

陶瓷尖劈内腔频率选择表面的制备及表征

高文博¹, 崔凤单¹, 梁化斌², 姜开宇², 吕毅¹, 张昊¹, 赵英民¹, 张剑^{1*}

(1. 航天特种材料及工艺技术研究所, 北京, 100074; 2. 大连理工大学模塑制品教育部工程研究中心, 辽宁大连, 116024)

摘要 目前在陶瓷基材料频率选择表面的制备方法有很多,但在大长径比狭窄陶瓷深腔内壁制备金属涂层微细结构的工艺研究较少。基于导电银浆涂覆工艺和内表面激光加工技术,在石英纤维增强二氧化硅复合材料($\text{SiO}_{2f}/\text{SiO}_2$)尖劈内腔制备耐高温 FSS 结构,并对其进行性能表征。结果表明,金属涂层的厚度为 $12.08 \mu\text{m}$,常温和 $800 \text{ }^\circ\text{C}$ 的电导率为 $1.57 \times 10^7 \text{ S/m}$ 和 $1.496 \times 10^7 \text{ S/m}$,附着力达到 0 级,微细结构的尺寸精度为 0.1932 mm 。

关键词 陶瓷尖劈; 内腔; 频率选择表面(FSS); 激光加工

DOI 10.3969/j.issn.1009-3516.2022.01.007

中图分类号 TB34 **文献标志码** A **文章编号** 1009-3516(2022)01-0049-04

Preparation and Characterization of the Frequency Selective Surface of the Ceramic Wedge Cavity

GAO Wenbo¹, CUI Fengdan¹, LIANG Huabin², JIANG Kaiyu², LYU Yi¹,
ZHANG Hao¹, ZHAO Yingmin¹, ZHANG Jian^{1*}

(1. Aerospace Institute of Advanced Materials & Processing Technology, Beijing 100074, China;
2. Engineering Research Center for Molding Product of Ministry of Education,
Dalian University of Technology, Dalian 116024, Liaoning, China)

Abstract With FSS structure being prepared in the ceramic-based wedge cavity, a conductive silver paste coating process is adopted to prepare a uniform metal coating on the inner surface of the quartz fiber reinforced silica composite material ($\text{SiO}_{2f}/\text{SiO}_2$) wedge, and then fine structure patterns on the metal coating are etched by performing the inner surface Laser processing technology and its performance is characterized. The results show that the thickness of the metal coating is $12.08 \mu\text{m}$, the conductivity at normal temperature and $800 \text{ }^\circ\text{C}$ is $1.57 \times 10^7 \text{ S/m}$ and $1.496 \times 10^7 \text{ S/m}$ respectively, the adhesion reaches 0 level, and the dimensional accuracy of the microstructure is 0.1932 mm . This process can realize the preparation of a frequency selective surface on the inner wall of the wedge with a large aspect ratio, the subsequence can be applied to the preparation of the FSS structure of the inner surface of radome, antenna window and other products.

Key words ceramic wedge; cavity; frequency selective surface (FSS); laser processing

频率选择表面(FSS)是由大量谐振单元组成的单屏或多屏周期性阵列结构,由周期性排列的金属贴片单元或在金属屏上周期性排列的孔径单元构成,在谐振频点处能够对入射电磁波表现出强反射

收稿日期: 2021-07-29

作者简介: 高文博(1993—),男,山西太原人,工程师,研究方向为陶瓷基复合材料研究。E-mail:1612028612@qq.com

通信作者: 张剑(1982—),男,河北卢龙人,高级工程师,研究方向为陶瓷基金复合材料研究。E-mail:fire_batgo@163.com

引用格式: 高文博,崔凤单,梁化斌,等. 陶瓷尖劈内腔频率选择表面的制备及表征[J]. 空军工程大学学报(自然科学版), 2022, 23(1): 49-52. GAO Wenbo, CUI Fengdan, LIANG Huabin, et al. Preparation and Characterization of the Frequency Selective Surface of the Ceramic Wedge Cavity[J]. Journal of Air Force Engineering University (Natural Science Edition), 2022, 23(1): 49-52.

或强透射的频率选择特性,其本质是一种特殊的空间滤波器^[1-4]。将 FSS 加载到天线罩上就形成频带内透过、频带外全反射的带通天线罩,FSS 能够对电磁波的通带进行调整,让天线罩实现己方波透过、威胁波隐身的功能,从而有效实现抗干扰与电磁隐身的功能^[5-8]。FSS 透波材料即一种含有 FSS 结构的人工电磁材料,可以改善或改变天线的电磁性能,是透波材料长期以来所追求的结构—功能一体化的集中体现和成功实践,也是近年来透波材料研究的新热点,有望给透波材料领域带来巨大的变革,在多功能透波、隐身透波构件领域具有广阔的应用前景。

随着技术的发展,高速飞行、精准打击、隐身突防已成为新一代飞航武器的基本需求。越来越快的巡航速度带来了严酷的气动环境,导致天线罩的使用温度可高达 600 °C 以上,陶瓷基透波材料^[9-10]的应用需求日益增加。陶瓷基 FSS 透波材料主要针对耐高温(600 °C 以上)高性能天线系统的需求而提出。

目前陶瓷基材料频率选择表面功能涂层的制备以及功能结构的加工的方法有很多,如“丝网印刷”“镀膜刻蚀”“3D 打印”“机械加工”“膜转移”等^[11-14],但是由于陶瓷基复合材料产品内表面形面复杂,操作空间较小,上述工艺受限于设备结构以及操作难度,均无法在大长径比狭窄陶瓷深腔内壁制备金属涂层微细结构。

本文基于导电银浆涂覆工艺和内表面激光加工技术,在石英纤维增强二氧化硅基($\text{SiO}_{2f}/\text{SiO}_2$)尖劈内腔制备耐高温 FSS 结构,目的是在尖劈复合材料构件内型面上实现耐高温 FSS 结构的低成本高品质制备,为推动耐高温 FSS 天线罩的应用创造条件。

1 实验部分

1.1 实验原料与设备

原料:石英纤维增强二氧化硅基($\text{SiO}_{2f}/\text{SiO}_2$),密度 1.6~1.7 g/cm³,尺寸 550 mm×350 mm×15 mm,自制;导电银浆,固含量 80%~85%,自制。

设备:激光加工系统,大连理工大学自研;电阻炉,YMX700/14,北京仪门热工技术有限公司;FT-351 高温四探针电阻率测试系统,宁波瑞柯伟业仪器有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 金属涂层制备

设计制备顶部夹角为 20°,长为 176 mm,宽为 166 mm,高为 500 mm,头部夹角为 20°,壁厚为 8 mm 的尖劈,见图 1。



图 1 尖劈样件

银浆涂覆可以通过涂膜器实现,涂膜器的两端与中间存在一定的落差,形成一个均匀深度的凹槽,在涂覆过程中就可形成固定厚度的膜层。借鉴涂膜器工作原理,结合目标构件设计如图 2 的涂覆工装分别在尖劈长方形和三角形面涂覆银浆。图 2 上面工装是利用尖部的平面进行涂覆,在尖部平面的左右各有一个宽度约为 0.5 mm 的小台阶高于平面 20 μm,通过这个落差可以保证长方形面涂覆过程中膜层厚度均匀,约为 20 μm;下面工装的前部方块部分与涂覆部分存在一个 8 mm(尖劈壁厚)+20 μm 的落差,涂覆过程中将尖劈三角形面平放在平面上,将此工装抵住尖劈,并旋转,保证可以涂覆整个三角形面。

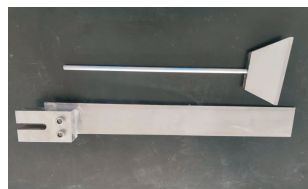


图 2 尖劈涂覆工装

将导电银浆先涂抹在尖劈内腔,接着分别利用工装将浆料涂覆在内腔表面,去除多余浆料,然后利用工装多次在内腔涂覆浆料,以保证浆料涂层厚度均一。将制备好涂层的尖劈,在 120 °C 的烘箱中保温 30 min,去除浆料中易挥发的有机溶剂,此时的涂层已基本成型,后续进行 850 °C 高温烧结 15 min,银浆中玻璃粉熔融连接成致密的膜层,银粉均匀分布在熔融玻璃粉中,最后在尖劈内腔固化形成如图 3 所示的均匀的导电银膜。

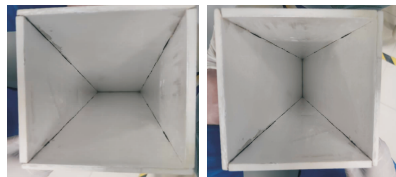


图 3 内壁制备银层后的尖劈

1.2.2 内腔微细结构制备

内表面加工有以下主要特点:加工倾角大,与水平面夹角大于 70°,大倾角加工能量分布不均匀,畸变大,加工质量差而且腔体深度大,最深达到 500 mm,激光能量由于在空气中传播距离远,能力损失大,传统激光加工设备无法满足加工要求。

采用自主开发的功能结构内表面激光加工系

统,对陶瓷尖劈样件内表面进行整体加工。以夹具工装的垂直面为定位基准面,使得待加工面与水平面夹角为 70° ,如图 4 所示。通过内表面激光加工系统对尖劈内表面进行激光刻蚀,加工后尖劈的矩形面和三角形面的形貌如图 5 所示。



图 4 陶瓷尖劈样件及其在加工平台上的定位

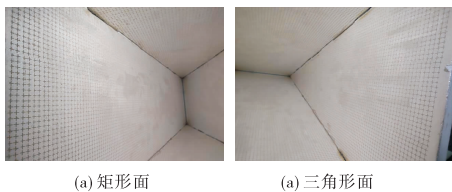


图 5 尖劈内壁加工形貌

1.3 测试方法

采用与尖劈内壁相同的涂层工艺制备了平板样块,在平板上随机取样测试银膜的方阻、厚度及附着力,判断膜层是否均匀。

涂层厚度测试:在制备了银层的陶瓷平板上随机取样 5 处,制备 $15 \times 15 \text{ mm}$ 的样块,并通过激光共聚焦显微镜检测其断面金属层厚度。按照 GB/T 6462—2005,测量覆盖面横断面图像的宽度时,沿显微断面长度至少取 5 点测量。

电导率测试:将测试了厚度的样块,通过高温四探针电阻率测试系统测试样品银膜的常温方阻和 800°C 方阻,并根据银膜的厚度计算得出银膜的电导率。

附着力测试:按照 GB/T 9286—1998 的要求,将平板放置在坚硬、平直的物面上,握住切割刀具,使刀垂直于涂层表面,对切割刀具均匀施力,保证切透涂层,划透至基材表面,重复上述操作,再做相同数量的平行切割线,与原先切割线成 90° 相交,形成网格图形,将胶带中心点放在网格上方,方向与一组切割线平行,贴在网格上,在贴上胶带 5 min 以内,拿住胶带悬空一端,在尽可能接近 60° 的方向上在 $0.5 \sim 1 \text{ s}$ 内平稳地撕离胶带,观察胶带撕离后前后切割区涂层的变化,确认附着力等级。

尺寸精度测试:为了准确测量尖劈内表面频率选择表面图案的制备效果,采用与尖劈内壁相同的涂层工艺制备了平板尖劈样块。将平板贴在尖劈模型内表面采用与尖劈内壁加工相同的工艺参数,对陶瓷基银涂层板进行整体性加工。通过万能工具显微镜对刻蚀图形的精度进行检测。

2 结果与讨论

2.1 涂层厚度测试

采用与尖劈内壁相同的涂层工艺制备了平板样块。在平板样块上随机取样 5 个,并通过光学显微镜检测其断面金属层厚度。按照 GB/T 6462—2005,测量覆盖面横断面图像的宽度时,沿显微断面长度至少取 5 点测量。图 6 是基材取样后样品横断面图像,其中明亮带为银膜,明亮带右侧为基材,表 1 为 5 个样品的银基涂层的厚度,从图中可以看出银膜厚度的均匀性受基材的平整度影响较大,基材表面越平整,银膜厚度越均匀,从表中数据可以得出,5 个样品的膜层厚度分别为 12.6 、 12.3 、 11.6 、 12.7 和 $11.2 \mu\text{m}$,平均厚度为 $12.08 \mu\text{m}$,厚度偏差 $\leq 5.4\%$,由此证明通过涂覆工装备备的银基涂层经烧结后厚度变小,但仍能保证各处的涂层厚度均匀。

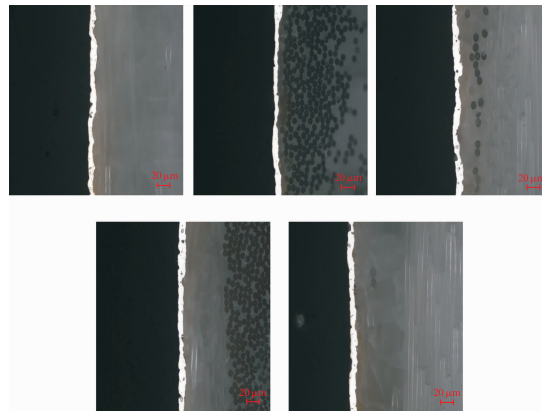


图 6 样品横断面图像

表 1 样品银膜的厚度

单位: μm

样品	d_1	d_2	d_3	d_4	d_5	平均值
S_1	12.3	11.9	14.9	11.3	12.7	12.6
S_2	13.1	10.9	11.5	15.6	10.2	12.3
S_3	10.3	11.3	10.4	10.3	15.8	11.6
S_4	12.6	12.4	14.2	11.6	12.9	12.7
S_5	10.1	11.1	12.7	10.9	11.4	11.2

2.2 电导率测试

取测试过厚度的样品进行方阻测试,通过高温四探针电阻率测试系统测试样品银膜在常温的方阻,然后设置升温速率为 $10^\circ\text{C}/\text{min}$,到达 800°C 后保温 30 min,测量 800°C 银膜的方阻,并根据银膜的厚度计算得出银膜常温和 800°C 的电导率,详细数据如表 2 所示,从表中可得,银膜样品的常温和 800°C 的方阻为 $5.29 \times 10^{-3} \Omega/\text{sq}$ 和 $5.55 \times 10^{-3} \Omega/\text{sq}$,通过厚度计算出常温和 800°C 的电导率为 $1.57 \times 10^7 \text{ S/m}$ 和 $1.496 \times 10^7 \text{ S/m}$,且 800°C 电导率与室温偏差为 4.72% ,由此表明银膜涂层的电性

能常温和高温偏差较小,具有较好的温度稳定性。

表2 样品银膜的方阻及电导率

样品	厚度/($\times 10^{-6}$ m)	方阻/($\times 10^{-3} \Omega/\text{sq}$)		电导率/(10^7 S/m)		偏差/%
		常温	800 $^{\circ}\text{C}$	常温	800 $^{\circ}\text{C}$	
S ₁	12.6	5.16	5.44	1.54	1.46	5.19
S ₂	12.3	5.18	5.40	1.57	1.51	3.82
S ₃	11.6	5.63	5.93	1.53	1.45	5.23
S ₄	12.7	5.06	5.33	1.56	1.48	5.13
S ₅	11.2	5.42	5.65	1.65	1.58	4.24
平均值	12.1	5.29	5.55	1.57	1.50	4.72

2.3 附着力测试

按照 GB/T 9286—1998 的要求,尖劈平板上随机取 5 个位置,测试银膜涂层的附着力。使用切割刀具在银膜涂层表面划出网格,并用胶带测试银膜涂层附着力,观察胶带撕离后前后切割区涂层的变化,对比前后可得切割边缘完全平滑,无涂层发生脱落,附着力可达到 0 级。通过附着力实验可以表明导电浆料与石英/石英复合材料有较好的匹配性,银基涂层具有优良结合强度,可保证 FSS 结构在使用中不易发生脱落。

2.4 精度测试

图 7 为测试加工的样块,将其万能工具显微镜下观测其显微形貌。设计的图形“十”字的线宽为 0.20 mm,经检测样块上“十”字的线宽为 0.193 mm,显微形貌如图 8 所示,实际尺寸与设计尺寸之间的偏差为 3.5%。由此可得,通过内表面激光加工系统对尖劈内腔的银基涂层刻蚀得到的图形与设计图形尺寸偏差较小。

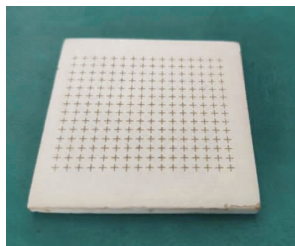


图7 测试的加工样块

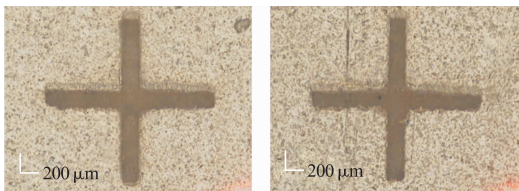


图8 刻蚀图形显微形貌

综合上述结果,证明通过导电浆料的涂覆和内表面激光刻蚀可以实现陶瓷尖劈内腔频率选择表面的制备,且制备的金属涂层厚度均匀,电导率稳定,附着力强,图形精度高。

3 结语

本文通过导电浆料的涂覆和内表面激光刻蚀工

艺实现陶瓷尖劈内腔频率选择表面的制备,并对导电银膜的厚度、方阻、附着力及微细结构精度进行表征测试,结果表明,银涂层平均厚度为 12.08 μm ,常温和 800 $^{\circ}\text{C}$ 的电导率为 $1.57 \times 10^7 \text{ S/m}$ 和 $1.496 \times 10^7 \text{ S/m}$,涂层附着力达到 0 级,微细结构的尺寸精度偏差为 3.5%。通过本文的研究,加深了对 FSS 金属结构制备工艺的认识,为后续其他形状的天线罩产品制备 FSS 结构提供了一种新工艺,同时更验证了在内腔制备 FSS 结构的可行性,使得 FSS 结构的应用不再局限于天线罩的外表面。

参考文献

- [1] 经纬. 宽通带的频率选择表面研究[D]. 杭州: 浙江大学, 2013.
- [2] HANDA S, KUSE R, HORI T, et al. Spatial Filter by Using Multilayered FSS for Orthogonal Polarization Conversion[C]//2016 URSI Asia-Pacific Radio Science Conference. Seoul, Korea(South): IEEE, 2016.
- [3] 韩越. 频率选择表面特性及其应用的研究[D]. 北京: 北京理工大学, 2016.
- [4] LI B, NE R. A Novel Miniaturized Dual-Layer Frequency Selective Surface[J]. AEU-International Journal of Electronics and Communications, 2021, 130(3):153580.
- [5] 张厚, 尹卫阳. 频率选择表面在天线及微波技术中的应用[J]. 空军工程大学学报(自然科学版), 2019, 20(5):70-75.
- [6] 孟田珍. 超材料天线罩理论及应用技术研究[D]. 长沙: 国防科学技术大学.
- [7] 杨帆, 张春波, 张明秀, 等. 基于 FSS 技术的天线罩电性能设计影响因素研究[J]. 宇航材料工艺, 2015, 45(4):68-71.
- [8] 鲁戈舞, 张剑, 杨洁颖, 等. 频率选择表面天线罩研究现状与发展趋势[J]. 物理学报, 2013(19):1-10.
- [9] 蔡德龙, 陈斐, 何凤梅, 等. 高温透波陶瓷材料研究进展[J]. 现代技术陶瓷, 2019, 40(1/2):4-120.
- [10] 林芳兵, 蒋金华, 陈南梁. 天线罩用透波材料的研究进展[J]. 纺织导报, 2017(8):70-74.
- [11] 张剑, 崔凤单, 于长清, 等. 一种具有频率选择的纤维增强陶瓷基透波材料及制备方法: CN1097047 96A [P]. 2019-03-12.
- [12] 赵家勇, 刘大川, 赵鹏兵, 等. 基于五轴平台的非展开曲面导电图形 3D 打印方法[J]. 现代电子技术, 2018, 41(8):10-12.
- [13] 臧鹏, 张跃飞, 刘攀, 等. 银纳米晶体薄膜在纳米压痕下的微结构转变[J]. 电子显微学报, 2011, 30(6):483-487.
- [14] 鲍家定, 黄宇星, 周嘉, 等. 激光加工陶瓷表面微结构技术研究[J]. 激光杂志, 2018, 39(3):114-117.

(编辑:徐楠楠)