

УДК 537.226

DOI: 10.21209/2308-8761-2018-13-4-110-117

*Сергей Дмитриевич Крылов,  
кандидат физико-математических наук,  
старший научный сотрудник,  
Институт природных ресурсов, экологии и криологии СО РАН  
(672014, Россия, г. Чита, ул. Недорезова, 16а),  
e-mail: lgc255@mail.ru*

### **Температурные исследования динамики фактора потерь пресного и солёного льдов в микроволновом диапазоне**

В работе исследовалась возможность применения техники микроволновых измерений для изучения процессов, происходящих во льду и пористых средах, содержащих воду при охлаждении и нагревании. Рассматривались два метода – волноводный и радиометрический с использованием микроволнового радиометра. Основой этих методов служит то, что из-за существенного различия коэффициента поглощения электромагнитной волны воды и льда не вызывает трудности изучать фазовые переходы вода – лёд. Также имеется возможность изучать среды в различном состоянии – в замкнутом пространстве (в волноводе) и в свободном пространстве радиометрическим методом. Представлены два примера применения этих методик. Как следует из результатов выполненных экспериментов, имеются различия в характере эвтектических процессов, которые могут происходить из-за напряжённого состояния образца при образовании льда в замкнутом пространстве волновода.

**Ключевые слова:** фазовый переход, лёд, микроволновое излучение, гистерезис, коэффициент поглощения, точка эвтектики, фактор потерь

**Введение.** Микроволновые измерения имеют свои преимущества, благодаря которым, например, без особых трудностей можно определить, в каком состоянии находится вода при низких температурах в дисперсных средах, например, в природном льду [3; 4; 5; 7]. Микроволновые параметры чистого льда, без примесей, льда с добавлением солей и морского изучались довольно подробно [1; 8; 10; 11]. Однако при таких исследованиях, в основном, выполнялись статические измерения, когда образец находился в стационарном состоянии при определённой температуре и диапазон температур, в котором выполнялись исследования, составлял 0...–30 °С. В этих измерениях трудно заметить какие-либо быстрые изменения свойств льда и его структуры. Однако такие явления могут наблюдаться как во льду, так и в более сложных средах, содержащих воду, из-за фазовых превращений в образцах и из-за внутренних процессов, вызванных разнообразными явлениями (механическими напряжениями, перекристаллизацией, пластической деформацией [2]).

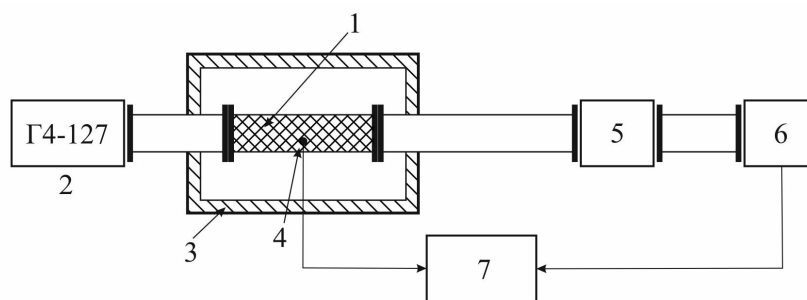
В данной работе ставилась задача исследовать возможность применения техники микроволновых измерений для изучения процессов, происходящих во льду, содержащем солевые включения, и в пористых увлажнённых средах при их охлаждении и

нагревании. Для определения структурных превращений в среде в её объёме предполагалось использовать метод измерения поглощения электромагнитного излучения в среде, т. е. измерить в динамике фактор потерь среды (мнимую часть относительной диэлектрической проницаемости). Отрицательная температура, которую предполагалось достичь, составляла  $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$  – значение температуры кипения жидкого азота.

**Методика измерений.** Измерения поглощения микроволнового излучения выполнялись в двух вариантах: волноводным методом и радиометрическим с помощью микроволнового радиометра.

*Волноводный метод.* Методика измерений в волноводе заключалась в пропускании микроволнового излучения через волноводную секцию, заполненную исследуемым материалом, и измерении проходящей мощности при изменении температуры образца. Волноводную секцию заполняли водой с последующим её замораживанием и охлаждением. Особенность такого эксперимента в том, что при фазовом переходе воды в лёд из-за разности объёмов жидкой и твёрдой фаз в образце возникают механические напряжения. Эти напряжения должны быть более значительными, когда расширение образца ограничено в пространстве. В данном случае образец ограничен стенками волновода.

Схема эксперимента представлена на рис. 1.



**Рис. 1.** Схема измерений интенсивности микроволнового излучения, проходящего через волновод со льдом. Длина волны, на которой выполнялись измерения 2,4 см (12,3 ГГц).

- 1 – волноводная секция со льдом; 2 – генератор микроволнового излучения;  
3 – теплоизолирующая коробка; 4 – термопара; 5 – вентиль; 6 – диодный детектор;  
7 – система сбора информации “Agilent”

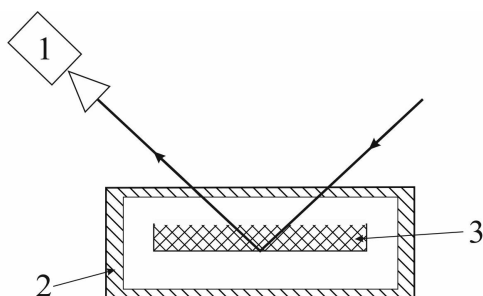
**Fig. 1.** Scheme of measurements of microwave intensity radiation passing through a waveguide with ice. The wavelength at which measurements were made of 2,4 cm (12,3 GHz).

- 1 – waveguide section with ice; 2 – microwave generator radiation; 3 – heat-insulating box;  
4 – thermocouple; 5 – the valve; 6 – diode detector; 7 – “Agilent” information collection system

В качестве генератора микроволнового излучения использовался генератор сигналов высокочастотный Г4-127. Микроволновое излучение от генератора проходило через волноводную секцию с образцом и регистрировалось диодным детектором. Запись сигналов осуществлялась при помощи системы сбора информации фирмы “Agilent”. Использовалась волноводная секция с поперечными размерами  $8 \times 16$  мм и длиной 100 мм, которая помещалась для теплоизоляции в термостат, выполненный из пенопласта. Охлаждение осуществлялось с помощью паров жидкого азота. Азот заливался непосредственно в термостат или, для более медленного и контролируемого изменения температуры образца, было предусмотрено устройство подачи паров азота. Чтобы избежать переотражений и появления стоячих волн в волноводе,

использовался вентиль и создавались плавные переходы на торцах образца. Температура регистрировалась термопарой с точностью около  $1^\circ\text{C}$ . Частота, на которой выполнялись измерения, составляла  $12,3\text{ ГГц}$ . Заливка волновода жидким азотом позволяла охладить образец до  $-196^\circ\text{C}$ .

*Радиометрический метод.* Радиометрический метод основан на измерении собственного радиотеплового излучения образца с помощью радиометра [6; 9]. Схема эксперимента представлена на рис. 2.



**Рис. 2.** Схема измерений радиотеплового излучения образца льда с помощью радиометра на длину волны  $8,8\text{ мм}$  (частота  $34\text{ ГГц}$ ). 1 – радиометр; 2 – теплоизолирующая коробка из пенопласта; 3 – кювета с образцом льда

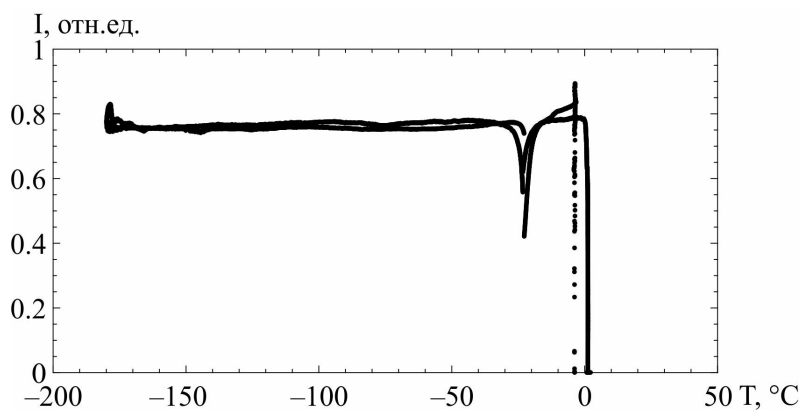
**Fig. 2.** The scheme for measuring the radiothermal radiation of a sample ice using a radiometer at a wavelength  $8.8\text{ mm}$  (frequency  $34\text{ GHz}$ ). 1 – radiometer; 2 – thermal insulation box made of foam plastic; 3 – cuvettes with a sample of ice

Эксперимент выполнялся в зимний период под открытым небом, так как в данном методе обязательным является присутствие фонового излучения, которое создавалось холодным небом. Измерения выполнялись на вертикальной поляризации под углом Брюстера. Образец помещали в металлическую кювету размерами  $140 \times 220 \times 17\text{ мм}$ . Кювета размещалась в пенопластовой коробке, на дно которой для охлаждения кюветы заливался жидкий азот. Кювета заполнялась водой, и замораживание воды происходило при низкой температуре окружающего воздуха, а далее охлаждение осуществлялось холодными парами азота. Обратный процесс – нагревание – осуществлялся за счёт электрического нагревателя, прикреплённого под дном кюветы. При замораживании воды в кювете из-за разницы в объёме воды и льда могло происходить растрескивание образца, выливание воды на поверхность льда и его деформация, что затрудняло выполнение эксперимента. Чтобы избежать этого, по кромке кюветы с внутренней стороны прикреплялась полоска из поролона, которая сжималась при увеличении размеров образца и позволяла избавиться от нежелательных явлений. В этом случае не возникало существенных механических напряжений во льду, в отличие от волноводных измерений. В использованной конструкции установки достигалось охлаждение до  $-90^\circ\text{C}$ . Частота, на которой были выполнены измерения, составляла  $34\text{ ГГц}$ . Температура образца в данном методе также регистрировалась термопарой, прикреплённой ко дну кюветы.

Оба метода имеют определённые преимущества и недостатки. В случае измерений в волноводе легче получить глубокое охлаждение образца. При этом измерение производится на одной частоте. В радиометрическом методе измерения осуществляются в некоторой полосе частот, в которой производится усреднение фактора потерь. В этом случае неоднородности образца не влияют на результаты, т.к. осуществляется как частотное, так и пространственное усреднение измеряемого фактора потерь.

Однако, если образец обладает дисперсией диэлектрических потерь, радиометрический метод может давать ошибки, поэтому не следует проводить усреднение в полосе более 10 % от центральной частоты.

**Результаты измерений.** Результаты измерений в волноводе для льда с концентрацией соли NaCl в количестве 20...30 мг/кг представлены на рис. 3.



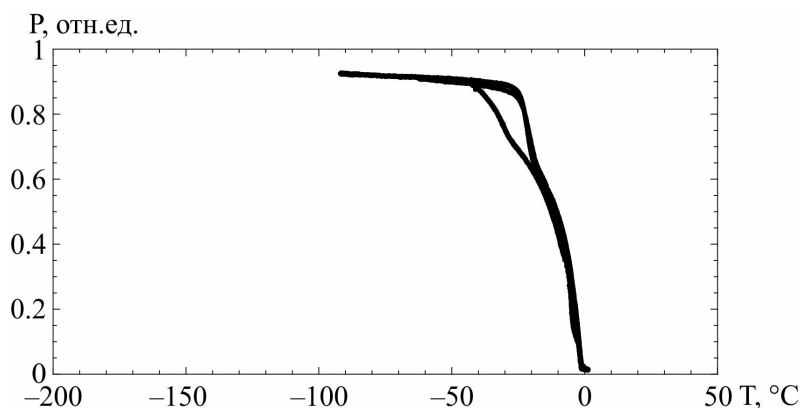
*Рис. 3.* Результаты измерений интенсивности микроволнового излучения, проходящего через волновод со льдом, в зависимости от температуры. Концентрация соли NaCl в образце 20...30 мг/кг.  $I$  (в относительных единицах)

*Fig. 3.* Results of intensity measurements of microwave radiation passing through a waveguide with ice depending on the temperature. The concentration of NaCl salt in the sample 20...30 mg/kg.  $I$  (in relative units)

На графике наблюдается резкое увеличение сигнала при 0 °С. Это регистрируется фазовый переход вода – лёд и далее сигнал практически не изменяется. Однако в диапазоне температур  $-20 \dots -25$  °С наблюдается резкий «выброс» – уменьшение сигнала. Температура, при которой это происходит, соответствует температуре эвтектики соли NaCl, которая равна  $-21,2$  °С. «Выброс» наблюдался как в процессе охлаждения, так и при нагревании образца. Также наблюдается некоторое увеличение сигнала при температурах около  $-190$  °С. Это связано с появлением на стенках волновода жидкого кислорода, или аргона, которые конденсируются в этом диапазоне температур. Температура кипения кислорода  $-189,2$  °С, температура кипения аргона  $-185,8$  °С, температура кипения азота  $-195,8$  °С.

Результаты эксперимента, выполненного в кювете радиометрическим методом, показаны на рис. 4.

Образец представлял из себя воду с добавлением соли NaCl в количестве 2 г/л. Как видно из графика, вода начинает замерзать при 0 °С и сигнал в начале охлаждения падает, когда появляется плёнка льда на поверхности воды. Затем радиояркая температура начинает плавно возрастать при охлаждении льда до отрицательной температуры  $-30$  °С. После этого величина сигнала не меняется. При обратном ходе, при нагревании, ход кривой повторяется с некоторым отличием. Наблюдается гистерезис – неодинаковость хода кривой зависимости радиояркой температуры от термодинамической температуры образца с наличием петли на графике.



*Рис. 4.* Результаты измерений мощности радиотеплового излучения образца льда в зависимости от температуры в кювете с помощью радиометра.  $P$  (в относительных единицах). Концентрация соли NaCl в образце 2 г/л

*Fig. 4.* Power measurement results of radiothermal radiation of a sample of ice depending on the temperature in the cuvette using a radiometer.  $P$  (in relative units). The concentration of NaCl salt in the sample is 2 g/l

**Обсуждение результатов.** Сравнивая результаты этих двух экспериментов в волноводе и в кювете, необходимо отметить следующее. Наблюдался разный характер зависимости микроволнового излучения от температуры в этих двух экспериментах. Эти различия объясняются как разной концентрацией соли в образцах, так и различным расположением образца – в свободном или в ограниченном пространстве. В открытом пространстве наблюдались процессы, связанные с эвтектическими превращениями – когда в образце находится значительное количество соли. Наблюдается гистерезис, который можно объяснить тем, что при охлаждении некоторое время образец находится в переохлаждённом состоянии (т. е. при температуре ниже температуры эвтектики).

Несмотря на малую концентрацию NaCl при измерениях в волноводе, эвтектические превращения проявились и для образца льда в ограниченном пространстве, хотя концентрация соли в воде имела значительно меньшее значение. Характер её проявления имеет другой вид – резкий выброс в области температуры эвтектики и отсутствие гистерезиса. Разницу в характере поведения зависимости микроволнового излучения от температуры можно объяснить механическими напряжениями, возникающими в образце (при его деформировании), когда он ограничен стенками. Так ли это на самом деле? Характер поведения фактора потерь в этом случае требует дальнейшего изучения при других концентрациях солей, других скоростей охлаждения и нагревания.

**Выводы.** В работе показано, что использование микроволновых методов измерений для изучения льда и сред, содержащих воду, позволяет выполнять измерения на различных частотах с образцами, находящимися как в открытом, так и в ограниченном пространстве и при различной скорости охлаждения и нагревания. Такой способ позволяет обнаружить и исследовать в динамике особенности фазовых и структурных превращений в изучаемой среде.

В результате эксперимента обнаружено, что:

1) эвтектический процесс может иметь различный характер в зависимости от того, имеются ли в образце механические напряжения или нет;

2) гистерезис электрофизических свойств солёного льда из-за задержки образования кристаллогидрата NaCl при охлаждении раствора ниже температуры эвтектики соли.

### Список литературы

1. Бордонский Г. С. Тепловое излучение ледяного покрова пресных водоёмов. Новосибирск: Наука. Сиб. отд-ние, 1990. 104 с.
2. Бордонский Г. С., Гурулев А. А., Крылов С. Д. «Просветление» льда в микроволновом диапазоне при текучести // Письма в ЖТФ. 2009. Т. 35, вып. 22. С. 46–53.
3. Бордонский Г. С., Орлов А. О., Филипова Т. Г. Измерение диэлектрических свойств мёрзлого песка в СВЧ-резонаторах // Известия учебных заведений. Радиофизика. 2004. Т. 47, № 4. С. 292–300.
4. Бордонский Г. С., Крылов С. Д. Структурные превращения переохлаждённой воды в нанопорах по данным о поглощении микроволнового излучения // Журнал физической химии. 2012. Т. 86, № 11. С. 1806–1812.
5. Бордонский Г. С., Орлов А. О., Хапин Ю. Б. Коэффициент затухания и диэлектрическая проницаемость переохлаждённой объёмной воды в интервале температур  $0 \dots -90$  °С на частотах 11...140 ГГц // Современные проблемы дистанционного зондирования Земли из космоса. 2017. Т. 14, № 3. С. 255–270.
6. Орлов А. О., Гурулев А. А., Крылов С. Д., Цыренжапов С. В. Затухание электромагнитного излучения в увлажнённых аэрозолях при отрицательных температурах в микроволновом диапазоне // Оптика атмосферы и океана. 2018. № 2. С. 109–113.
7. Цыренжапов С. В., Бордонский Г. С., Сигачёв Н. П. Использование микроволновых, электрических и тепловых измерений для изучения фазового состояния воды в нанопористых средах // Учёные записки ЗабГУ. 2017. Т. 12, № 4. С. 78–84.
8. Auty Robert P., Cole Robert H. Dielectric Properties of Ice and Solid D<sub>2</sub>O // The Journal of Chemical Physics. 1952. Vol. 20, No. 8. August. Pp. 1309–1314.
9. Matzler Christian, Wegmuller Urs. Dielectric Properties of Fresh-Water Ice at Microwave Frequencies // Phys. D: Appl. Phys. 1987. Vol. 20. Pp. 1623–1630.
10. Hufford G. A Model for the Complex Permittivity of Ice at Frequencies below 1 THz // International Journal of Infrared and Millimeter Waves. 1991. Vol. 12, No. 7. Pp. 677–682.
11. Warren Stephen. G. Optical Constants of Ice from the Ultraviolet to the Microwave // Applied Optics. 1984. Vol. 23, No. 8. 15 April. Pp. 1206–1225.

*Статья поступила в редакцию 17.03.2018; принята к публикации 20.04.2018*

### Библиографическое описание статьи

Крылов С. Д. Температурные исследования динамики фактора потерь пресного и солёного льдов в микроволновом диапазоне // Учёные записки Забайкальского государственного университета. Сер. Физика, математика, техника, технология. 2018. Т. 13, № 4. С. 110–117. DOI: 10.21209/2308-8761-2018-13-4-110-117.

*Sergei D. Krylov,*  
*Candidate of Physics and Mathematics,*  
*Senior Researcher,*  
*Institute of Natural Resources, Ecology and Cryology,*  
*Siberian Branch, Russian Academy of Sciences,*  
*(16a Nedorezova st., Chita, 672014, Russia),*  
*e-mail: lgc255@mail.ru*

## Temperature Studies of the Dynamics of Loss Factor of Fresh and Salted Ice in the Microwave Range

The possibility of using microwave measurement technique to study the processes taking place in ice and porous media containing water during cooling and heating was investigated. Two methods were considered: waveguide and radiometric. The basis of these methods is the following: there is a significant difference in the absorption coefficient of electromagnetic waves for water and ice, and it is not difficult to study the water – ice phase transitions. It is also possible to study media in a different state in a confined space, in a waveguide and in free space by a radiometric method. Two examples of the application of these techniques are presented. As follows from the results of the experiments carried out, there are differences in the nature of the eutectic processes that can occur due to the stressed state of the sample when ice forms in the closed space and free space.

**Keywords:** phase transition, ice, microwave radiation, hysteresis, absorption coefficient, eutectic point, loss factor

### References

1. Bordonskii G. S. *Teplovoe izluchenie ledyanogo pokrova presnykh vodoemov.* Novosibirsk: Nauka. Sib. otd-nie, 1990. 104 s.
2. Bordonskii G. S., Gurulev A. A., Krylov S. D. «Prosvetlenie» l'da v mikrovolnovom diapazone pri tekuchesti // *Pis'ma v ZhTF.* 2009. T. 35, vyp. 22. S. 46–53.
3. Bordonskii G. S., Orlov A. O., Filippova T. G. *Izmerenie dielektricheskikh svoystv merzlogo peska v SVCh-rezonatorakh // Izvestiya uchebnykh zavedenii. Radiofizika.* 2004. T. 47, № 4. S. 292–300.
4. Bordonskii G. S., Krylov S. D. *Strukturnye prevrashcheniya pereokhlazhdennoi vody v nanoporakh po dannym o pogloshchenii mikrovolnovogo izlucheniya // Zhurnal fizicheskoi khimii.* 2012. T. 86, № 11. S. 1806–1812.
5. Bordonskii G. S., Orlov A. O., Khapin Yu. B. *Koeffitsient zatukhaniya i dielektricheskaya pronitsaemost' pereokhlazhdennoi ob'emnoi vody v intervale temperatur 0... – 90 °C na chastotakh 11...140 GGts // Sovremennye problemy distantsionnogo zondirovaniya Zemli iz kosmosa.* 2017. T. 14, № 3. S. 255–270.
6. Orlov A. O., Gurulev A. A., Krylov S. D., Tsyrenzhapov S. V. *Zatukhanie elektromagnitnogo izlucheniya v uvlazhnennykh aerozolyakh pri otritsatel'nykh temperaturakh v mikrovolnovom diapazone // Optika atmosfery i okeana.* 2018. № 2. S. 109–113.
7. Tsyrenzhapov S. V., Bordonskii G. S., Sigachev N. P. *Ispol'zovanie mikrovolnovykh, elektricheskikh i teplovykh izmerenii dlya izucheniya fazovogo sostoyaniya vody v nanoporistykh sredakh // Uchenye zapiski ZabGU.* 2017. T. 12, № 4. S. 78–84.
8. Auty Robert P., Cole Robert H. *Dielectric Properties of Ice and Solid D2O // The Journal of Chemical Physics.* 1952. Vol. 20, No. 8. August. Pp. 1309–1314.
9. Matzler Christian, Wegmuller Urs. *Dielectric Properties of Fresh-Water Ice at Microwave Frequencies // Phys. D: Appl. Phys.* 1987. Vol. 20. Pp. 1623–1630.

10. Hufford G. A Model for the Complex Permittivity of Ice at Frequencies below 1 THz // International Journal of Infrared and Millimeter Waves. 1991. Vol. 12, No. 7. Pp. 677–682.

11. Warren Stephen. G. Optical Constants of Ice from the Ultraviolet to the Microwave // Applied Optics. 1984. Vol. 23, No. 8. 15 April. Pp. 1206–1225.

*Received: March 16, 2018; accepted for publication April 20, 2018*

#### **Reference to article**

*Krylov S. D.* Temperature Studies of the Dynamics of Loss Factor of Fresh and Salted Ice in the Microwave Range // Scholarly Notes of Transbaikal State University. Series Physics, Mathematics, Engineering, Technology. 2018. Vol. 13, No. 4. PP. 110–117. DOI: 10.21209/2308-8761-2018-13-4-111-118.