

ФИЗИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ
КАЗАНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

И.В. Лунёв, Д.В. Сараев, В.А. Гончаров, Ю.А. Гусев

**Измерение комплексной диэлектрической проницаемости методом временной
диэлектрической спектроскопии**

(учебно-методическое пособие к курсу лекций «Основы диэлектрической спектроскопии» и
«Измерения параметров веществ на радиочастотах»)

КАЗАНЬ - 2010

УДК 532.74:538.66:538.27;

Печатается по решению Редакционно-издательского совета физического факультета

И.В. Лунёв, Д.В. Сараев, В.А. Гончаров, Ю.А. Гусев Измерение комплексной диэлектрической проницаемости методом временной диэлектрической спектроскопии: Учебно-методическое пособие для магистрантов физического факультета по направлению «Электромагнитные волны в средах» к курсу лекций «Основы диэлектрической спектроскопии» и «Измерения параметров веществ на радиочастотах». Казань 2010, 17 с.

Рецензент:

Аннотация:

В методическом пособии изложены основные методы временной диэлектрической спектроскопии, рассматриваются общие принципы, их реализация в эксперименте. Обращается внимание на возможность применения методов в различных модификациях. Описана методика получения комплексной диэлектрической проницаемости на измерительной установке «Диполь».

СОДЕРЖАНИЕ

| | |
|---|----|
| Введение..... | 4 |
| 1. Общие принципы методов Временной диэлектрической спектроскопии..... | 5 |
| 2. Метод многократных отражений..... | 7 |
| 3. Метод шунтирующей сосредоточенной емкости..... | 11 |
| 4. Постановка эксперимента..... | 15 |
| 5. Порядок работы с установкой «Диполь» при измерении диэлектрической проницаемости..... | 16 |
| Литература..... | 17 |

ВВЕДЕНИЕ

Важную часть физических исследований конденсированных сред составляет изучение их электрических свойств, несущих информацию о внутреннем строении и динамике молекулярных движений. Сравнение теории с экспериментом ведется сейчас, как правило, на уровне спектров комплексной диэлектрической проницаемости и именно эта величина измеряется традиционными методами.

Получение диэлектрических спектров исследуемого вещества может быть осуществлено различными способами, наиболее распространенными в настоящее время являются частотный и временной методы. Эти методы предполагают воздействие на образец слабым электрическим полем. В частотном методе поле меняется по гармоническому закону. Во временном методе это скачок, либо импульс напряжения [1].

Частотными методами величина комплексной диэлектрической проницаемости $\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - i\varepsilon''(\omega)$ измеряется непосредственно в виде дискретного спектра на разных частотах, во временных методах спектр не является прямым результатом эксперимента, зависимость диэлектрической проницаемости от частоты получается путем математических вычислений. Что же касается ширины частотного диапазона, то нет экспериментальной установки, которая могла бы одним измерением перекрыть весь диапазон частот [2]. Наиболее перспективными методами измерения комплексной диэлектрической проницаемости, на сегодняшний день, считаются временные методы, поскольку они позволяют одним измерением перекрыть широкий частотный диапазон $10^6 \div 10^{10}$ Гц и довольно просты в реализации.

1. Общие принципы методов временной диэлектрической спектроскопии

Метод временной диэлектрической спектроскопии (ВДС) базируется на рефлектометрии: неоднородность коаксиальной линии определяется по изменению формы и амплитуды тестирующего импульса. Пока линия однородна, распространяющийся в ней импульс не изменяется, но когда в линии введена неоднородность, например диэлектрик, импульс частично отражается от поверхности воздух-диэлектрик, а часть сигнала проходит через диэлектрик[2].

Блок – схема реализации метода ВДС на рис. 1.

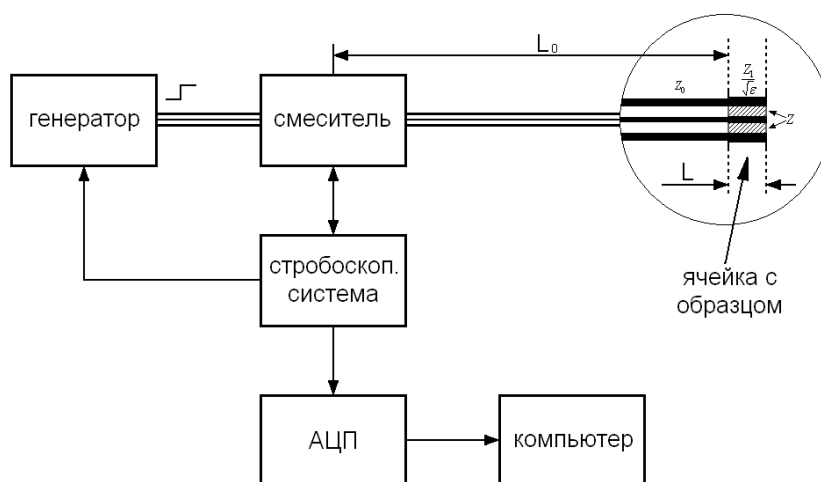


Рис.1. Блок – схема реализации метода ВДС.

Измерительная ячейка с образцом расположена на конце длинной коаксиальной линии, в которую с генератора подается скачок напряжения. Достигнув ячейки, сигнал частично отражается от границы воздух-диэлектрик, частично проходит через нее. Отраженный сигнал распространяется в обратную сторону и с некоторой задержкой во времени пропорциональной длине коаксиального тракта (от смесителя до границы раздела воздух-диэлектрик) опять попадает в смеситель. Суперпозиция падающего и отраженного сигналов, поступивших в смеситель, регистрируется стробоскопической системой, после чего оцифрованный сигнал передается на компьютер.

Выбор скачка напряжения в качестве испытательного сигнала обусловлен тем фактом, что в форме сигнала, близкой к форме функции Хевисайда содержится практически весь спектр частот необходимых для построения диэлектрического спектра.

Рассмотрим общие соотношения между падающим и отраженным сигналами используемые в методах временной диэлектрической спектроскопии. Поверхность раздела воздух - диэлектрик формально можно рассматривать как линейный пассивный четырехполюсник, преобразующий

входной сигнал $u_1(t)$ в выходной $u_2(t)$, которые связаны между собой уравнением свертки (интегралом Дюамеля):

$$u_2(t) = \int_{-\infty}^t u_1(t-t')h(t')dt', \quad (1)$$

где $h(t')$ - функция передачи четырехполюсника. В общем случае это уравнение может быть записано и в частотной области :

$$U_2(\omega) = U_1(\omega) \cdot H(\omega), \quad (2)$$

где $U_1(\omega)$, $U_2(\omega)$, $H(\omega)$ - фурье-образы $u_1(t)$, $u_2(t)$, $h(t)$, соответственно.

Функция передачи определяется следующим выражением:

$$H(\omega) = \int_{-\infty}^{\infty} h(t) \cdot e^{-i\omega t} dt. \quad (3)$$

Поскольку функция передачи $H(\omega)$ непосредственно связана с диэлектрической проницаемостью $\varepsilon(\omega)$, результаты измерений диэлектрических свойств исследуемых веществ представляются в частотной области. Уравнение (2) является во многих случаях конечной формой решения уравнения (1). Для линии с пренебрежимо малыми потерями, заполненной диэлектриком с диэлектрической проницаемостью $\varepsilon(\omega)$, волновое сопротивление определяется выражением:

$$Z_\varepsilon = \frac{Z_0}{\sqrt{\varepsilon(\omega)}}, \quad (4)$$

где Z_0 - волновое сопротивление линии без диэлектрика. В этом случае отраженный от границы образца $U_2(\omega)$ и прошедший через эту границу $U'_2(\omega)$ сигналы связаны с падающим сигналом $U_1(\omega)$ соотношениями

$$U_2(\omega) = \rho(\omega) \cdot U_1(\omega), \quad (5)$$

$$U'_2(\omega) = \tau_{12}(\omega) \cdot U_1(\omega), \quad (6)$$

где $\rho(\omega)$ и $\tau_{12}(\omega)$ - соответственно, комплексные коэффициенты отражения и прохождения. Индекс $_{1,2}$ показывает в данном случае, что передача сигнала идет из воздуха в диэлектрик. Коэффициенты $\rho(\omega)$ и $\tau_{12}(\omega)$ могут быть выражены через Z_ε и Z_0 следующим образом [4]:

$$\rho(\omega) = \frac{Z_\varepsilon - Z_0}{Z_\varepsilon + Z_0}, \quad (7)$$

$$\tau_{12}(\omega) = \frac{2Z_0}{Z_\varepsilon + Z_0} = 1 - \rho(\omega). \quad (8)$$

Из соотношений (4), (7) и (8) следует:

$$\rho(\omega) = \frac{1 - \sqrt{\varepsilon(\omega)}}{1 + \sqrt{\varepsilon(\omega)}}, \quad (9)$$

$$\tau_{12}(\omega) = \frac{2\sqrt{\varepsilon(\omega)}}{1 + \sqrt{\varepsilon(\omega)}}. \quad (10)$$

Если рассмотреть сигнал, отраженный $U_2(\omega)$ или прошедший $U'_2(\omega)$ через диэлектрический образец длиной L то их можно записать в виде

$$U_2(\omega) = S_{11}(\omega) \cdot U_1(\omega), \quad (11a)$$

$$U'_2(\omega) = S_{21}(\omega) \cdot U_1(\omega), \quad (11б)$$

где S_{ij} - элементы матрицы рассеяния, связанные с параметрами образца трансцендентными уравнениями

$$S_{11}(\omega) = \rho(\omega) \frac{1 - e^{-2ikL}}{1 - \rho^2(\omega) \cdot e^{-2ikL}}, \quad (12)$$

$$S_{21}(\omega) = \frac{[1 - \rho^2(\omega)] \cdot e^{-2ikL}}{1 - \rho^2(\omega) \cdot e^{-2ikL}}, \quad (13)$$

где L - длина образца, k – волновой вектор, c - скорость света в вакууме. Таким образом, уравнения (9), (10) и (12), (13) дают соотношения между функцией передачи $H(\omega)$ и диэлектрической проницаемостью $\varepsilon(\omega)$ для ряда методов ВДС. Далее применяя уравнение (2) записанное в виде:

$$H(\omega) = \frac{U_2(\omega)}{U_1(\omega)}, \quad (14)$$

можно определить $H(\omega)$.

2. Метод многократных отражений

Если теперь рассмотреть диэлектрик расположенный не просто в коаксиальной линии, а в отдельной ячейке, установленной на конце линии (см. рис.1), уравнения необходимо скорректировать с учетом сопротивления ячейки и подключаемой к ней нагрузки. Рассматриваемая далее теория применяется в модифицированном методе многократных отражений, но в силу своей общности может быть легко скорректирована на любой частный случай. Пусть Z_1 - волновое сопротивление пустой ячейки, Z - сопротивление, нагруженное на ячейку (т.е. последовательность такая: волновое сопротивление линии Z_0 , затем сопротивление пустой ячейки Z_1 , затем подключается сопротивление Z). Тогда

$$H(\omega) = S_{11}(\omega) = S(\omega) = \frac{U_2(\omega)}{U_1(\omega)}, \quad (15)$$

$$S(\omega) = \frac{\rho(\omega) + \rho_1(\omega) \cdot e^{-2ikL}}{1 + \rho(\omega) \cdot \rho_1(\omega) \cdot e^{-2ikL}}, \quad (16)$$

где

$$\rho(\omega) = \frac{1 - \beta \sqrt{\varepsilon^*(\omega)}}{1 + \beta \sqrt{\varepsilon^*(\omega)}} \quad (17)$$

$\beta = \frac{Z_0}{Z_1}$ - коэффициент отражения от границы раздела воздух-диэлектрик;

$$\rho_1(\omega) = \frac{Z - Z_1 \sqrt{\varepsilon^*(\omega)}}{Z + Z_1 \sqrt{\varepsilon^*(\omega)}}, \quad (18)$$

коэффициент отражения от нагрузки Z ,

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon(\omega) + \frac{\sigma}{i\omega\varepsilon_0} = \varepsilon' - i\varepsilon'' + \frac{\sigma}{i\omega\varepsilon_0}, \quad (19)$$

комплексная диэлектрическая проницаемость образца с учетом активных потерь (σ - его электропроводность, ε_0 - электрическая постоянная, равная $8,85 \cdot 10^{-12} \frac{\Phi}{\text{м}}$). Полученные соотношения верны для любого значения сопротивления Z , нагруженного на ячейку с образцом. Исходя из этого, при постановке эксперимента удобно использовать следующие варианты измерений:

1) открытая ячейка, $Z \rightarrow \infty$. Тогда получаем что $\rho_1 = 1$ и

$$S = S_\infty = \frac{\rho + e^{-2ikL}}{1 + \rho \cdot e^{-2ikL}}; \quad (20)$$

2) ячейка занимает некоторый промежуточный участок линии, нагруженной на согласованный импеданс, $Z = Z_0$ и получаем

$$S = S_{Z_0} = \rho \frac{1 - e^{-2ikL}}{1 - \rho^2 \cdot e^{-2ikL}}; \quad (21)$$

3) короткозамкнутая ячейка, $Z = 0$. Тогда

$$S = S_0 = \frac{\rho - e^{-2ikL}}{1 - \rho \cdot e^{-2ikL}}. \quad (22)$$

Ни одно из соотношений (20), (21), (22) не дает явного выражения для $\varepsilon^*(\omega)$ и для ее определения приходится использовать численные методы. Однако, комбинация измерений отраженных сигналов для открытой и короткозамкнутой ячейки (в обоих случаях заполненной образцом) позволяет существенно упростить ситуацию. Используя уравнение (17) получаем

$$\beta \cdot \sqrt{\varepsilon^*(\omega)} = \frac{1 - \rho}{1 + \rho}, \quad (23)$$

а из уравнений (20), (22) подставляя в них (17) соответственно

$$\frac{1 - S_\infty}{1 + S_\infty} = \beta \cdot \sqrt{\varepsilon^*} \cdot \text{th}(ikL), \quad (24)$$

$$\frac{1-S_0}{1+S_0} = \frac{\beta \cdot \sqrt{\varepsilon^*}}{th(ikL)}. \quad (25)$$

Объединяя эти уравнения, получаем:

$$\frac{(1-S_\infty) \cdot (1+S_0)}{(1+S_\infty) \cdot (1-S_0)} = th^2(ikL), \quad (26)$$

$$\frac{(1-S_\infty) \cdot (1-S_0)}{(1+S_\infty) \cdot (1+S_0)} = \beta^2 \cdot \varepsilon^*. \quad (27)$$

Каждое из уравнений (26) и (27) позволяет независимо вычислить комплексную диэлектрическую проницаемость по измеренным S_0 и S_∞ , причем выражение (27) дает явное выражение для $\varepsilon^*(\omega)$. Рассмотрим это выражение более подробно. Используя (15) и переходя от

записи преобразования Фурье к преобразованию Лапласа $L[x(t)] = \int_0^\infty x(t)e^{-st} dt$, где $s = \alpha + i\omega$, $\alpha \rightarrow 0$

можем записать $S_\infty = \frac{L[V_{r\infty}(t)]}{L[V_{in}(t)]}$ и $S_0 = \frac{L[V_{r0}(t)]}{L[V_{in}(t)]}$ ($V_{r\infty}$ и V_{r0} - сигналы, отраженные от ячейки с образцом в режимах холостого хода и короткого замыкания, соответственно). Используем свойство преобразования Лапласа

$$L[f_1(t) * f_2(t)] = L[f_1(t)] \cdot L[f_2(t)],$$

где $f_1(t) * f_2(t) = \int_0^t f_1(t')f_2(t-t')dt$ - свертка функций $f_1(t)$ и $f_2(t)$. Тогда из (27) получим

$$\varepsilon^*(\omega) = \frac{L[g(t)]}{L[f(t)]}, \quad (28)$$

где

$$g(t) = \frac{1}{\beta^2} [V_{in}(t) - V_{r\infty}(t)] * [V_{in}(t) - V_{r0}(t)] \quad (29)$$

и

$$f(t) = [V_{in}(t) + V_{r\infty}(t)] * [V_{in}(t) + V_{r0}(t)]. \quad (30)$$

На рис.2 схематично изображены кривые, регистрируемые стробоскопической системой в методе сосредоточенной емкости (частный случай метода многократных отражений). При подаче сигнала в линию, показания стробоскопической системы в разных режимах измерения одинаково до времени $t = \frac{2L}{c}$. Это время требуется сигналу для прохождения коаксиальной линии в прямом и обратном (отраженный сигнал) направлении. Когда отраженный сигнал возвращается, его форма зависит от неоднородности, от которой он отразился. В случае открытой (ненагруженной) линии сигнал (V_{open}) возвращается с такой же амплитудой, как и исходный, вследствие чего они складываются. Если линия короткозамкнута (V_{short}), сигнал возвращается в противоположной фазе (с

отрицательной амплитудой) и при сложении с падающим сигналом полностью его компенсирует. Если же на конце линии находится измерительная ячейка, поступающий на нее импульс в начальный момент времени «чувствует» эквивалент замкнутой линии (у начального участка ступеньки сигнала в спектре располагаются высокие частоты, для которых емкость является практически замыканием). Далее ячейка начинает заряжаться как конденсатор и поведение отраженного от нее сигнала стремится к поведению отраженного сигнала распространяющегося в открытой линии.

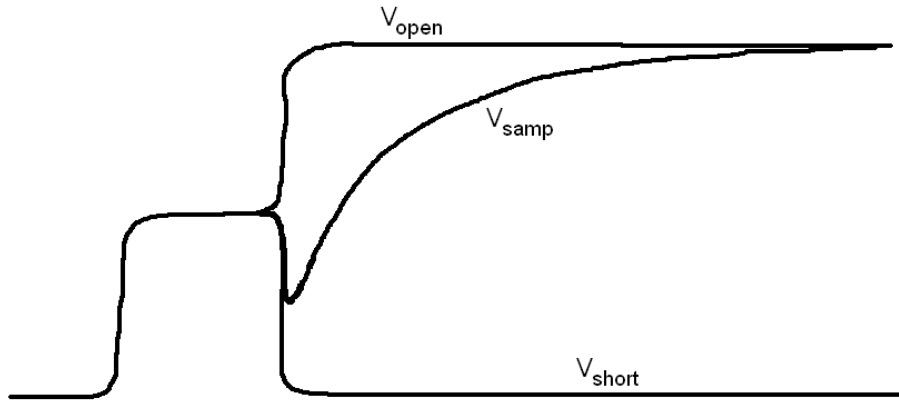


Рис.2. Сигналы регистрируемые методом сосредоточенной емкости

Наблюдаемые экспериментальные кривые можно записать через падающий и отраженный сигналы:

$$V_{open}(t) = V_{in}(t + \frac{2L_0}{c}) + V_{in}(t),$$

$$V_{samp}(t) = V_{in}(t + \frac{2L_0}{c}) + V_r(t),$$

$$V_{short}(t) = V_{in}(t + \frac{2L_0}{c}) - V_{in}(t).$$

Тогда для выражений (29) и (30) получим:

$$V_{in}(t) + V_r(t) = -V_{short}(t) + V_{samp}(t) \equiv f_2(t), \quad (31)$$

$$V_{in}(t) - V_r(t) = V_{open}(t) - V_{samp}(t) \equiv f_3(t). \quad (32)$$

Подставляя выражения (31) и (32) в (29) и (30) будем иметь окончательные формулы для вычислений:

$$g(t) = \frac{1}{\beta^2} \cdot f_{3\infty}(t) * f_{30}(t), \quad (33)$$

$$f(t) = f_{2\infty}(t) * f_{20}(t), \quad (34)$$

где, как и ранее, дополнительные индексы « ∞ » и «0» соответствуют случаям $Z \rightarrow \infty$ и $Z \rightarrow 0$. Используя соотношение

$$\varepsilon^*(\omega) = L[\dot{\bar{\varphi}}(t)], \quad (35)$$

являющееся определением функции диэлектрического отклика $\varphi(t)$

$$\dot{\bar{\varphi}}(t) = \dot{\varphi} + \frac{\sigma}{\varepsilon_0}, \quad (36)$$

(здесь σ - проводимость образца) получаем из (29):

$$\int_0^t \bar{\varphi}(t-t') \cdot \dot{f}(t') dt \equiv \bar{\varphi}(t) * \dot{f}(t) = g(t). \quad (37)$$

Численное решение этого уравнения дает функцию $\bar{\varphi}(t)$, а следовательно и величины

$$\varepsilon_\infty = \varphi(0), \quad (38)$$

$$\sigma = \dot{\bar{\varphi}}(t) \cdot \varepsilon_0, \text{ при } t \rightarrow \infty \quad (39)$$

$$\varphi(t) = \bar{\varphi}(t) - \frac{\sigma}{\varepsilon_0} \cdot t. \quad (40)$$

Для численной оценки комплексной проницаемости наряду с формулой (28) может быть использовано и соотношение (35). Если требуется определить величину $\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon(\omega) + \frac{\sigma}{i\omega\varepsilon_0}$, то

вместо $\bar{\varphi}(t)$ следует брать $\varphi(t) = \bar{\varphi} - \frac{\sigma}{\varepsilon_0} \cdot t$.

Рассмотренная модификация метода многократных отражений позволяет проводить обработку данных как в частотной, так и во временной области в самом общем виде, без каких либо предположений о форме испытательного сигнала $V_{in}(t)$ или о типе диэлектрической дисперсии в исследуемом образце. Процедура обработки сводится к численной оценке интегралов Фурье – Лапласа для известных функций времени и к численному решению уравнения типа свертки. Частотный диапазон метода многократных отражений принципиально ограничен лишь сверху – критической частотой коаксиального волновода, при которой в нем начинают возбуждаться моды, отличные от Т – волны [3].

3. Метод шунтирующей сосредоточенной емкости

Метод шунтирующей сосредоточенной емкости прост в реализации, перекрывает широкий диапазон частот, позволяет измерять $\varepsilon(\omega)$ с достаточно высокой точностью. В отличие от всех остальных методов ВСД в данном случае образец помещается не между центральным и внешним проводниками, а на срезе коаксиальной линии (рис. 3).

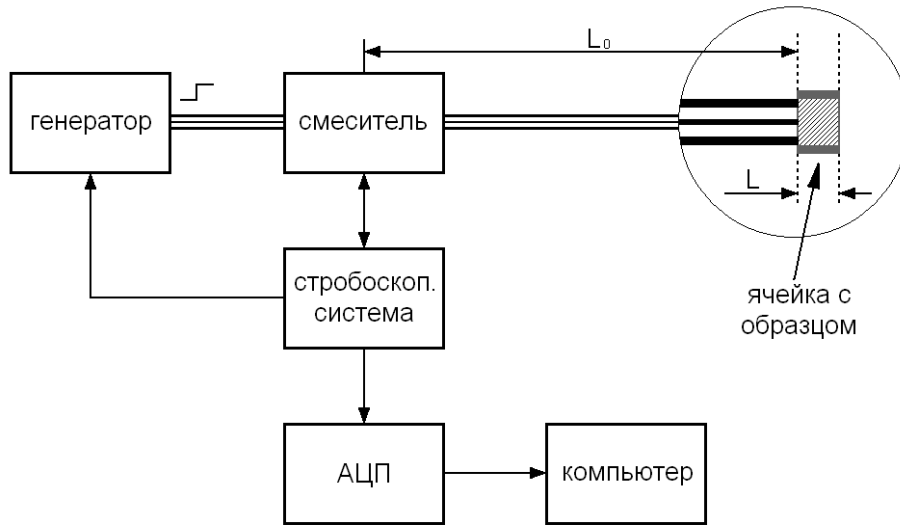


Рис.3. Блок схема установки для метода сосредоточенной емкости.

Таким образом, ячейка с образцом представляет собой шунтирующий конденсатор, подключенный к отрезку коаксиальной линии. Если пренебречь краевыми эффектами, то для непроводящих материалов импеданс ячейки Z задается выражением

$$Z = \frac{1}{i \cdot \omega \cdot \varepsilon^*(\omega) \cdot C_0}, \quad (41)$$

где C_0 - емкость пустой ячейки, верхний индекс «*» показывает что это не истинное значение проницаемости, в нее входит проводимость образца. Используя выражения (7) и (41), комплексный коэффициент отражения можно связать с $\varepsilon^*(\omega)$ следующим образом:

$$\rho(\omega) = S = \frac{1 - Z_0 \cdot C_0 \cdot i\omega \cdot \varepsilon^*(\omega)}{1 + Z_0 \cdot C_0 \cdot i\omega \cdot \varepsilon^*(\omega)}. \quad (42)$$

Решение уравнения (42) относительно $\varepsilon(\omega)$ дает значения действительной и мнимой частей комплексной диэлектрической проницаемости. Комплексный коэффициент отражения $\rho(\omega)$ входящий в выражение (42), можно вычислить по формуле (14), полагая, что $H(\omega) \equiv \rho(\omega)$. Формулу (42) можно получить как предельный случай для (20) при $|k| \cdot L \ll 1$, если учесть, что для коаксиальной ячейки $Z_0 C_0 = \frac{L}{c}$. Однако эта формула справедлива и для других конфигураций образца – например, для классического случая, когда образец помещается на торце внутреннего проводника линии под плоским электродом, соединенным с внешним проводником. Из формулы (27) получаем:

$$\varepsilon^*(\omega) = \frac{1}{i\omega \cdot C_0 \cdot Z_0} \cdot \frac{1 - S}{1 + S} = \frac{1}{i\omega \cdot C_0 \cdot Z_0} \cdot \frac{L[V_{in}(t) - V_r(t)]}{L[V_{in}(t) + V_r(t)]}. \quad (43)$$

Пользуясь соотношениями (31) и (32) (для открытой ячейки) получаем окончательное выражение для эффективной комплексной проницаемости:

$$\varepsilon^*(\omega) = \frac{L[g(t)]}{L[f(t)]}. \quad (44)$$

Оно формально совпадает с (28), но функции $g(t)$ и $f(t)$ определены иначе:

$$g(t) = \frac{1}{Z_0 C_0} \int_0^t f_3(t') dt' = \frac{1}{Z_0 C_0} \int_0^t [V_{open}(t') - V_{samp}(t')] dt', \quad (45)$$

$$f(t) = f_2(t) = V_{samp}(t) - V_{short}(t). \quad (46)$$

Уравнение (44) можно привести к виду (37), удобному для анализа данных во временной области:

$$\int_0^t \overline{\varphi}(t-t') \cdot \dot{f}(t') dt = \overline{\varphi}(t) * \dot{f}(t) = g(t), \quad (47)$$

поэтому все, что касается временной обработки данных для метода многократных отражений, остается справедливым и для случая сосредоточенной емкости.

К преимуществам метода сосредоточенной емкости следует отнести упрощение эксперимента (нет необходимости регистрировать отражение от короткозамкнутой ячейки с образцом) и некоторое уменьшение объема вычислений по сравнению с комбинированным методом многократных отражений.

Принципиальным условием, накладываемым на метод, является условие сосредоточенности емкости: $d \ll \frac{c}{\varepsilon(\omega_s) \cdot \nu_s}$ (где d - наибольший линейный размер измерительной ячейки, $\nu_s = \frac{\omega_s}{2\pi}$ - верхняя граница интересующего нас частотного диапазона, ε - диэлектрическая проницаемость исследуемого образца, c - скорость света в вакууме) Иными словами геометрические размеры ячейки должны быть много меньше длины волны исследуемого сигнала. На область нижних частот так же накладывается ограничение, связанное с величиной $\nu_n \sim \frac{0.1}{\tau_c}$, где $\tau_c = Z_0 C_0 \varepsilon_s$. Это ограничение связано с тем, что при $t \geq 10\tau_c$ функция разности $V_{open}(t)$ и $V_{samp}(t)$ спадая экспоненциально с показателем τ_c , становится весьма малой по сравнению со своими начальными значениями. Это предъявляет трудно реализуемые требования к динамическому диапазону регистрирующей аппаратуры, стабильности базовой линии и коэффициенту передачи измерительной системы. Даже небольшая ошибка в определении $V_{open}(t)$ и $V_{samp}(t)$ может привести к появлению кажущейся проводимости и даже «отрицательной проводимости» исследуемого образца. Величина же емкости C_0 ограничена, во-первых, тем же условием квазистационарности поля в ячейке (т.к. $C_0 \sim d$), во-вторых – ухудшением точности на высоких частотах при увеличении τ_c [3].

Метод сосредоточенной емкости позволяет измерять параметры диэлектриков в диапазоне $10^6 \div 10^{10}$ Гц. Такой диапазон можно перекрыть одним измерением, оптимально подбирая емкость измерительной ячейки. Существенным отличием от метода многократных отражений является малое количество исследуемого образца необходимого для постановки эксперимента. Так же следует отметить возможность измерения образцов, проводящих на низких частотах, возможность интерпретации результатов непосредственно во временной области.

4. Постановка эксперимента

Далее рассмотрим реализацию метода сосредоточенной емкости как наиболее простого и часто используемого при постановке эксперимента по измерению комплексной диэлектрической проницаемости методами ВДС.

Комплексный коэффициент отражения Γ определяется по временным сигналам, отраженным от измерительной ячейки (ИЯ) с образцом и от опорных объектов. При использовании в качестве опорных объектов короткозамыкателя (КЗ) и согласованной нагрузки (СН) имеем

$$\Gamma(i\omega) = -\frac{F[U_0(t) - U_{CH}(t)]}{F[U_{KЗ}(t) + U_{CH}(t)]}, \quad (48)$$

где $F[*]$ -преобразование Фурье; U_0 , $U_{KЗ}$, U_{CH} - сигналы, отраженные от ИЯ с диэлектриком, КЗ и СН соответственно. СН применяется непосредственно для определения нулевой линии прибора, а КЗ для нахождения падающей волны. Диэлектрическая проницаемость непроводящих диэлектриков при использовании метода конечной емкости определяется формулой:

$$\varepsilon(i\omega) = \frac{1}{i\omega C_0 Z_0} \frac{1 - \Gamma(i\omega)}{1 + \Gamma(i\omega)}. \quad (49)$$

При определении комплексного Γ в соответствии с выражением (49) необходимо для измерения падающей волны в точке подключения емкости организовать режим короткого замыкания и измерить сигнал $U_{KЗ}(t)$. Однако, на результаты измерения влияют неоднородности конструкции ячейки, поскольку точка падения на диэлектрик скачка напряжения может не совпадать с точкой подключения короткозамыкателя. Во избежание этого в качестве опорного объекта можно использовать ИЯ, заполненную диэлектриком с известной проницаемостью. В этом случае для определения Γ используется формула:




$$\Gamma(i\omega) = -\frac{F[U_0(t) - U_{CH}(t)]}{F[U_{оп}(t) + U_{CH}(t)]} \frac{(1 - i\omega C_0 Z_0 \varepsilon_{оп}(\omega))}{(1 + i\omega C_0 Z_0 \varepsilon_{оп}(\omega))}, \quad (50)$$


где $U_{оп}(t)$ - сигнал, отраженный от емкости с опорным диэлектриком, $\varepsilon_{оп}(\omega)$ - диэлектрическая проницаемость опорного диэлектрика. Опорный диэлектрик обычно выбирается таким образом, чтобы в измеряемом частотном диапазоне $\varepsilon_{оп}(\omega) = const$.


Для реализации приведенных выше вычислений существует программное обеспечение позволяющее получать диэлектрические спектры используя тот или иной метод измерений.

5. Порядок работы с установкой «Диполь» при измерении диэлектрической проницаемости

Приведем порядок работы при использовании измерительной установки «Диполь» и стандартного программного обеспечения.

- 1) До начала работы ознакомьтесь с описанием измерительной установки «Диполь».
- 2) Включите установку и прогрейте ее не менее 20 минут.
- 3) Запустите программу «toscoll.exe».
- 4) Произведите калибровку измерительной установки нажатием кнопки  (утоплена).
- 5) Найдите сигнал, отраженный от конца кабеля на экране: задержкой и разверткой (используя оси прокрутки окна программы) установите его близко к нулевой отметке по оси ординат. Установите ширину временного окна достаточную для того чтобы наблюдать изменение его формы за время прохождения коаксиальной линии (и соответственно установление равновесного положения после отражения от образца).
- 6) Включите режим измерения диэлектрической проницаемости кнопкой .
- 7) Выберите режим измерений (метод концевой емкости или разностный метод концевой емкости)
- 8) Установите сигнал нулевой линии. Для этого к концу кабеля нужно привинтить согласованную нагрузку. Поставьте значения усреднения 128 накоплений. Далее нужно «запомнить» сигнал, для этого нажмите кнопку .
- 9) Дальнейшие действия зависят от выбора метода измерений.
 - а) **1 метод (концевой емкости)**

Запишите зондирующий сигнал. Для этого нужно установить короткое замыкание линии в месте, где будет находиться образец. Дождавшись установления сигнала «запоминаем» его кнопкой .
 - б) **2 метод (концевой емкости разностный)**

Запишите опорный сигнал. Для этого установите ячейку с калибровочным веществом чтобы выставить емкости C_0 и C_c . После установления сигнала «запомните» его кнопкой .
- 10) Запишите отраженный сигнал. Для этого в ячейку поместите изучаемый объект, после чего проведите измерение и «запомните» его.
- 11) Включите кнопку «Диэлектрическая проницаемость» для наблюдения спектра.

Литература

1. Yu. Feldman. Time-domain dielectric spectroscopy: An advanced measuring system / Yu. Feldman, A. Andrianov, E. Polygalov, I. Ermolina, G. Romanychev, Yu. Zuev, B. Milgotin // Rev. Sci. Instrum. 67 (9), September, 1996.-P. 3208-3216.
2. Ахадов Я.Ю. Диэлектрические параметры чистых жидкостей / Я. Ю. Ахадов. // Справочник. - Москва, МАИ, 1999. –854 с.
3. Гончаров В.А. Флуктуационная и импульсная диэлектрометрия и молекулярное движение в жидких кристаллах / Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук, КФТИ им. Е.К. Завойского КФ АН СССР, 1986. – 123 с.
4. Лунев И.В. Структурные переходы в дипольной ориентационной подвижности водородосвязанных растворов: Дис...канд. физ.– мат. Наук.–Казань, 2007. – 132 с.