

Progetto SP1a

“Nuove tecnologie per l’analisi non intrusiva dei manufatti”

Programma di ricerca

Ingegnerizzazione di prototipi e strumentazione per la diagnostica su manufatti monumentali in materiale lapideo

Un metodo per il rilevamento della porosità di materiali dielettrici mediante misure in campo vicino con antenne a patch

Edoardo Bozzi, Massimo Chimenti, Alessandra Zucchelli

Istituto di Scienza e Tecnologie dell’Informazione “Alessandro Faedo”.

Rapporto tecnico aprile 2006

Sommario

Il presente lavoro illustra una tecnica per la valutazione di percentuali di porosità in materiali dielettrici mediante una tecnica di tipo non distruttivo e non invasivo.

La tecnica fa uso di un dispositivo passivo a microonde, ed è basata sulla misura della frequenza di risonanza di una particolare antenna a patch, posta a contatto col materiale da ispezionare; dalla variazione di frequenza rispetto ad una misura a vuoto si ricava la permittività attuale del materiale e quindi, nota la permittività intrinseca del materiale stesso, utilizzando una formula di miscela si determina il grado di porosità del materiale.

Il lavoro riporta i risultati ottenuti ispezionando mediante un'antenna a patch operante nella banda ISM campioni di materiali polimerici con porosità indotta artificialmente: le misure di porosità ottenute con la tecnica sviluppata differiscono mediamente di $\approx 0.3\%$ dalle misure di porosità ottenute in base alla densità apparente dei campioni.

La tecnica può essere impiegata per misure relative tra campioni differenti dello stesso materiale o tra differenti zone dello stesso campione; la tecnica può essere inoltre impiegata per misure assolute di porosità, quando è nota la permittività intrinseca di un campione di riferimento.

Abstract

A non-destructive, non-invasive technique for porosity detection in samples of dielectric materials is described.

The sample porosity is derived from the variation of dielectric permittivity of the sample with respect to dielectric permittivity of the intrinsic material; the permittivity is assessed using a microwave sensor, whose resonance frequency depends on the dielectric constant of the material under test.

Different degrees of porosity have been artificially induced into samples of polymeric materials; measurements obtained by the described technique are in good accordance with conventional measurements based on physical characteristics (mass and volume) of the samples.

Accurate relative variations of porosity between different samples or between different regions over a sample can be performed; absolute measurements can be made when the intrinsic permittivity of a reference material is known.

Indice

| | |
|---------------------------------------------------------------------------------|----|
| Introduzione..... | 4 |
| Materiali e metodi | 6 |
| Determinazione meccanica della porosità..... | 6 |
| Variazione della permittività causata dalla porosità | 6 |
| Rilevamento della porosità mediante misura a microonde della permittività | 7 |
| Sensore | 9 |
| Materiali impiegati..... | 12 |
| Risultati | 14 |
| Discussione..... | 19 |
| Conclusioni..... | 21 |
| Riferimenti..... | 22 |

Introduzione

Nell'ambito della caratterizzazione dei materiali dielettrici mediante tecniche non distruttive (NDT), si rende necessaria l'individuazione di un numero sempre maggiore di parametri relativi all'oggetto esaminato, al fine di migliorare la definizione della struttura e del comportamento dei materiali indagati [1].

Per esempio, un argomento di rilevante importanza per i polimeri ed i materiali ceramici è la determinazione del livello di porosità: infatti, la presenza di porosità in questi materiali causa una variazione delle caratteristiche meccaniche, implicante un indebolimento della struttura, che spesso si traduce nella presenza di fratture all'interno del materiale stesso [2].

Nel presente studio ci siamo occupati della misura della porosità interna ai materiali dielettrici. Questo parametro risulta di particolare interesse in molte applicazioni, sia industriali, sia scientifiche, e consente una migliore valutazione delle caratteristiche del mezzo da usare come componente in processi industriali.

La porosità nei materiali dielettrici si manifesta con la presenza di micro-cavità, distribuite in modo più o meno uniforme in base alla natura del materiale. In ogni caso, la presenza di porosità fa sì che il materiale subisca sia modifiche strutturali, diventando più fragile, che dielettriche, poiché la presenza di vuoti nel materiale influisce sul valore della costante dielettrica.

Il controllo della presenza di porosità nei materiali dielettrici avviene spesso in fase di produzione allo scopo di eseguire test di qualità su materiali destinati a vari utilizzi: materiali compositi, materiali per l'edilizia, materiali ceramici, ecc [1-2].

La procedura convenzionale per il rilevamento meccanico della porosità viene effettuata in laboratorio attraverso un metodo d'indagine distruttivo, cioè esaminando un piccolo campione, di cui se ne determinano il peso ed il volume e, conseguentemente, la densità: il confronto con la densità di un materiale di riferimento consente di ricavare la porosità del campione in esame [3].

L'idea di utilizzare le tecniche NDT a microonde per questo tipo d'indagine è nata allo scopo di migliorare le modalità di misura, eseguendo quindi un test di tipo non invasivo e non distruttivo, senza la necessità di prelevare un campione dall'oggetto da misurare, e di ottenere il risultato voluto per mezzo della misura di un singolo parametro. Le microonde sono molto indicate nello studio dei materiali, sia per la facilità di queste di propagarsi all'interno di molti tipi di dielettrici (compresa l'aria), sia perché il segnale riflesso e trasmesso da un dispositivo radiante a microonde dipendono dalle proprietà dielettriche del materiale indagato, e possono essere messi in relazione con le caratteristiche fisiche e meccaniche del materiale stesso.

Ad oggi, le tecniche NDT a microonde sono state impiegate [1] per eseguire valutazioni della porosità mediante indagini in laboratorio di "carote" prelevate dall'oggetto da esaminare (indagini distruttive), mediante tecniche in guida d'onda, nella banda X.

Il presente articolo riporta i risultati di uno studio orientato allo sviluppo di un nuovo metodo di misura NDT per materiali dielettrici di tipo polimerico.

Il metodo sviluppato è basato sulla modifica della zona di campo vicino causata da un dielettrico posto a contatto con un'antenna planare risonante: l'antenna può essere quindi usata come sensore per il rilevamento della permittività di un campione. Impiegando un modello che definisce la permittività di una miscela di due componenti con differenti permittività e ipotizzando che una delle due componenti sia l'aria, dalla misura della frequenza di risonanza del sensore si può risalire al grado di porosità di un campione rispetto ad un campione di riferimento.

Materiali e metodi

Determinazione meccanica della porosità

La densità intrinseca di un materiale ρ_2 è data dal rapporto tra la massa m ed il volume V di un campione del materiale stesso. Se la frazione di volume v_1 del campione viene sostituita con un altro materiale avente densità ρ_1 la massa del campione diventa m_1 e si ha la densità apparente B , data da:

$$B = \frac{m_1}{V} = \rho_1 v_1 + \rho_2 \cdot (1 - v_1) = D_\rho \cdot v_1 + \rho_2 \quad (1)$$

dove $D_\rho = (\rho_1 - \rho_2)$.

L'equazione 1 indica la variazione di densità apparente sia nel caso di porosità ($D_\rho < 1$), sia nel caso di sospensione di materiale in aria ($D_\rho > 1$); in entrambi i casi si ha una relazione lineare tra v_1 e B .

La porosità totale η di un campione è data dal valore della frazione di volume v_1 nel caso in cui essa sia riempita di aria [3]:

$$\eta \equiv v_1 \quad \text{con} \quad 0 \leq \eta \leq 1$$

L'equazione 1 consente di determinare la porosità di un campione in base ai valori di densità apparente B e densità intrinseca ρ_2 ; ponendo $\rho_1 = \rho_{aria}$, se $\rho_{aria} \ll \rho_2$, si ha:

$$\eta \cong \frac{\rho_2 - B}{\rho_2} = 1 - \frac{B}{\rho_2} \quad (2)$$

Si ha inoltre:

$$\Delta\eta = -\frac{1}{\rho_2} \Delta B$$

Variazione della permittività causata dalla porosità

La permittività relativa, ϵ_m , di una miscela costituita da un componente con permittività ϵ_1 e frazione di volume v_1 e da un altro componente con permittività ϵ_2 e frazione di volume v_2 , può essere approssimata mediante diverse formule di miscela, basate sul modello generale [4]:

$$(\epsilon_m)^\alpha = (\epsilon_1)^\alpha \cdot v_1 + (\epsilon_2)^\alpha \cdot v_2 \quad (3)$$

dove il parametro α (grado del modello) è compreso tra 0 e 1.

Il modello indicato in 3 è valido nell'ipotesi che un campione di spessore t sia costituito da strati sottili con costanti dielettriche differenti; nel caso di interazione con un'onda elettromagnetica avente lunghezza d'onda λ , se gli strati hanno spessore piccolo rispetto a λ , il campione può essere considerato come costituito da una parte di spessore complessivo t_1 e da una di spessore t_2 , in modo che sia $t_1 + t_2 = t$ [5, 6].

Sono state compiute alcune verifiche sperimentali usando differenti valori del grado del modello di mistura [2, 5, 6]. Nel nostro caso si sono considerate piccole frazioni di volume di materiale incluso e si è assunto $\alpha = 1$; l'equazione 3 diventa quindi analoga all'equazione 1, assumendo la forma:

$$\varepsilon_m = D_\varepsilon \cdot v_1 + \varepsilon_2 \quad (4)$$

dove $D_\varepsilon = (\varepsilon_1 - \varepsilon_2)$.

L'equazione 4 è valida sia per $\varepsilon_1 > \varepsilon_2$ (modello a sospensione) sia per $\varepsilon_1 < \varepsilon_2$ (modello a inclusione): nel primo caso la permittività del campione aumenta al crescere della frazione di volume del materiale incluso, nel secondo diminuisce. In entrambi i casi si ha una dipendenza lineare tra ε_m e v_1 . Si ha inoltre:

$$\Delta\varepsilon_m = D_\varepsilon \cdot \Delta v_1$$

Quando $\varepsilon_1 = \varepsilon_{air} = 1$, l'equazione 4 indica la permittività di un campione in funzione della sua porosità; si ha:

$$\varepsilon_m = (1 - \varepsilon_2) \cdot \eta + \varepsilon_2$$

E' quindi possibile determinare la porosità di un campione in base alla permittività del campione stesso e alla permittività intrinseca ε_2 di un campione privo di pori; si ha:

$$\eta = \frac{\varepsilon_2 - \varepsilon_m}{\varepsilon_2 - 1} \quad (5)$$

Si ha quindi:

$$\Delta\eta = -\frac{1}{\varepsilon_2 - 1} \cdot \Delta\varepsilon_m$$

Rilevamento della porosità mediante misura a microonde della permittività

La frequenza di risonanza di un'antenna a patch, costituita da un piano di massa e da un patch di dimensioni W e L , separati da un substrato di spessore h , può essere definita mediante la relazione [7]:

$$f_r = \frac{A}{\sqrt{\epsilon_{eq}}} \quad (6)$$

dove A è un parametro dipendente dalle caratteristiche geometriche dell'antenna e ϵ_{eq} è la costante dielettrica equivalente relativa, dipendente dalle costanti dielettriche del materiale che costituisce il substrato dell'antenna e del mezzo omogeneo che riempie il semispazio delimitato dal patch [7].

Se $W/h \gg 1$ e se lo spessore delle metallizzazioni non è trascurabile [8], si ha:

$$\epsilon_{eq} = \frac{\epsilon_{sub} + \epsilon_{mat}}{2} + \frac{\epsilon_{sub} - \epsilon_{mat}}{2} \cdot \frac{1}{\sqrt{1 + 12 \frac{h}{W}}} - \frac{\epsilon_{sub} - 1}{4.6} \cdot \frac{t/h}{\sqrt{W/h}} \quad (7)$$

dove

ϵ_{sub} = costante dielettrica del substrato

ϵ_{mat} = costante dielettrica del mezzo

h = spessore del substrato

W = larghezza del patch

t = spessore delle metallizzazioni

Fissato ϵ_{sub} , l'antenna può essere usata come sensore per rivelare la permittività ϵ_{mat} del mezzo a contatto col patch; sostituendo nell'equazione 6 il valore di ϵ_{eq} definito nell'equazione 7, si ottiene infatti [9, 10]:

$$f_r = \frac{f_0}{\sqrt{a + b\epsilon_{mat}}} \quad (8)$$

dove f_0 è la frequenza di risonanza a vuoto, ottenuta per $\epsilon_{mat} = 1$; a e b sono i parametri ricavabili dall'equazione 7, con $a + b = 1$. Si ha quindi:

$$\epsilon_{mat} = \frac{1}{b} \left[\left(\frac{f_0}{f_r} \right)^2 - a \right]$$

La frequenza teorica di risonanza ottenuta esaminando un campione costituito dalla mistura di un componente con permittività ϵ_1 e frazione di volume v_1 e di un altro componente con permittività ϵ_2 e frazione di volume v_2 è data da:

$$f_m = \frac{f_0}{\sqrt{a + b[D\epsilon \cdot v_1 + \epsilon_2]}}$$

Se $\varepsilon_1 = 1$ si ha la dipendenza teorica della frequenza di risonanza dalla porosità del campione:

$$f_m = \frac{f_0}{\sqrt{a + b[(1 - \varepsilon_2) \cdot \eta + \varepsilon_2]}} = \frac{f_0}{\sqrt{c + d\eta}} \quad (9)$$

dove $c = a + b \cdot \varepsilon_2$ e $d = b \cdot (1 - \varepsilon_2)$.

La porosità di un campione è quindi ricavabile usando i valori di frequenza di risonanza ottenuti ispezionando il campione stesso ed un campione di materiale intrinseco privo di porosità.

La permittività ε_m del campione poroso è data da:

$$\varepsilon_m = \frac{1}{b} \left[\left(\frac{f_0}{f_m} \right)^2 - a \right] \quad (10)$$

mentre la permittività ε_2 del materiale privo di porosità è data da:

$$\varepsilon_2 = \frac{1}{b} \left[\left(\frac{f_0}{f_2} \right)^2 - a \right] \quad (11)$$

La porosità η_m del campione è quindi data da:

$$\eta_m = \frac{\varepsilon_2 - \varepsilon_m}{\varepsilon_2 - 1} = \frac{f_0^2}{f_0^2 - f_2^2} - \frac{1}{f_m^2} \frac{f_0^2 \cdot f_2^2}{f_0^2 - f_2^2} \quad (12)$$

Per piccoli valori di porosità, eseguendo lo sviluppo in serie al 1° ordine dell'equazione 13 si ottiene:

$$\Delta\eta \cong \frac{2f_0^2}{f_2(f_0^2 - f_2^2)} \Delta f_m$$

Sensore

Il sensore utilizzato per le misure è un'antenna a patch a $\lambda/2$ [7]; il sensore è stato progettato mediante un CAD elettromagnetico (MWS-CST), grazie al quale è stato possibile ottenere una struttura ottimizzata per l'applicazione presentata [11].

Allo scopo di ottenere una maggiore sensibilità si è imposto $\varepsilon_{sub} \cong 1$ (substrato in aria); si è scelta una forma quadrata per il patch ($L=W$) e si è imposto che la frequenza

a vuoto sia vicina alla banda ISM. Infine, per ottenere una struttura sufficientemente rigida si è imposto un valore dello spessore delle metallizzazioni (piano di massa e patch) $t = 2\text{mm}$; il patch e il piano di massa sono connessi mediante un supporto dielettrico a bassa permittività (vedi figura 1).

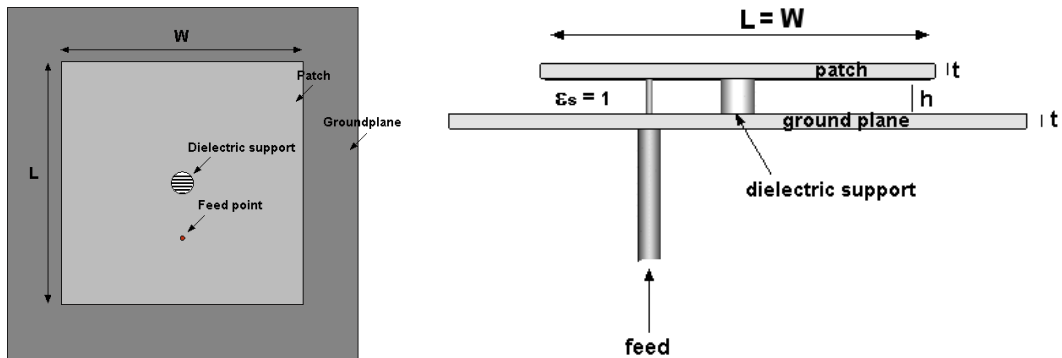


Figura 1 – Vista frontale e laterale della struttura del sensore utilizzato

Sulla base dei risultati delle simulazioni si è proceduto alla realizzazione di un'antenna patch con substrato in aria; la frequenza di risonanza a vuoto è $f_0 = 2.316$ GHz; i parametri indicati nelle equazioni 9 ÷ 15 valgono $a = 0.822$, $b = 0.178$.

La figura 2 mostra la risposta teorica del sensore in funzione della permittività del mezzo esaminato, per differenti valori di porosità, secondo l'equazione 10; la figura 3 mostra la risposta teorica del sensore in funzione della porosità del mezzo esaminato, per differenti valori di permittività intrinseca.

All'atto pratico il sensore viene impiegato per ispezionare materiali con spessore finito, anziché mezzi con dimensione infinita; la figura 4 mostra la risposta del sensore ottenuta sperimentalmente ispezionando campioni di materiale con differenti spessori.

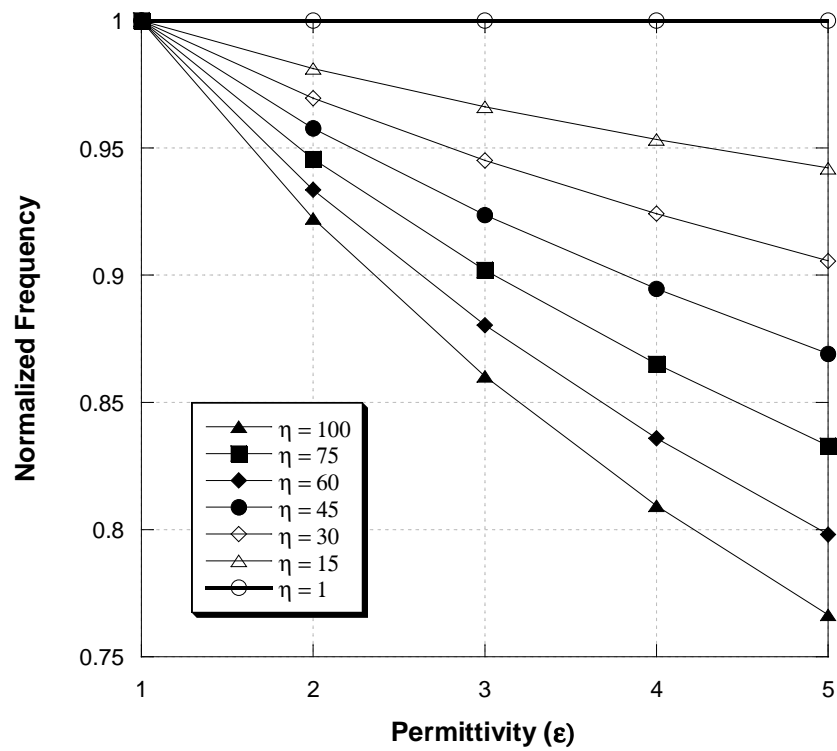


Figura 2. Grafico normalizzato della frequenza del sensore in funzione della permittività intrinseca del dielettrico per differenti valori di porosità.

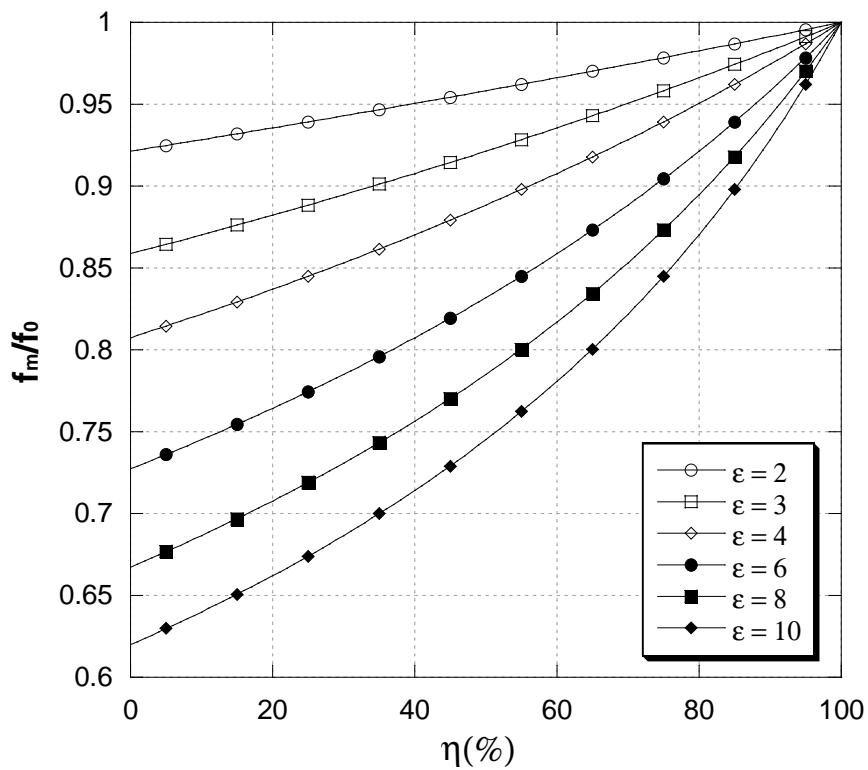


Figura 3. Grafico normalizzato della frequenza del sensore in funzione della porosità del dielettrico per differenti valori di permittività intrinseca.

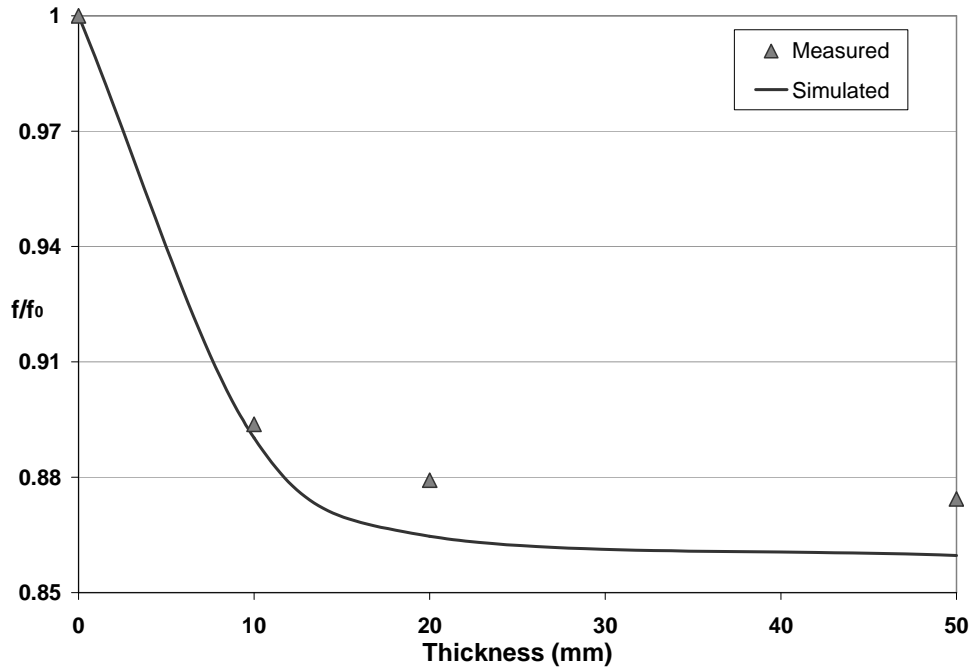


Figura 4. Grafico della risposta normalizzata del sensore per un materiale con $\epsilon = 2.6$ e differenti valori di spessore; curva continua = risultato simulazione mediante Microwave Studio (CST); valori discreti = risultati sperimentazione eseguita con l'antenna impiegata; $f/f_0 = 0.879$ per spessore infinito.

Materiali impiegati

Sono stati realizzati 5 campioni con differenti porosità, usando resina epossidica a due componenti Systems 10 10 CFS e microsfere bianche Systems di vetro cavo.

I campioni sono stati realizzati immettendo in uno stampo di volume costante V_t un volume V_s di microsfere ed un volume $V_r = (V_t - V_s)$ di resina. Dopo la solidificazione i campioni sono stati rifilati e per ciascun campione si sono misurati il volume finale V e la massa m e sono state quindi determinate la densità apparente B e la porosità η . Mediante l'equazione 1 e facendo uso dei valori di densità indicati dal produttore ($\rho_r = 1.17$ per la resina e $\rho_s = 0.13$ per le microsfere) è stata quindi calcolata la frazione di volume delle microsfere v_s in ciascun campione.

La permittività teorica dei campioni è stata stimata in due passi: impiegando la relazione di mistura con $\alpha = 1$, si è dapprima calcolata la permittività teorica delle microsfere, assimilate ad una mistura di aria e vetro, e successivamente la permittività teorica dei campioni, assimilati ad una mistura di resina e microsfere.

Per quanto riguarda le microsfere, poiché la densità del vetro è $\rho_g = 2.5$ e la densità dell'aria è $\rho_a = 0.001$, esse risultano costituite del 5% di vetro e del 95% di aria. I valori tabulati di permittività a 3 GHz per il vetro sono vetro $\epsilon_2 = 4 \div 8$ [12] e per eseguire i calcoli si è scelto $\epsilon_2 = 6$. Di conseguenza, usando l'equazione 4 con $\epsilon_1 = 1$, $v_1 = 0.95$ e $\epsilon_2 = 6$, la permittività calcolata delle microsfere risulta:

$$\varepsilon_s = 1 \cdot 0.95 + 6 \cdot 0.05 = 1.25$$

Per quanto riguarda il campione, la permittività tabulata della resina epossidica a 3 GHz è $\varepsilon_2 = 3.09$. Di conseguenza, usando l'equazione 4 con $\varepsilon_1 = 1.25$, $v_1 = v_s$ e $\varepsilon_2 = 3.09$, la permittività calcolata della mistura di ciascun campione è:

$$\varepsilon_c = -1.84 \cdot v_s + 3.09$$

Lo stesso valore di permittività è ottenibile impiegando una mistura di resina e aria, con $\varepsilon_1 = 1$; la porosità η_c del campione è quindi:

$$\eta_c = v_s \cdot 0.88$$

Infine, usando l'equazione 8, con $a = 0.822$ e $b = 0.178$, è stata calcolata la frequenza di risonanza teorica per ciascun valore di ε_m .

La tabella 1 riporta le misure fisico-meccaniche eseguite sui campioni ed i valori calcolati per ciascuno di essi.

| <i>Sample</i> | <i>V</i> | <i>m</i> | <i>B</i> | η | v_s | η_c | ε_c | f_c |
|---------------|----------|----------|----------|--------|-------|----------|-----------------|--------|
| m_1 | 244.3 | 285.9 | 1.17 | 0.000 | 0 | 0.000 | 3.09 | 1.977 |
| m_2 | 250.0 | 282.9 | 1.13 | 0.034 | 0.04 | 0.035 | 3.016 | 1.9868 |
| m_3 | 248.2 | 266.6 | 1.073 | 0.083 | 0.095 | 0.083 | 2.9155 | 2.0000 |
| m_4 | 228.6 | 243.5 | 1.065 | 0.090 | 0.102 | 0.090 | 2.9025 | 2.0017 |
| m_5 | 219.9 | 196.9 | 0.895 | 0.235 | 0.265 | 0.233 | 2.6025 | 2.0429 |

Tabella 1. Caratteristiche misurate e calcolate dei campioni di resina con inclusione di microsfere. V = volume del campione [cm^3], m = massa del campione [g], B = densità apparente [g/cm^3], η = porosità fisico-meccanica, v_s = frazione di volume di microsfere, η_c = porosità calcolata, ε_c = permittività teorica, f_c = frequenza di risonanza teorica.

Risultati

I campioni sono stati ispezionati con il sensore sopra descritto, collegato ad un analizzatore vettoriale di rete (HP 8753B), che misura il segnale inviato all'antenna (R) ed il segnale riflesso (A). Eseguendo il rapporto tra A ed R lo strumento determina il return loss dell'antenna $\Gamma(f)$.

Le figure 3 e 4 riportano i valori di $\Gamma(f)$ ottenuti ponendo a contatto del sensore i lati A e B, scelti arbitrariamente, dei campioni di resina. Dalle curve di $\Gamma(f)$ è stato ricavato il valore della frequenza di risonanza, f_m ; poiché i picchi di risonanza non sono simmetrici, si è assunto come frequenza di risonanza il valore centrale della banda a 3dB dal minimo di assorbimento.

Al fine di migliorare il rapporto segnale rumore, su ciascuna faccia del campione sono state eseguite tre misure, senza modificare la posizione del sensore. Le tabelle 2 e 3 riportano i valori medi della frequenza di risonanza sulle facce A e B dei campioni, i valori di permittività ottenuti mediante l'equazione 10, e i valori di porosità η_m ottenuti mediante l'equazione 13. I calcoli sono stati eseguiti usando i valori dei parametri a e b riportati in precedenza.

| <i>Sample</i> | f_r [GHz] | ϵ_m | η_m |
|---------------|-------------|--------------|----------|
| m_1 | 1.9763 | 3.08 | 0 |
| m_2 | 1.9925 | 2.956 | 0.06 |
| m_3 | 2.0038 | 2.872 | 0.10 |
| m_4 | 1.9888 | 2.984 | 0.046 |
| m_5 | 2.0388 | 2.6185 | 0.222 |

Tabella 2. Frequenza di risonanza, valori di permittività e valori di porosità ottenuti ispezionando il lato A dei campioni. $f_0 = 2.316$ GHz.

| <i>Sample</i> | f_r [GHz] | ϵ_m | η_m |
|---------------|-------------|--------------|----------|
| m_1 | 1.9744 | 3.0945 | 0 |
| m_2 | 1.9788 | 3.061 | 0.016 |
| m_3 | 1.9994 | 2.904 | 0.091 |
| m_4 | 2.020 | 2.752 | 0.164 |
| m_5 | 2.030 | 2.680 | 0.198 |

Tabella 3. Frequenza di risonanza, valori di permittività e valori di porosità ottenuti ispezionando il lato B dei campioni. $f_0 = 2.316$ GHz.

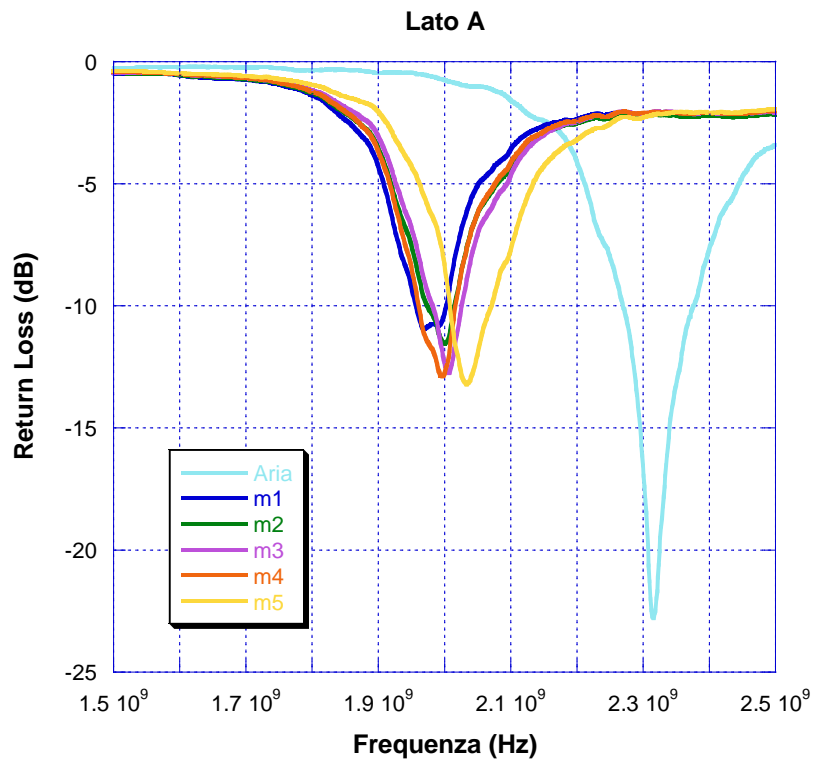


Figura 5. Grafico del coefficiente di riflessione (return loss) ottenuto ponendo il sensore a contatto del lato A dei campioni; in figura è riportata anche la risposta a vuoto del sensore.

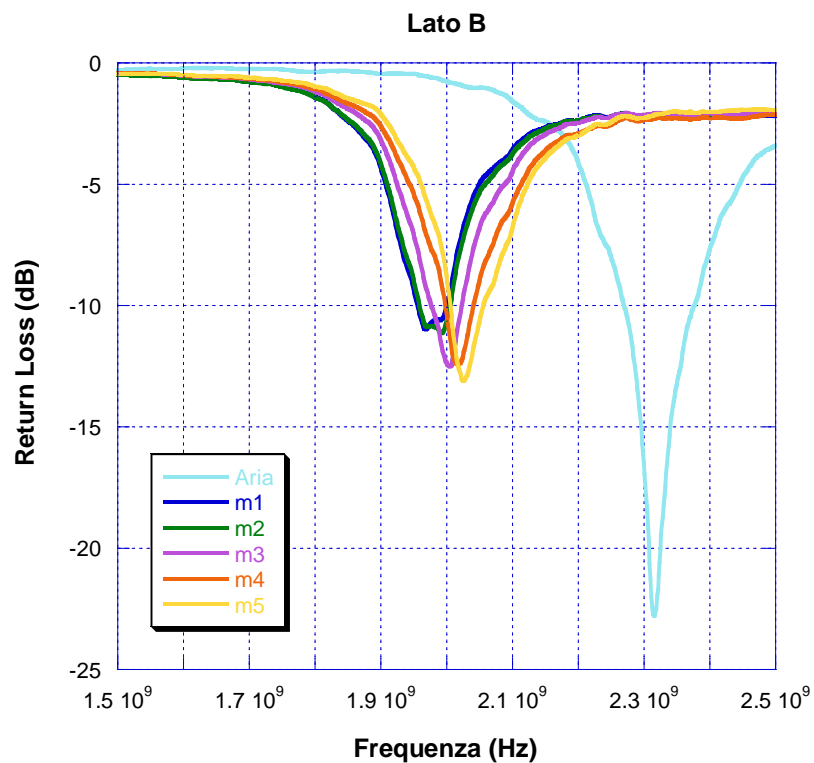


Figura 6. Grafico del coefficiente di riflessione (return loss) ottenuto ponendo il sensore a contatto del lato B dei campioni; in figura è riportata anche la risposta a vuoto del sensore.

La tabella 4 riporta i valori medi di frequenza, permittività e porosità ricavati sperimentalmente dai campioni, insieme con i valori teorici di frequenza, permittività e porosità calcolati per ciascuno di essi; la tabella riporta inoltre le variazioni percentuali tra valori teorici e valori di misura.

| <i>Sample</i> | f_c | f_m | ϵ_c | ϵ_m | η_c | η | η_m |
|---------------|--------|-------|--------------|--------------|----------|--------|----------|
| m_1 | 1.977 | 1.975 | 3.09 | 3.08725 | 0.000 | 0.000 | 0.000 |
| m_2 | 1.9868 | 1.986 | 3.016 | 3.008 | 0.035 | 0.034 | 0.038 |
| m_3 | 2.0000 | 2.002 | 2.9155 | 2.888 | 0.083 | 0.083 | 0.095 |
| m_4 | 2.0017 | 2.004 | 2.9025 | 2.8546 | 0.090 | 0.090 | 0.105 |
| m_5 | 2.0429 | 2.034 | 2.6025 | 2.649 | 0.233 | 0.235 | 0.210 |

Tabella 4. Risultati delle misure di porosità sui campioni di resina. f_m = frequenza di risonanza misurata, f_c = frequenza di risonanza teorica, ϵ_m = permittività misurata, ϵ_c = permittività teorica, η_c = porosità calcolata, η = porosità fisico-meccanica, η_m = porosità misurata

Le figure 7, 8 e 9 riportano, rispettivamente, i confronti tra i valori calcolati e i valori ottenuti in fase di misura, della frequenza di risonanza, permittività e porosità
 La figura 10 mostra il grafico dei valori di porosità ricavati mediante le misure a microonde in funzione dei valori ottenuti mediante le misure meccaniche.

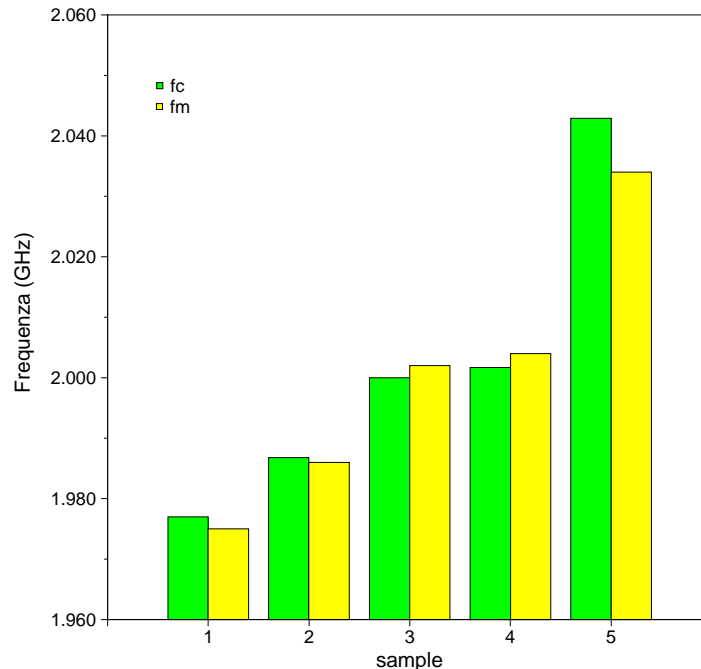


Figura 7. Confronto tra valori, calcolati e misurati, della frequenza di risonanza per ciascun campione.

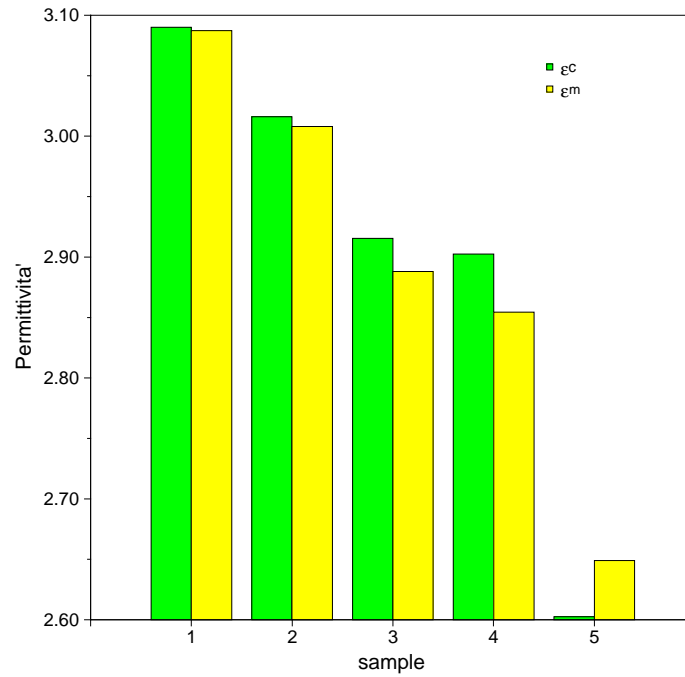


Figura 8. Confronto tra valori, calcolati e misurati, della permittività per ciascun campione.

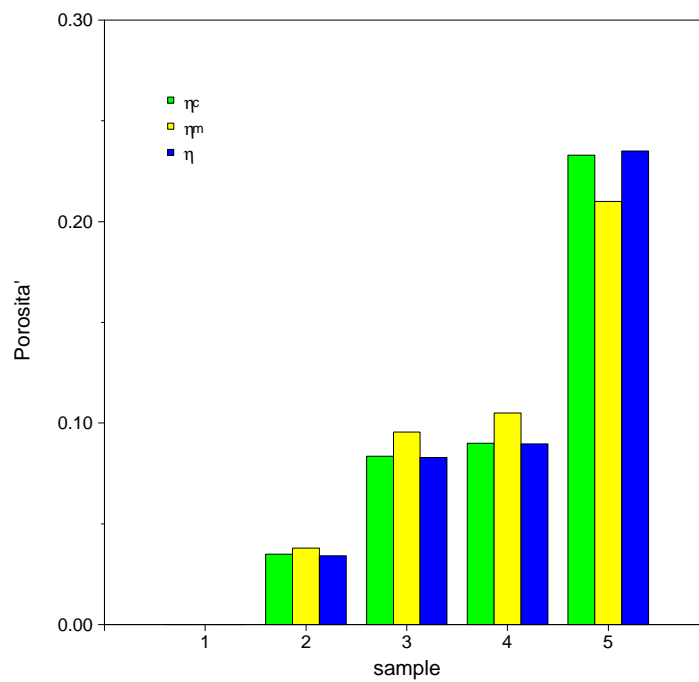


Figura 9. Confronto tra valori, calcolati e misurati, porosità per ciascun campione.

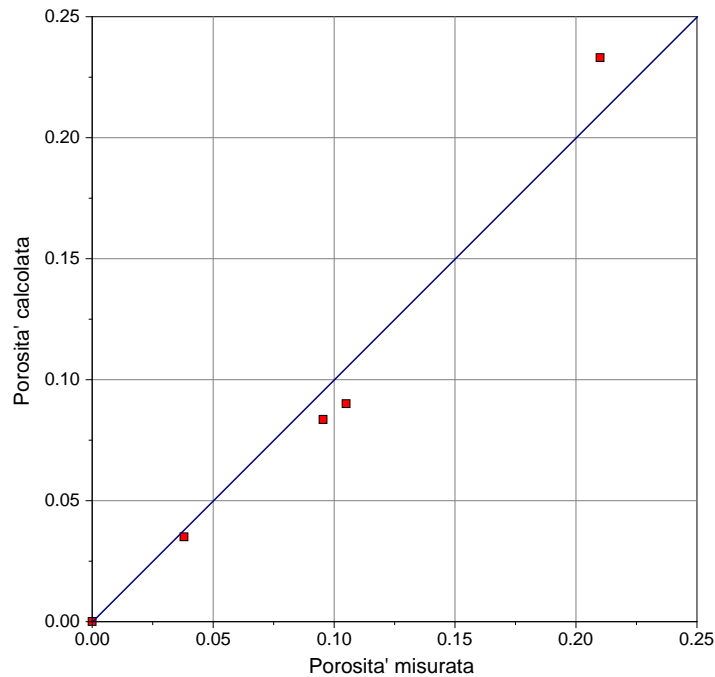


Figura 10. Grafico dei valori di porosità determinati mediante ispezione a microonde in funzione della porosità calcolata dei campioni. Il grafico riporta inoltre la retta a 45° corrispondente alla relazione di identità tra i due tipi di misura.

La tabella 5 riporta i risultati delle regressioni lineari tra i valori di η_c e η_m ed i valori di η e η_m riportati in tabella 4.

| | RC | Y-Ipt | AR-S | CC | MSC |
|----------------------|-------|--------|-------|-------|-------|
| η_c vs η_m | 1.103 | -0.011 | 0.974 | 0.990 | 3.122 |
| η vs η_m | 0.879 | 0.012 | 0.972 | 0.990 | 3.079 |

Tabella 5. Parametri della regressione lineare tra valori calcolati e valori misurati di porosità. RC = Regression Coefficient, Y-Ipt = Y Intercept, AR-S = Adjusted R-Squared, CC = Correlation Coefficient, MSC = Model Selection Criterion.

Discussione

Prove sperimentali come quelle riportate in figura 4 hanno mostrato che ispezionando campioni di differenti materiali, il valore di frequenza ottenuto per spessori maggiori di 20 mm differisce di meno del 5% dal valore indicato dall'espressione 8, valida per spessori infiniti; si può dunque ragionevolmente presumere che la suddetta espressione sia valida anche nel nostro caso, con campioni aventi spessori di 20 mm, con un'approssimazione inferiore al 5%.

Di conseguenza, l'equazione 9, che definisce formalmente la dipendenza della frequenza di risonanza dalla permittività e dalla porosità di mezzi infiniti, può essere ritenuta valida anche per i campioni esaminati. La sensibilità teorica della procedura proposta per la determinazione della porosità dei campioni può essere ricavata, oltre che differenziando l'equazione 9, anche esaminando i grafici riportati nella figura 3. In questa figura si nota che la frequenza di risonanza dipende in modo sostanzialmente lineare dal grado di porosità del campione per bassi valori di permittività intrinseca; la sensibilità teorica media $S(\eta)$ è dunque data da:

$$S(\eta) \cong \Delta f_m / \Delta \eta$$

dove $\Delta f_m = f_0 - f_m$ è la differenza tra la frequenza di risonanza a vuoto (corrispondente ad una porosità del 100%) e la frequenza di risonanza, f_m , ottenuta col materiale intrinseco di riferimento (con porosità nulla). $S(\eta)$ dipende dal valore della permittività intrinseca del materiale, e cresce al crescere di essa: per esempio, si ha $S(\eta) \cong (1 - 0.92) \times f_0$ per $\epsilon_2 = 2$ e $S(\eta) \cong (1 - 0.72) \times f_0$ per $\epsilon_2 = 6$. Nel nostro caso, dove $f_0 = 2.316$ GHz e $\epsilon_2 \cong 3$, si ha una sensibilità teorica di circa 3.24 MHz per grado percentuale di porosità.

La differenza media tra i valori di porosità η determinati in base alla densità apparente dei campioni ed i valori calcolati η_c (vedi tabella 1) è $\Delta \eta = 0.0002$. Poiché i valori di η_c sono stati ricavati usando due volte la legge di miscela, dapprima considerando i componenti (vetro e aria) delle microsfer e successivamente considerando i componenti (microsfer e resina) dei campioni, il buon accordo trovato indica che la suddetta legge è effettivamente applicabile alle miscele considerate. Il confronto tra le frequenze di risonanza teoriche f_c (vedi tabella 1), e le frequenze misurate f_m (vedi tabella 4) mostra che tra le coppie di valori si ha uno scarto medio assoluto $\Delta f = 1.48$ MHz ed uno scarto medio relativo $\Delta f / f = 0.07\%$; ciò indica che sia la legge di miscela, sia il modello di risposta del sensore sono validi nell'applicazione descritta.

Per quando riguardo lo scarto tra valori di permittività calcolati mediante la legge di mistura (vedi tabella 1) e quelli ottenuti col sensore (vedi tabella 4), si ha uno scarto medio assoluto $\Delta\varepsilon = 0.0079$ ed uno scarto medio relativo $\Delta\varepsilon/\varepsilon = 0.23\%$.

La tabella 5 mostra che si ha una buona correlazione tra i valori misurati di porosità η_m e quelli calcolati η_c (CC = 0.99, AR-S = 0.974). La correlazione tra η_m e i valori η , ricavati con le misure fisico meccaniche è lievemente più bassa della precedente (CC = 0.99, AR-Squared = 0.972), ma rimane comunque elevata. L'effettivo confronto da compiere è tra i valori di porosità η_m ricavati mediante il sensore e i valori η determinati in base alle misure del peso e del volume del campione: infatti, i valori η_c sono calcolabili solo quando è nota l'effettiva struttura interna dell'oggetto esaminato, mentre gli altri valori di porosità sono ricavabili tramite misure dell'oggetto. Si può quindi dire che la relazione tra i due tipi di misura è data da:
$$\eta_m = 0.012 + 0.879 \cdot \eta.$$

La non linearità della curva di risposta determinata sperimentalmente, definita in base al massimo spostamento rispetto alla retta a 45°, è minore del 11%.

La sensibilità effettiva della misura a microonde può essere stimata in base alle variazioni della frequenza di risonanza tra coppie di valori di porosità: si ha $\Delta f = 27.45$ MHz per $0 \leq \eta \leq 3\%$, $\Delta f = 9.4$ MHz per $3\% \leq \eta \leq 8\%$, $\Delta f = 1.9$ MHz per $8\% \leq \eta \leq 9\%$, $\Delta f = 2.18$ MHz per $9\% \leq \eta \leq 23\%$: si può dunque attribuire alla procedura una sensibilità di circa 9 MHz per grado di porosità nell'intervallo $0 \leq \eta \leq 3\%$, circa 1.9 MHz per grado di porosità nell'intervallo $3\% \leq \eta \leq 9\%$, circa 1.5 MHz per grado di porosità nell'intervallo $9\% \leq \eta \leq 23\%$.

Si ricorda inoltre che le misure fisico-meccaniche danno il valore di porosità in base alle misure globali di massa e di volume del campione, indipendentemente quindi dall'effettiva disposizione dei pori nel campione stesso; viceversa, con le misure a microonde i risultati dipendono da tale disposizione e possono variare a seconda che la porosità sia distribuita effettivamente in modo omogeneo o che ci siano invece addensamenti nelle zone prossimali o distali rispetto al patch. Ciò è evidenziato dal fatto che i valori di porosità possono variare a seconda che sia messo a contatto con il patch l'uno o l'altro lato del campione: in particolare esaminando le tabelle 2 e 3, si nota che quattro campioni su cinque danno valori simili di frequenza di risonanza e conseguentemente valori di porosità stimata che differiscono di un grado percentuale; mentre per il campione m4 si hanno valori di porosità uguali a 4.6 gradi e 16.4 gradi esaminando le due facce del campione.

Conclusioni

Riassumendo, la tecnica descritta è in grado di misurare la porosità contenuta nella strato di 20 mm del materiale porto a contatto con il sensore; i valori di porosità così determinati sono in buon accordo con quelli ottenuti in modo convenzionale sui campioni esaminati.

La tecnica proposta ha il vantaggio di essere completamente non distruttiva e non invasiva, diversamente dalle misure fisico-meccaniche, e dalle misure a microonde eseguite con guide d'onda [2]; essa consente inoltre l'ispezione di oggetti con grosse dimensioni, non eseguibile mediante le tecniche convenzionali.

Con una risoluzione di misura in frequenza dell'ordine di 1 MHz, la procedura consente di stimare variazioni di porosità dell'ordine del 0.5%, con un'accuratezza media di 0.0012.

La curva di risposta della tecnica di misura impiegata è lineare entro il 10% circa; nel caso di utilizzo della procedura per la valutazione della porosità di campioni ricavati da uno stesso componente intrinseco, è possibile linearizzare ulteriormente la risposta, in modo sperimentale, utilizzando un insieme opportuno di campioni con porosità note, all'interno dell'intervallo di interesse.

La modalità d'ispezione risulta estremamente semplice, in quanto è sufficiente appoggiare il sensore all'oggetto da esaminare, senza alcun trattamento preliminare; inoltre, eseguendo le misure in differenti posizioni è possibile ricavare agevolmente mappe di porosità di oggetti estesi: per questo scopo stiamo realizzando un sistema computerizzato con la sonda supportata da un banco di scansione, in grado di fornire in tempi contenuti mappe di porosità.

In conclusione, la tecnica può essere impiegata proficuamente in operazioni di controllo, in quanto essa è in grado di determinare in maniera precisa variazioni di porosità, sia tra campioni differenti, sia all'interno dello stesso campione; la tecnica può essere inoltre impiegata per misure assolute di porosità, nei limiti di accuratezza riportati in precedenza.

Riferimenti

- [1] Zoughi, R., "Microwave Nondestructive Testing: Theories and Applications", International Advanced in Nondestructive Testing (IANDT), vol. 15, pp. 255-288, Gordon and Breach Science Publishers, 1990.
- [2] Gray, S. Ganchev, S. Qaddoumi, N. Beauregard, G. Radford, D. Zuoghi, R., "Porosity Level Estimation in Polymer Composites Using Microwaves", Materials Evaluation, Vol. 53, no. 4, 1995.
- [3] UNI 9724/2 e UNI 9724/7
- [4] Nyfors, E. and Vainikainen, P. "Industrial Microwave Sensors", Artech House, Inc., Norwood, MA, 1989.
- [5] Looyenga, H., "Dielectric Constants of Heterogeneous Mixtures", *Physica*, Vol. 31, 1965.
- [6] Kraszewski, A., "Prediction of the Dielectric Properties of Two-Phase Mixtures", *Journal of Microwave Power*, Vol. 12, no. 3, 1977.
- [7] A. Constantine Balanis, "Antenna Theory: Analysis and Design", Wiley, 1997.
- [8] K. G. Gupta, R. Garg, I. J. Bahl, *Microstrip Lines and Slotlines*. Norwood MA: Artech House, 1979, chapters 1-2.
- [9] E. Bozzi, M. Chimenti, A. Zucchelli, "Un metodo per la caratterizzazione di materiali dielettrici, mediante misure in campo vicino con antenne a patch" Rapporto tecnico ISTI, 2005 B4-10, ottobre 2005.
- [10] Bozzi, E. Chimenti, M. Genovesi, S. Salerno, E. and Zucchelli, A., "Equipment and procedures for microwave non-destructive evaluation of lapideous materials", *IEEE Proceedings of the 13th Conference on Microwave Techniques – COMITE*, Praga, September 2005.
- [11] Manuale "Advanced Topics" – CST Microwave Studio
- [12] Antenna Handbook, Eds. Lo, Y. T. and Lee, S. W., Van Nostrand Reinhold Company, New York, 1988.