

І. Ш. Невлюдов¹, д-р техн. наук, професор, В. Є. Овчаренко¹, д-р техн. наук, професор,
О. В. Токарева¹, канд. техн. наук, професор, І. В. Гурін², канд. техн. наук

АВТОМАТИЗАЦІЯ РЕГУЛЮВАННЯ ТЕХНОЛОГІЧНИХ ПАРАМЕТРІВ ВИГОТОВЛЕННЯ ВВКМ НА ОСНОВІ КОНТРОЛЯ ДІЕЛЕКТРИЧНИХ ХАРАКТЕРИСТИК

¹ Харківський національний університет радіоелектроніки, Харків

² Національний науковий центр «Харківський фізико-технічний інститут», Харків

Ключові слова: автоматизація, технологічний процес, вуглець-вуглецевий композиційний матеріал, заготовка, діелектрична проникність, контроль, температура.

Кожному матеріалу притаманний унікальний набір електрофізичних характеристик, які значною мірою визначаються його діелектричними властивостями. Електричні параметри, як правило, описуються через електропровідність та діелектричну проникність. Електропровідність відображає здатність матеріалу проводити електричний струм і прямо пов'язана з його питомим електричним опором. Водночас діелектрична проникність характеризує рівень поляризації матеріалу у відповідь на прикладене змінне електричне поле і є одним із ключових параметрів, що впливають на електромагнітну, теплофізичну та електрохімічну поведінку матеріалу.

У сучасних умовах високотехнологічного виробництва, зокрема в умовах підвищених температур, електромагнітних навантажень або дії іонізуючого випромінювання, точне визначення діелектричних властивостей набуває особливої важливості. Аналіз цих параметрів є основою для моделювання функціональної поведінки матеріалів, розробки нових композитів, сенсорних елементів, енергетичних систем, мікроелектроніки та інших складних технічних пристроїв. Висока чутливість діелектричних характеристик до змін у структурі матеріалу, його фазовому складі, температурі та частоті дозволяє використовувати ці параметри як надійні індикатори стану речовини в процесі її виготовлення, експлуатації чи деградації [1].

Особливої актуальності контроль діелектричних характеристик набуває при виготовленні складних гетерогенних матеріалів, зокрема вуглець-вуглецевих композиційних матеріалів (ВВКМ), які характеризуються вираженою анізотропією, тобто залежністю фізичних властивостей від напрямку в просторі [2–4]. Така структурна анізотропія суттєво впливає на просторовий розподіл та абсолютні значення діелектричної проникності, що вимагає обов'язкового врахування при математичному моделюванні й практичному використанні цих матеріалів у складних електрофізичних умовах. Для опису частотної залежності діелектричної проникності $\varepsilon(\omega)$ розроблено низку моделей та методів розрахунку, які відрізняються за рівнем складності, точності та сферою застосування. Вибір оптимального підходу визначається конкретною прикладною задачею, необхідною точністю та характером електрофізичних процесів у матеріалі.

Ефективне керування процесами термообробки та пиролізу вуглець-вуглецевих композиційних матеріалів базується на автоматизації контролю критичних технологічних параметрів [5–7]. Одним з ключових інструментів для цього є вимірювання комплексної діелектричної проникності в режимі реального часу, що дозволяє контролювати

ти стан матеріалу на всіх етапах обробки. Ці параметри мають суттєвий вплив на мікроструктуру, щільність, пористість та механічні характеристики кінцевого виробу.

Метою даного дослідження є аналіз методів вимірювання та контролю комплексної діелектричної проникності вуглець-вуглецевих композиційних матеріалів, виготовлених термоградієнтним методом. Особливу увагу приділено аналізу діелектричних характеристик матеріалів за допомогою високочастотних методів вимірювання та моделювання, зокрема на основі моделей Максвелла-Вагнера та Максвелла-Гарнетта. Розглянуто можливості поєднання індукційного нагріву, мікрохвильових зондів та цифрових систем керування для забезпечення точного регулювання параметрів технологічного процесу та покращення якості ВВКМ.

Комплексна діелектрична проникність $\varepsilon^*(\omega)$ є функцією частоти прикладеного електричного поля і розраховується за формулою [8]:

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - j\varepsilon''(\omega),$$

де $\varepsilon'(\omega)$ – дійсна частина, що характеризує здатність матеріалу до накопичення електричної енергії; $\varepsilon''(\omega)$ – уявна частина, яка пов'язана з тепловими втратами енергії в матеріалі.

Матеріали типу ВВКМ з напівпровідниковими властивостями характеризуються вираженою частотною та температурною залежністю діелектричної проникності. Зі зростанням частоти прикладеного електричного поля спостерігається зменшення дійсної частини діелектричної проникності ε' , а уявна частина ε'' демонструє максимум, що пов'язано з релаксаційними процесами, інтерфазною поляризацією (ефект Максвелла-Вагнера), а також із фазовими та структурними переходами в матеріалі.

На низьких частотах (до кількох кГц) значення ε^* є високим, що обумовлено накопиченням зарядів на міжфазних межах та активною поляризацією провідних частинок. Зі збільшенням частоти поляризаційні механізми вже не встигають реагувати на змінне поле, внаслідок чого ε' та ε'' зменшуються. У високочастотному діапазоні ВВКМ проявляють властивості ближчі до діелектриків, оскільки струмопровідні канали вже не активні на таких швидкостях. Температурний фактор також має суттєвий вплив: зі зростанням температури підвищується рухливість носіїв заряду, що призводить до збільшення значень ε'' через зростання втрат. Однак при надмірному нагріванні можливе порушення структури композиту, що проявляється деградацією провідної фази, зменшенням діелектричної проникності та появою нелінійних ефектів.

Діелектрична проникність ВВКМ змінюється як функція частоти прикладеного електричного поля, так і температури, що є особливо актуальним при термічній обробці, де відбувається формування структури за умов термоградієнта. У зв'язку з цим, для коректного контролю та аналізу параметрів у реальному часі необхідне застосування спеціалізованих моделей та методів вимірювання, які враховують динамічну змінність фізичних властивостей матеріалу в процесі обробки.

У випадку застосування термоградієнтного методу виготовлення ВВКМ, контроль діелектричних характеристик дозволяє відстежувати хід процесу графітизації, ступінь просочення, однорідність структури та виявляти потенційні дефекти. Саме тому методи діелектричної спектроскопії є ефективними засобами зворотного зв'язку у системах автоматизованого управління технологічними процесами. Аналіз температурної залежності дійсної ε' та уявної ε'' складових діелектричної проникності дає змогу

своєчасно виявляти зміни в структурі матеріалу та оперативно коригувати режими термічної обробки з метою досягнення необхідних фізико-хімічних характеристик готового виробу.

Одним із ключових технологічних параметрів є температурний градієнт, що безпосередньо впливає на спрямованість та інтенсивність росту структурних утворень. Високий градієнт температури сприяє формуванню впорядкованої, анізотропної структури з покращеними теплопровідними характеристиками, однак його надмірне збільшення здатне викликати внутрішні термонапруження та мікротріщини. Постійний контроль діелектричних характеристик дозволяє відслідковувати однорідність прогріву матеріалу та своєчасно коригувати температурне поле з метою запобігання локальним дефектам.

Максимальна температура є ще одним важливим параметром, що визначає рівень графітизації, пористість та електропровідність композиту. Для досягнення необхідного ступеня графітизації температура зазвичай становить 1600–2200 °C. Недостатній температурний рівень призводить до збереження аморфної структури, тоді як перевищення оптимального діапазону може викликати надмірну усадку або навіть деградацію структури. Зміни в мнимій складовій комплексної діелектричної проникності (ϵ'') вказують на стадії структурних перетворень, забезпечуючи можливість точного визначення завершення процесу графітизації та переходу до наступного етапу обробки.

Темпи нагріву та охолодження також потребують автоматизованого регулювання, оскільки надто швидкі температурні зміни можуть призводити до виникнення залишкових напружень та структурних дефектів. Повільне підвищення температури забезпечує рівномірну усадку та сприяє стабілізації внутрішньої структури, тоді як контроль діелектричних характеристик у реальному часі дозволяє оперативно ідентифікувати фазові переходи, що супроводжуються змінами поляризаційних механізмів у матеріалі. Це дає змогу коригувати профіль температури відповідно до поточного стану зразка, підвищуючи ефективність процесу.

Ще одним важливим технологічним параметром є тиск у зоні піролізу. Зазвичай обробка проводиться у вакуумі або в середовищі інертного газу (аргону або азоту), що дозволяє ефективно видаляти леткі продукти розкладу та покращувати просочення зв'язуючим. Зменшення тиску сприяє зниженню залишкової пористості й покращує якість заповнення пір. Діелектричний моніторинг змін структури під час піролізу дає змогу оцінити внутрішній розподіл газових включень і виявити ознаки неоднорідності, які не завжди можна зафіксувати іншими методами контролю.

Багатоцикловий режим пропитки та піролізу застосовується для поступового нагущування густини ВВКМ і зменшення їх пористості. Зазвичай для отримання високоякісного композиту необхідно пройти від 3 до 10 таких циклів. На кожному етапі контролюється насиченість композиту вуглецевим залишком та однорідність розподілу зв'язуючого. Використання методів діелектричної спектроскопії дозволяє фіксувати рівень заповнення пор, виявляти наявність залишкових дефектів та визначати момент досягнення оптимального ступеня насичення, тим самим мінімізуючи кількість зайвих циклів і підвищуючи економічність виробничого процесу.

Не менш важливою є характеристика зв'язуючого, його хімічна природа, в'язкість та здатність до карбонізації. Вибір конкретного типу смоли (зазвичай фенолформальдегідної або фуранової) здійснюється з урахуванням бажаного карбоновмісного залишку та глибини проникнення в пори композиту. Менш в'язкі зв'язуючі проникають краще, але демонструють нижчу вихідність вуглецю після піролізу. В процесі обробки зміни в діелектричних параметрах, зокрема у спектрі ϵ' та ϵ'' , можуть буди ін-

дикаторами рівня просочення, в'язкості смоли та її хімічної стабільності на кожному етапі нагріву. Це дає змогу не лише контролювати рівномірність заповнення, а й прогнозувати поведінку зв'язуючого при наступному термообробленні.

Таким чином, контроль діелектричних властивостей під час виготовлення ВВКМ є дієвим засобом впливу на основні технологічні параметри процесу. Завдяки цьому з'являється можливість у режимі реального часу гнучко налаштовувати температуру, тиск, швидкість нагрівання та параметри просочення, що позитивно позначається на стабільності, відтворюваності й кінцевій якості матеріалу. Діелектричні методи спостереження дають змогу глибше зрозуміти фізико-хімічні зміни усередині структури композицій і сприяють удосконаленню технологічних підходів до їх виготовлення [9–11]. Це особливо актуально для галузей, де висувуються підвищені вимоги до матеріалів, зокрема в авіації, космічній, енергетичній та оборонній промисловості.

Вибір методу вимірювання діелектричних характеристик матеріалу визначається, перш за все, вимогами до кінцевого виробу, частотним діапазоном дослідження, а також фізичними властивостями самого зразка. Одним із найпоширеніших методів для лабораторних досліджень є метод плоского конденсатора, який базується на визначенні ємності зразка, розміщеного між плоскими електродами, з використанням вимірювача типу LCR-метр. При цьому відносна діелектрична проникність (ε_r) зразка розраховується за формулою [12]:

$$\varepsilon_r = \frac{C \cdot d}{\varepsilon_0 \cdot A},$$

де C – виміряна ємність, Ф; d – товщина зразка, м; A – площа електродів, м²; ε_0 – електрична стала, яка приблизно дорівнює $8,85 \cdot 10^{-12}$ Ф/м.

Однак застосування цього методу для електропровідних композитів, зокрема таких як вуглець-вуглецеві композиційні матеріали, супроводжується рядом суттєвих обмежень. Основна проблема полягає в тому, що LCR-метри не призначені для вимірювання ємності провідних зразків, оскільки такі матеріали здатні коротко замикати вимірювальний контур. Щоб уникнути цього, між зразком і електродами зазвичай вводиться тонкий діелектричний прошарок, який виконує роль ізоляційної плівки. Такий підхід дозволяє знизити похибки, пов'язані з прямим електричним контактом, але водночас знижує точність через появу додаткової межі між фазами.

Серед основних обмежень застосування конденсаторного методу для визначення діелектричної проникності є його висока чутливість до структурної неоднорідності та анізотропії досліджуваного матеріалу. Вуглець-вуглецеві композиційні матеріали, як правило, характеризуються волокнистою спрямованою структурою, що зумовлює залежність результатів вимірювання від орієнтації зразка відносно площин електродів. Стандартні моделі базуються на припущенні ізотропності середовища, що не відповідає реальним умовам для композитів з анізотропною провідністю або структурою. У зв'язку з цим результати можуть втрачати достовірність або виявляти значні відхилення залежно від умов вимірювання.

Додатковим фактором, що впливає на точність методу, є необхідність суворого дотримання геометричних параметрів зразка. Зокрема, важливо забезпечити паралельність поверхонь, однорідність товщини та стабільність площі електродів. Навіть незначні відхилення у формі або шорсткості поверхні здатні призвести до спотворень у виміряній ємності, що ускладнює коректне обчислення діелектричних характеристик. У ви-

падках, коли зразок містить пори, тріщини чи інші дефекти, ці похибки можуть бути суттєвими.

Окремо слід зазначити значний вплив поверхневих витоків струму та струмів провідності, які можуть виникати внаслідок забруднення зразка, зміни вологості або недостатньої якості контактних електродів. Це особливо актуально для плівкових або тимчасових контактів, де стабільність електричного з'єднання не гарантована. Нерідко додаткові похибки спричиняються також високим контактним опором, ВВКМ часто мають пористу, шорстку або слабо провідну поверхню, що ускладнює забезпечення надійного електричного контакту з електродами. У таких умовах формально вимірювана ємність не відображає реальних електрофізичних властивостей зразка. Ще одним важливим аспектом є неможливість коректного врахування накопичення енергії в об'ємі зразка, що особливо суттєво при дослідженнях матеріалів з внутрішніми втратами або діелектричною дисперсією. У стандартній конфігурації метод обмежується визначенням інтегральної ємності без урахування розподілу поля всередині зразка.

Незважаючи на вказані обмеження, метод плоского конденсатора залишається корисним інструментом для попередньої оцінки діелектричних властивостей, зокрема при низькочастотних дослідженнях. Його доцільно застосовувати в умовах, коли наявна попередня інформація про електропровідність компонентів композиту, а також коли точність вимірювання не є критичною.

Дослідження діелектричних властивостей ВВКМ є актуальним у контексті моніторингу структурних змін під час їхнього виготовлення, зокрема в умовах термоградієнтної обробки та багатоступеневого просочення. На низьких частотах (50 Гц–1 МГц) найбільш придатними є методи, що враховують складну гетерогенну природу композитів, зокрема міжфазні ефекти. Одним із найбільш ефективних підходів до моделювання діелектричної проникності таких матеріалів є узагальнена модель Максвелла-Вагнера, яка представляє собою розвиток теорії міжфазної поляризації, застосовуваної до пористих, шаруватих і багатофазних систем. Комплексна діелектрична проникність $\varepsilon^*(\omega)$ в рамках цієї моделі описується як функція частоти прикладеного електричного поля [13]:

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\Delta\varepsilon}{1 + j\omega\tau},$$

де ε_∞ – високочастотна діелектрична проникність, яка відображає моментальну поляризацію (електронна та атомна); $\Delta\varepsilon$ – діелектрична релаксаційна сила, або амплітуда дисперсії, яка дорівнює різниці між статичною та високочастотною діелектричними проникностями; τ – час релаксації, який характеризує час, необхідний для встановлення рівноваги поляризації після зміни електричного поля. У випадку двофазної системи:

$$\tau = \frac{\varepsilon_m \varepsilon_i (\sigma_m + \sigma_i)}{\sigma_m \sigma_i (\varepsilon_m + \varepsilon_i)},$$

де ε_m і ε_i – діелектричні проникності матриці та включень відповідно; σ_m і σ_i – провідності матриці та включень відповідно.

Виділення дійсної та уявної складових комплексної діелектричної проникності дозволяє здійснити поглиблений аналіз релаксаційних процесів, що відбуваються на

межах фаз у складних структурованих матеріалах. Такий підхід є особливо інформативним для дослідження властивостей вуглець-вуглецевих композиційних матеріалів (ВВКМ), оскільки дозволяє інтерпретувати експериментальні дані не лише на рівні інтегральних значень, а й у контексті локальних змін структури, фазового складу та ступеня однорідності. Дійсна (ε') та уявна (ε'') складові комплексної діелектричної проникності дорівнюють:

$$\varepsilon'(\omega) = \varepsilon_{\infty} + \frac{\Delta\varepsilon}{1 + (\omega\tau)^2}, \quad \varepsilon''(\omega) = \frac{\Delta\varepsilon \cdot \omega\tau}{1 + (\omega\tau)^2}.$$

Аналіз змін значень ε' та ε'' у частотному та температурному діапазонах забезпечує можливість виділення характерних релаксаційних параметрів, визначення механізмів поляризації та електричних втрат, а також оцінки впливу мікроструктурних особливостей на електрофізичну поведінку матеріалу. Це, в свою чергу, є основою для коректної інтерпретації фізичних процесів, що протікають під час формування, модифікації або експлуатації ВВКМ, та є необхідною умовою для розробки ефективних моделей і алгоритмів управління технологічними процесами.

Визначення комплексної діелектричної проникності ВВКМ, згідно з представленою моделлю, може бути реалізоване із застосуванням метода високочастотної діагностики, що дозволяє реєструвати зміну $\varepsilon'(\omega)$ та $\varepsilon''(\omega)$ у широкому частотному діапазоні. На рисунку 1 наведено характерну частотну залежність дійсної та уявної частин комплексної діелектричної проникності для ВВКМ, змодельовану на основі моделі Максвелла-Вагнера.

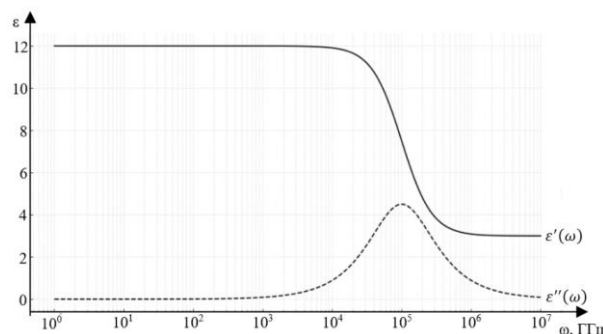


Рисунок 1 – Частотна залежність дійсної та уявної частин комплексної діелектричної проникності ВВКМ за моделлю Максвелла-Вагнера

З аналізу представленого графіку чітко видно, що дійсна частина діелектричної проникності ε' (суцільна лінія) демонструє спад від 12 до 3 зі збільшенням частоти. Це свідчить про перехід від повної (включаючи інтерфейсну) поляризації на низьких частотах до переважно миттєвої (електронної та атомної) поляризації на високих частотах. Таке характерне зменшення діелектричної проникності із зростанням частоти є типовим для композитних матеріалів з неоднорідною структурою. Уявна частина ε'' (пунктирна лінія), що характеризує діелектричні втрати, має чітко виражений максимум на певній частоті, який відповідає релаксаційному максимуму втрат, що є характерним для інтерфейсної поляризації ВВКМ. Отримані результати можуть бути використані як в рамках контролю в реальному часі, так і для верифікації чисельних моделей, застосовуваних при проєктуванні технологічних режимів виготовлення ВВКМ.

Характерну температурну залежність дійсної та уявної складових комплексної діелектричної проникності для ВВКМ, змодельовану на основі моделі Максвелла-Вагнера в діапазоні температур 600–1600 °С при частоті 1 ГГц, представлено на рисунку 2.

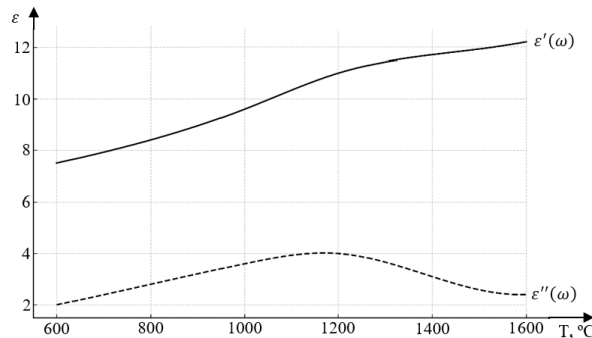


Рисунок 2 – Температурна залежність дійсної та уявної частин комплексної діелектричної проникності ВВКМ за моделлю Максвелла-Вагнера

Як видно з графіка, зі зростанням температури спостерігається монотонне збільшення значення ε' , що свідчить про зростання ступеня графітизації матеріалу, зменшення пористості та підвищення структурної впорядкованості. У той же час уявна частина ε'' демонструє виражений максимум приблизно при 1200 °С, що свідчить про релаксацийні процеси, які мають місце на межах фазових переходів або структурних перебудов, зокрема пов'язаних із видаленням залишкових летких компонентів, локальними деформаціями або змінами топології пористої мережі. Така поведінка є типовою для гетерогенних композитів, де міжфазна поляризація та неоднорідність провідних властивостей викликають інтенсивні діелектричні втрати при певних температурах. Інформація, що отримується з $\varepsilon'(T)$ та $\varepsilon''(T)$, може бути використана як інформативний індикатор внутрішніх змін у матеріалі в процесі термічної обробки. Зокрема, стабілізація ε' на високих температурах сигналізує про досягнення насиченого стану графітизації, а локальні піки ε'' дозволяють ідентифікувати температурні діапазони, у яких відбуваються релаксацийні або дифузійні процеси.

Отримані залежності можуть бути використані як елемент зворотного зв'язку в системах автоматизованого управління процесами термообробки ВВКМ, що забезпечить підвищення якості матеріалу завдяки точному регулюванню температурного профілю, оптимізації режимів просочення та зменшенню ймовірності утворення структурних дефектів.

Для розробки математичних моделей контролю якості під час виробництва ВВКМ доцільно застосовувати модель Максвелла-Гарнета, яка є узагальненою моделлю ефективного середовища, та дозволяє описувати макроскопічні електрофізичні властивості гетерогенних матеріалів через мікроскопічні характеристики їх складових. Основною перевагою цієї моделі є її аналітична простота та здатність враховувати вплив об'ємної частки включень, діелектричних властивостей кожної фази та особливостей геометричного розподілу на ефективні характеристики композиту. Для ВВКМ ця модель дозволяє враховувати вплив пористості, що формується внаслідок процесів піролізу або термоградієнтного просочення, на результуючу діелектричну проникність. Ефективна діелектрична проникність композиту ε_{eff} в рамках цієї моделі розраховується за формулою [14]:

$$\varepsilon_{eff} = \varepsilon_m \frac{(\varepsilon_i + 2\varepsilon_m) + 2f(\varepsilon_i + 2\varepsilon_m)}{(\varepsilon_i + 2\varepsilon_m) - f(\varepsilon_i + 2\varepsilon_m)},$$

ε_m – діелектрична проникність матеріалу матриці (основного середовища); ε_i – діелектрична проникність матеріалу включень (диспергованої фази); f – об'ємна частка включень у композиті ($0 \leq f \leq 1$). Це відношення об'єму включень до загального об'єму композиту.

Результати чисельного моделювання, виконаного на основі моделі Максвелла-Гарнета, показують залежність ефективної діелектричної проникності ВВКМ від рівня пористості (φ , %), який інтерпретується як об'ємна частка включень повітря, наведено на рисунку 3. Зі зростанням пористості від 0 до 2% спостерігається майже лінійне зниження ефективної діелектричної проникності композиту з приблизно 6 до 5,86. Така динаміка пояснюється тим, що порожнини (включення повітря з $\varepsilon \approx 1$) заміщують частину об'єму поляризованої вуглецевої матриці ($\varepsilon \approx 6$), знижуючи загальну здатність матеріалу до електричної поляризації та накопичення енергії.

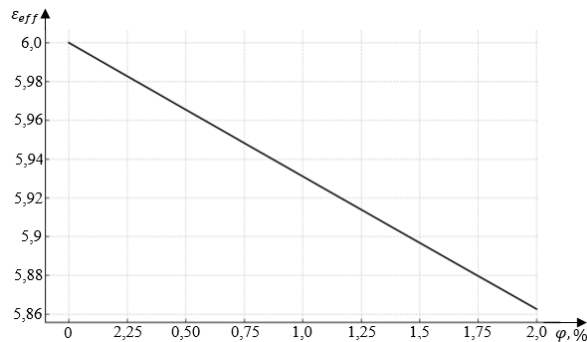


Рисунок 3 – Залежність ефективної діелектричної проникності ВВКМ від пористості за моделлю Максвелла-Гарнета

За умов рівномірного розподілу включень та їх слабкої взаємодії модель Максвелла-Гарнета дозволяє достовірно описувати зміни електрофізичних властивостей композитів, забезпечуючи кількісну оцінку впливу мікроструктурних параметрів на макроскопічну поведінку матеріалу. Зниження ε_{eff} при збільшенні пористості є важливим фактором для проектування технологічних режимів обробки та контролю якості ВВКМ. Оскільки діелектрична проникність безпосередньо впливає на радіочастотні, теплофізичні та сенсорні характеристики композитів, тому можливість керувати нею через регулювання рівня пористості дозволить оптимізувати матеріали до конкретних функціональних вимог. Під час термоградієнтного просочення або багаторазових циклів карбонізації, точний контроль структури порового простору забезпечує спрямований вплив на ε_{eff} , гарантуючи формування однорідної, стабільної мікроструктури з прогнозованими властивостями, що є необхідною умовою для створення високоякісних композитів з повторюваними характеристиками.

При виготовленні ВВКМ термоградієнтним методом є важливим дотримання технічних вимог до вибору високотемпературного обладнання, систем точного регулювання температурного поля та засобів моніторингу параметрів у реальному часі. Це дозволить забезпечити стабільність градієнта, контроль умов обробки та формування однорідної мікроструктури з прогнозованими властивостями. Забезпечення стабільного

температурного градієнта є важливим чинником, що визначає якість та однорідність структури матеріалу. Для проведення таких досліджень доцільно використовувати високотемпературні лабораторні печі, здатні підтримувати робочий діапазон до 1600 °C з точністю регулювання температури не гіршою за ± 1 °C. У конструкції печей мають бути передбачені можливості інтеграції термопар, а також сумісність із високочастотними вимірювальними системами, що дозволяє проводити електрофізичний аналіз прямо під час термообробки. Як нагрівальні елементи бажано використовувати карбід кремнію або молібден-дисиліцид, що забезпечують довговічність та термостійкість.

Одним з найбільш ефективних способів формування контрольованого термоградієнта є застосування індукційного нагріву. Завдяки дії змінного електромагнітного поля він дозволяє створювати локалізовані зони високої температури (до 2500–3000 °C), що особливо ефективно в умовах вакууму або інертної атмосфери. Таке джерело нагріву добре поєднується з системами безконтактного діагностування, зокрема мікрохвильовими зондами. Ці пристрої працюють на частотах 2,45 або 10 ГГц і дають змогу вимірювати локальні значення дійсної та уявної складових комплексної діелектричної проникності. Конструктивно зонд може бути виконаний у вигляді диполя, петлі або коаксіального шлейфа і встановлюється вздовж або збоку зразка. Він підключається до СВЧ-аналізатора, який дозволяє з високою точністю фіксувати зміну електрофізичних параметрів на різних етапах обробки.

Контроль діелектричних характеристик у реальному часі дозволяє адаптувати технологічні параметри в режимі зворотного зв'язку. Зокрема, зміни ϵ' та ϵ'' є індикаторами ступеня графітизації, рівня просочення, наявності структурних дефектів або завершення піролізу. Отримані дані інтегруються у цифрові системи управління, які коригують температурний профіль, інтенсивність поля або тривалість нагріву. Це забезпечує точну відповідність кінцевих властивостей матеріалу заданим вимогам. Впровадження програмного регулювання, зокрема із залученням елементів штучного інтелекту, дає змогу створювати адаптивні системи керування з підвищеним рівнем автономності [15–17]. Такі підходи дозволяють не лише забезпечити повторюваність параметрів, а й сприяють формуванню однорідної мікроструктури з передбачуваними електричними, тепловими та механічними характеристиками. Таким чином, поєднання високоточної термоградієнтної обробки, мікрохвильової діагностики та цифрового управління створює основу для ефективного контролю якості та оптимізації виробничого процесу виготовлення ВВКМ.

У результаті проведеного дослідження встановлено, що комплексний контроль діелектричної проникності ВВКМ є ефективним способом моніторингу процесів графітизації, піролізу та просочення. Застосування індукційного нагріву в поєднанні зі СВЧ-методами вимірювання дозволяє в режимі реального часу відстежувати зміни в структурі матеріалу та оперативно коригувати технологічні параметри. Модель Максвелла-Гарнета показала високу ефективність для оцінювання впливу пористості на ефективну діелектричну проникність, що є важливим для прогнозування радіочастотних, теплопровідних та сенсорних властивостей композитів. Запропонований підхід є перспективним для створення адаптивних систем керування, що базуються на зворотному зв'язку, і може бути інтегрований у сучасні виробничі процеси для підвищення якості та стабільності матеріалів, які використовуються в критично важливих галузях промисловості. Отримані результати можуть бути використані як в рамках контролю в реальному часі, так і для верифікації чисельних моделей, застосовуваних при проєктуванні технологічних режимів виготовлення ВВКМ та можуть бути корисними для застосувань у різних галузях промисловості.

Література

1. Liu L., Kong L. B., Yin W. Y., Chen Y. Microwave Dielectric Properties of Carbon Nanotube Composites. *Carbon Nanotubes, IntechOpen*. 2010. Vol. 3. P. 93–108.
2. Ovcharenko V., Tokarieva O. Organizational aspects of quality assurance in the production of carbon-carbon composite material blanks // *XIV International scientific and practical conference «The latest technologies in scientific activity and the educational process»*, December 03–06, 2024, Porto, Portugal. International Science Group, 2024. P. 398–400.
3. Voyevodin V. N., Gribanov Yu. O., Gurin V. A. et al. Carbon-graphite materials in nuclear-power engineering (review). *Problems of Atomic Science and Technology*. 2015. No. 2 (96). P. 52–64.
4. Gurin I. V., Nevliudov I. Sh., Ovcharenko V. Ye., Tokarieva O. V. Using of carbon-carbon composite materials for creation of thermal-resistive converter of thermal radiation. *Problems of atomic science and technology*. 2024. No. 1 (149). P. 125–127.
5. Гурін І. В., Невлюдов І. Ш., Овчаренко В. Є., Токарева О. В. Застосування ВВКМ для виготовлення високотемпературних нагрівачів теплових вузлів з автоматичним регулюванням температури. *Інтегровані технології та енергозбереження*. 2023. № 3. С. 56–66.
6. Gurin I., Ovcharenko V., Tokarieva O., Moshnik O. The use of CCCM for the creation of the high temperature detectors of the water vapor. *Problems of atomic science and technology*. 2023. No. 2 (144). P. 140–142.
7. Гурін І. В., Невлюдов І. Ш., Овчаренко В. Є., Токарева О. В. Дослідження щільності ВВКМ та її вплив на електричний об'ємний питомий опір. *Інтегровані технології та енергозбереження*. 2024. № 3. С. 61–70.
8. Orloff N. D., Long C. J., Obrzut J. et al. Noncontact conductivity and dielectric measurement for high throughput roll-to-roll nanomanufacturing. *Scientific Reports*. 2015. No. 5. Article number 17019. doi: 10.1038/srep17019. PMID: 26592441; PMCID: PMC4655476.
9. Ezzat M., Sabiha N.A., Izzularab M. Accurate model for computing dielectric constant of dielectric nanocomposites. *Applied Nanoscience*. 2014. No. 4. P. 331–338.
10. Eto M., Ishii T., Inagaki T., Okamoto Y. Infrared radiation properties of the carbon-carbon composite and their application to nondestructive detection of its defects. *Carbon*. 2002. Vol. 39, Iss. 3. P. 285–294.
11. Chao H. W., Hsu H. C., Chen Y. R., Chang T. H. Characterizing the dielectric properties of carbon fiber at different processing stages. *Scientific Reports*. 2021. No. 11 (1). Article number 17475.
12. Івах Р. М. Систематизація методів вимірювання діелектричної проникності. *Науковий вісник НЛТУ України*. 2015. Т. 25, № 2. С. 141–145.
13. Markel V. A., Schotland J. C. Homogenization of Maxwell's equations in periodic composites: Boundary effects and dispersion relations. *Physical Review E*. 2012. Vol. 85, Iss. 6, No. 066603.
14. Mackay T. G., Lakhtakia A. Application of Bruggeman and Maxwell Garnett homogenization formalisms to random composite materials containing dimers. *Waves in Random and Complex Media*. 2015. Vol. 25, Iss. 3. P. 429–454.
15. Ovcharenko V. E., Tokareva E. V., Gurin I. V. Development of the heating element from carbon-carbon composite material and electrothermal thruster temperature control system. *Problems of atomic science and technology*. 2018. No. 2 (114). P. 133–137.

16. Гурін І. В., Невлюдов І. Ш., Овчаренко В. Є., Токарева О. В. Система автоматичного управління з нейромережевими регуляторами для підвищення якості ВВКМ. *Інтегровані технології та енергозбереження*. 2024. № 2. С. 104–116.

17. Ovcharenko V., Tokarieva O. Neural network adaptive control system for a vacuum diffusion furnace. *XVI International scientific and practical conference «New ways of improving outdated methods and technologies»*, December 17–20, 2024, Copenhagen, Denmark. International Science Group, 2024. P. 317–319.

Bibliography (transliterated)

1. Liu L., Kong L. B., Yin W. Y., Chen Y. (2010). Microwave Dielectric Properties of Carbon Nanotube Composites. *Carbon Nanotubes, IntechOpen*, 3, 93–108.

2. Ovcharenko V., Tokarieva O. (2024). Organizational aspects of quality assurance in the production of carbon-carbon composite material blanks. *XIV International scientific and practical conference «The latest technologies in scientific activity and the educational process»*, December 03–06, 2024 (pp. 398–400). Porto, Portugal. International Science Group.

3. Voyevodin V. N., Gribanov Yu. O., Gurin V. A., Gurin I. V., Gujda V. V. (2015). Carbon-graphite materials in nuclear-power engineering (review). *Problems of Atomic Science and Technology*, 2(96), 52–64.

4. Gurin I. V., Nevliudov I. Sh., Ovcharenko V. Ye., Tokarieva O. V. (2024). Using of carbon-carbon composite materials for creation of thermal-resistive converter of thermal radiation. *Problems of atomic science and technology*, 1(149), 125–127.

5. Gurin I. V., Nevliudov I. Sh., Ovcharenko V. Ye., Tokarieva O. V. (2023). Zastosuvannya VVKM dlia vyhotovlennia vysokotemperaturnykh nahriuvachiv teplovykh vuzliv z avtomatychnym rehulivanniam temperatury. *Intehrovani tekhnolohii ta enerhozberezhennia*, 3, 56–66.

6. Gurin I., Ovcharenko V., Tokarieva O., Moshnik O. (2023). The use of CCCM for the creation of the high temperature detectors of the water vapor. *Problems of atomic science and technology*, 2(144), 140–142.

7. Gurin I. V., Nevliudov I. Sh., Ovcharenko V. Ye., Tokarieva O. V. Doslidzhennia shchilnosti VVKM ta yii vplyv na elektrychnyi obiemnyi pytomyi opir. *Intehrovani tekhnolohii ta enerhozberezhennia*, 3, 61–70.

8. Orloff N. D., Long C. J., Obrzut J., Maillaud L., Mirri F., Kole T. P., McMichael R. D., Pasquali M., Stranick S. J., Liddle J. A. (2015). Noncontact conductivity and dielectric measurement for high throughput roll-to-roll nanomanufacturing. *Scientific Reports*, 5, 17019.

9. Ezzat M., Sabiha N. A., Izzularab M. (2014). Accurate model for computing dielectric constant of dielectric nanocomposites. *Applied Nanoscience*, 4, 331–338.

10. Eto M., Ishii T., Inagaki T., Okamoto Y. (2002). Infrared radiation properties of the carbon-carbon composite and their application to nondestructive detection of its defects. *Carbon*, 39, 3, 285–294.

11. Chao H. W., Hsu H. C., Chen Y. R., Chang T. H. (2021). Characterizing the dielectric properties of carbon fiber at different processing stages. *Scientific Reports*, 11(1), 17475.

12. Ivakh R. M. (2015). Systematyzatsiia metodiv vymiriuvannia dielektrychnoi proniknosti. *Naukovyi visnyk NLTU Ukrainy*, 25, 2, 141–145.

13. Markel V. A., Schotland J. C. (2012). Homogenization of Maxwell's equations in periodic composites: Boundary effects and dispersion relations. *Physical Review E.*, 85, 6, No. 066603.

14. Mackay T. G., Lakhtakia A. (2015). Application of Bruggeman and Maxwell Garnett homogenization formalisms to random composite materials containing dimers. *Waves in Random and Complex Media*, 25, 3, 429–454.

15. Ovcharenko V. E., Tokareva E. V., Gurin I. V. (2018). Development of the heating element from carbon-carbon composite material and electrothermal thruster temperature control system. *Problems of atomic science and technology*, 2(114), 133–137.

16. Gurin I. V., Nevliudov I. Sh., Ovcharenko V. Ye., Tokarieva O. V. (2024). Systema avtomatychnoho upravlinnia z neiromerezhevymy rehuliiatoramy dlia pidvyshchennia yakosti VVKM. *Intehrovani tekhnolohii ta enerhozberezhennia*, 2, 104–116.

17. Ovcharenko V., Tokarieva O. (2024). Neural network adaptive control system for a vacuum diffusion furnace. *XVI International scientific and practical conference «New ways of improving outdated methods and technologies»*, December 17–20. (pp. 317–319). Copenhagen, Denmark. International Science Group.

УДК 621.365.4

I. Ш. Невлюдов, В. Є. Овчаренко, О. В. Токарева, І. В. Гурін

АВТОМАТИЗАЦІЯ РЕГУЛЮВАННЯ ТЕХНОЛОГІЧНИХ ПАРАМЕТРІВ ВИГОТОВЛЕННЯ ВВКМ НА ОСНОВІ КОНТРОЛЯ ДІЕЛЕКТРИЧНИХ ХАРАКТЕРИСТИК

У роботі розглянуто підходи до автоматизованого контролю технологічних параметрів під час виготовлення вуглець-вуглецевих композиційних матеріалів (ВВКМ) з використанням вимірювання діелектричних характеристик у режимі реального часу. Досліджено вплив температури, частоти електромагнітного поля, пористості, швидкості термообробки на зміну комплексної діелектричної проникності композиту.

Проаналізовано переваги та обмеження використання методу плоского конденсатора, що базується на вимірюванні ємності зразка, поміщеного між плоскими електродами. Зазначено, що для складних гетерогенних матеріалів, таких як ВВКМ, доцільним є застосування моделей ефективного середовища.

Використано аналітичні підходи, основані на моделях Максвелла-Вагнера та Максвелла-Гарнета, що дозволяють враховувати мультифазну структуру, неоднорідності, наявність дефектів і міжфазну поляризацію. Показано, що дійсна та уявна складові комплексної діелектричної проникності є чутливими до мікроструктурних змін, і можуть бути застосовані як інформативні параметри для оцінки ступеня графітизації, рівномірності просочення, фазових переходів та вмісту залишкових летких компонентів.

Наведено характерні частотні та температурні залежності дійсної та уявної частин комплексної діелектричної проникності для ВВКМ, змодельовані на основі моделі Максвелла-Вагнера. Представлено результати чисельного моделювання ефективної діелектричної проникності з урахуванням пористості згідно з моделлю Максвелла-Гарнета. Показано, що збільшення пористості від 0 до 2 % викликає майже лінійне зниження ефективної діелектричної проникності, що пов'язано зі зменшенням здатності матеріалу до поляризації внаслідок заміщення вуглецевої матриці повітряними включеннями.

Обґрунтовано доцільність використання індукційного нагріву для реалізації стабільного температурного градієнта в процесі термообробки, а також застосування СВЧ-зондів для безконтактного локального контролю діелектричних параметрів. Показано, що інтеграція результатів діелектричної діагностики в цифрові системи керування дозволить в реальному часі адаптувати технологічні режими, забезпечуючи точність, стабільність та повторюваність характеристик кінцевого матеріалу. Отриманні результати можуть бути використані як в рамках контролю в реальному часі, так і для верифікації чисельних моделей, застосовуваних при проєктуванні технологічних режимів виготовлення ВВКМ та можуть бути корисними для застосувань у різних галузях промисловості.

Ключові слова: автоматизація, технологічний процес, вуглець-вуглецевий композиційний матеріал, заготовка, діелектрична проникність, контроль, температура.

Nevlyudov I., Ovcharenko V., Tokarieva O., Gurin I.

AUTOMATION OF TECHNOLOGICAL PARAMETER REGULATION IN CCCM MANUFACTURING BASED ON DIELECTRIC CHARACTERISTICS CONTROL

This article explores approaches to the automated control of technological parameters during the production of carbon-carbon composite materials (CCCM) through real-time monitoring of their dielectric properties. The influence of temperature, electromagnetic field frequency, porosity, and thermal processing rate on changes in the composite's complex dielectric permittivity has been investigated.

The advantages and limitations of the parallel-plate capacitor method, which is based on measuring the capacitance of a sample placed between flat electrodes, are analyzed. It is noted that for complex heterogeneous materials such as CCCM, the use of effective medium models is appropriate.

Analytical approaches based on the Maxwell-Wagner and Maxwell-Garnett models are employed. These models enable the consideration of multiphase structures, heterogeneities, defects, and interfacial polarization. It is demonstrated that both the real and imaginary components of the complex dielectric permittivity are sensitive to microstructural changes and can serve as informative parameters for assessing the degree of graphitization, uniformity of impregnation, phase transitions, and the content of residual volatile components.

Characteristic frequency and temperature dependencies of the real and imaginary parts of the complex dielectric permittivity for CCCM, simulated using the Maxwell-Wagner model, are presented. The results of numerical modelling of effective dielectric permittivity accounting for porosity, based on the Maxwell-Garnett model, are also provided. It is shown that an increase in porosity from 0 to 2 % leads to an almost linear decrease in the effective dielectric permittivity, which is associated with a reduced ability of the material to polarize due to the replacement of the carbon matrix with air inclusions.

The feasibility of using induction heating to achieve a stable temperature gradient during thermal processing is substantiated, along with the application of microwave probes for non-contact local monitoring of dielectric parameters. It is shown that integrating dielectric diagnostics data into digital control systems enables real-time adaptation of technological regimes, ensuring the accuracy, stability, and repeatability of the final material's properties. The obtained results can be applied both within the framework of real-time process control and for validating numerical models used in the design of CCCM manufacturing processes. They may also be useful for applications across various industrial sectors.

Keywords: automation, technological process, carbon-carbon composite material, workpiece, dielectric permittivity, monitoring, temperature.