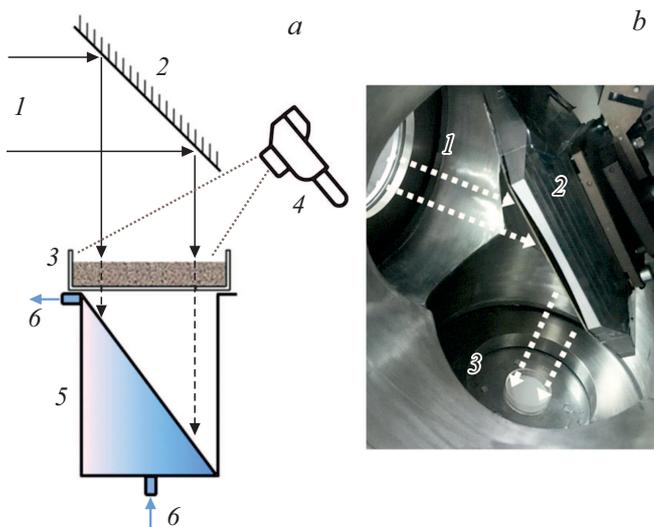
Ранее в работе [1] нами были проведены измерения показателя поглощения различных оксидов металлов в зависимости от температуры на частоте 263 GHz. Для этого в качестве источника излучения использовался экспериментальный автоматизированный гиротронный стенд, дающий уникальную возможность не только осуществлять микроволновый нагрев образцов, но и одновременно измерять параметры поглощения с помощью калориметрической измерительной нагрузки. Мотивацией для проведения таких исследований было желание развить подход к получению наноразмерных порошков оксидов металлов, основанный на методе испарения-конденсации при нагреве исходного материала сфокусированным излучением субтерагерцевого гиротрона [2]. Нанопорошки простых неорганических веществ и их соединений в настоящее время представляют большой интерес для ряда перспективных приложений: направленный транспорт лекарственных веществ, создание новых материалов и покрытий с уникальными свойствами, миниатюризация и улучшение характеристик источников энергии, создание катализаторов химических реакций и т.д. [3–6].

Настоящая работа, являющаяся продолжением указанных исследований при вдвое большей частоте излучения, стала возможна после появления в распоряжении коллектива авторов уникального гиротрона с частотой 527 GHz и максимальной выходной мощностью 240 W [7]. Уменьшение длины волны излучения приводит к увеличению эффективности микроволнового нагрева вследствие увеличения поглощения. Гиротрон был установлен в тот же универсальный автоматизированный стенд, что позволило провести аналогичные эксперименты после перенастройки линии передачи. Химический и структурный (размер частиц) состав исполь-

зуемых в эксперименте порошков полностью соответствовал составу порошков, исследованных в предыдущей работе авторов [1].

Ведущее магнитное поле электронного пучка этого гиротрона создается сверхпроводящим магнитом JM10T100 (Jastec Inc., Япония) с индукцией поля на оси до 10 T, что позволяет обеспечить генерацию излучения на частоте 527 GHz при работе на второй циклотронной гармонике. Рабочая мода  $\text{TE}_{65}$  трансформируется с высокой эффективностью встроенным квазиоптическим преобразователем в узконаправленный выходной волновой гауссов пучок. Номинальный режим работы обеспечивается при катодном напряжении 15 kV и токе пучка 600 mA. Мощность излучения может плавно регулироваться в интервале от нескольких ватт до максимальной путем изменения различных параметров. В частности, в описываемых далее экспериментах мощность регулировалась путем изменения индукции поля криомагнита.

Общая схема эксперимента, аналогичная использованной в [1], приведена на рис. 1, а. Излучение, распространяющееся из окна гиротрона через систему квазиоптических зеркал, направлялось с помощью плоского зеркала на исследуемый образец — кварцевую чашку Петри с порошком в состоянии свободной насыпки, которая располагалась непосредственно перед поглощающей измерительной калориметрической нагрузкой. Такая конфигурация позволила обеспечить достаточно большую ширину пучка в области, занятой образцом, и обеспечить тем самым его однородный нагрев. Внутренний диаметр чашки Петри составляет 50 mm, толщина кварцевого стекла 2 mm. Чтобы обеспечить безопасность персонала при проведении экспериментов с электромагнитным излучением, а также избежать возмож-



**Рис. 1.** *a* — схема эксперимента. 1 — излучение гиротрона с частотой 527 GHz, 2 — плоское зеркало, 3 — кварцевая чашка Петри с образцом порошка, 4 — контроль температуры, 5 — измерительная калориметрическая нагрузка, 6 — вода. *b* — фотография образца внутри металлической камеры. 1–3 — то же, что на части *a*.

ного нежелательного распыления частиц порошков во время нагрева, плоское зеркало и образец размещались внутри металлической камеры (рис. 1, *b*), оснащенной СВЧ прозрачным входным окном и отверстием в нижней части, за которым снаружи располагалась измерительная нагрузка.

В номинальном режиме работы гиротронного комплекса при некотором фиксированном значении магнитного поля сначала проводились измерения мощности  $P_0$  излучения, поступившего в калориметр в отсутствие препятствий на пути распространения микроволнового пучка. Затем измерялась мощность  $P$  излучения, прошедшего через чашку Петри с порошком. Одновременно мы измеряли температуру образца порошка с помощью тепловизора Keysight U5855A при температурах до 350°C и пирометра АК ИП-9311 при более высоких температурах. Температура образца измерялась после установления теплового равновесия при облучении на заданном уровне мощности, после чего мощность нагрева увеличивалась и процесс измерения температуры повторялся при ее выходе на стационарное значение. Время выхода на стационар составляло 30–60 с. На основании полученных данных рассчитывались значения показателя поглощения  $K$  в зависимости от температуры образца по формуле

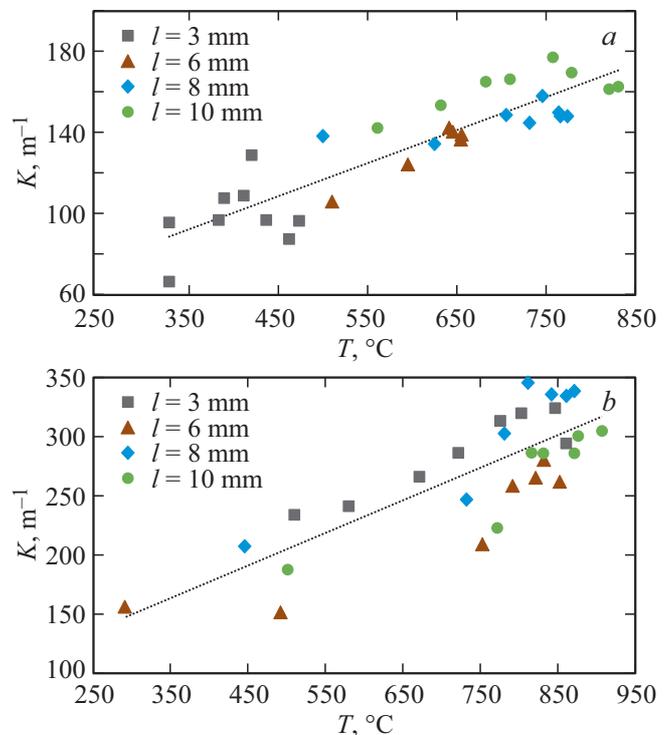
$$K = \frac{1}{l} \ln\left(\frac{P_0}{P}\right),$$

где  $l$  — толщина слоя порошка. В описываемых экспериментах не принималось в расчет отражение от поверхности порошка или поверхности чашки Петри. Образец

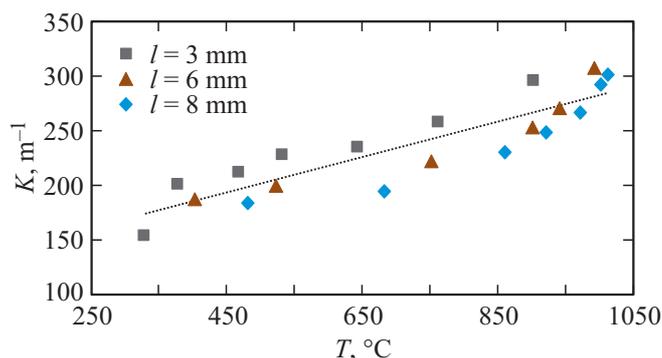
нагревался непрерывным излучением мощностью от 50 до 150 W. Точность измерения мощности калориметрической нагрузки составляет около 5 W. В случае, если поглощение слоя порошка оказывалось слишком сильным, что затрудняло его измерение, мы уменьшали толщину насыпки порошка.

Образцы порошков находились в воздухе естественной влажности, поэтому для уменьшения влияния воды на измерения порошок предварительно прогревался до температуры 150°C на небольшой мощности (около 20 W) и выдерживался в течение минуты. За это время практически вся вода, накопленная в порошке, испарялась и на дальнейшие измерения в диапазоне 250–1000°C влияния не оказывала.

На рис. 2, *a* и *b* представлены зависимости от температуры  $T$  показателя поглощения  $K$  порошков оксида алюминия ( $Al_2O_3$ ) и оксида цинка ( $ZnO$ ) соответственно. В экспериментах использовались порошок  $Al_2O_3$  с размером частиц 20–40  $\mu m$  и порошок  $ZnO$  с размером частиц около 10  $\mu m$ . Толщина насыпки составляла от 3 до 10 mm. Было проведено сравнение полученных данных с результатами, приведенными в работе [1], в которой проводились аналогичные измерения для гиротрона с частотой 263 GHz. По сравнению с нагревом на частоте 263 GHz показатель поглощения оксида алюминия увеличился в 5–6 раз во всем диапазоне температур.



**Рис. 2.** Зависимости показателя поглощения  $K$  от температуры  $T$  при различных толщинах  $l$  насыпки порошка. *a* — порошок  $Al_2O_3$ , *b* — порошок  $ZnO$ . Пунктирные прямые построены методом наименьших квадратов по всем точкам для качественной оценки зависимостей.



**Рис. 3.** Зависимость показателя поглощения  $K$  диоксида титана ( $\text{TiO}_2$ ) от температуры  $T$  при различных толщинах  $l$  насыпки порошка. Пунктирная прямая построена методом наименьших квадратов по всем точкам для качественной оценки данной зависимости.

Показатель поглощения оксида цинка увеличился в среднем в 5 раз для диапазона 700–800°C.

На рис. 3 представлена зависимость показателя поглощения  $K$  порошка диоксида титана ( $\text{TiO}_2$ ) от температуры  $T$ . Размер частиц порошка составлял 8–15  $\mu\text{m}$ , толщина насыпки была от 3 до 8 мм. Для оксида титана показатель поглощения увеличился в среднем в 4 раза по сравнению с нагревом на частоте 263 GHz. Следует отметить, что плавный предварительный прогрев образцов  $\text{TiO}_2$  позволил избежать образования трещин на поверхности образцов, что позволило точнее (по сравнению с работой [1]) измерить коэффициент поглощения.

Попытка измерения поглощения триоксида вольфрама ( $\text{WO}_3$ ) вызвала трудности. Даже при толщине насыпки 1 мм (размер частиц 40–60  $\mu\text{m}$ ) измеренная мощность прошедшего через образец излучения составляет не более 5–7 W, что очень близко к чувствительности измерительной нагрузки. Из этого можно только сделать вывод, что показатель поглощения  $\text{WO}_3$  на частоте 527 GHz, по-видимому, превышает значение на частоте 263 GHz в несколько раз.

Нагрев большей мощностью до более высоких температур приводил в наших экспериментах к спеканию порошка и образованию трещин на поверхности, что вело к увеличению прохождения излучения в калориметр и уменьшению эффективного значения поглощения, поэтому результаты измерений при температурах более 1000°C мы не приводим.

Таким образом, в ходе проведенных исследований выявлен рост показателя поглощения для всех изучаемых порошков оксидов металлов и соответственно установлена перспективность использования гиروتронов с выходной частотой около 0.53 THz для получения нанопорошков оксидов металлов методом испарения-конденсации.

На наш взгляд, полученные результаты могут представлять фундаментальный интерес, а также быть инте-

ресны широкому кругу исследователей, занимающихся микроволновым нагревом материалов.

### Финансирование работы

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (проект № 18-79-10194).

### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

### Список литературы

- [1] A.I. Tsvetkov, A.V. Vodopyanov, D.A. Mansfeld, A.P. Fokin, J. Infrared. Millimeter Terahertz Waves, **40** (10), 991 (2019). DOI: 10.1007/s10762-019-00622-z
- [2] A.V. Vodopyanov, A.V. Samokhin, N.V. Alexeev, M.A. Sinayskiy, A.I. Tsvetkov, M.Yu. Glyavin, A.P. Fokin, V.I. Malygin, Vacuum, **145**, 340 (2017). DOI: 10.1016/j.vacuum.2017.09.018
- [3] M.T. Swihart, Curr. Opin. Colloid Interface Sci., **8** (1), 127 (2003). DOI: 10.1016/S1359-0294(03)00007-4
- [4] C. Granqvist, L. Kish, W. Marlow, *Gas phase nanoparticle synthesis* (Springer Science & Business Media, Berlin, 2004). DOI: 10.1007/978-1-4020-2444-3
- [5] S. Fedorova, L. Nichkova, G. Baranov, J. Shagova, Mater. Today: Proc., **19** (Pt 5), 1941 (2019). DOI: 10.1016/j.matpr.2019.07.046
- [6] Z. Guo, L. Tan, *Fundamentals and applications of nanomaterials* (Artech House, Norwood, MA, 2009).
- [7] A.G. Litvak, G.G. Denisov, M.Yu. Glyavin, IEEE J. Microwaves, **1** (1), 260 (2021). DOI: 10.1109/JMW.2020.3030917