

ФИЗИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ
КАЗАНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

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

**Изучение диэлектрических параметров конденсированных сред с использованием
высокоимпедансного активного пробника**

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

Казань 2010

Печатается по решению Редакционно-издательского совета физического факультета

УДК 532.74:538.66:538.27;

И.В. Лунёв, Д.В. Сараев, В.А. Гончаров, Гусев Ю.А. Исследование диэлектрических характеристик конденсированных сред с использованием высокоимпедансного активного пробника. 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, 26 с.

Рецензент:

Д.т.н. профессор кафедры физики молекулярных систем КГУ, Ларионов В.М.

Аннотация:

В методическом пособии изложены основные методы временной диэлектрической спектроскопии. Рассматриваются общие положения, их реализация в эксперименте. Предлагается временной диэлектрический спектрометр, который имеет широкий рабочий частотный диапазон 10^{-1} Гц ÷ 10^{10} Гц. Главной особенностью прибора является использование активного пробника с большим (~ 10 МОм и более) входным сопротивлением, что позволяет свести к минимуму шунтирующее влияние коаксиального тракта на исследуемый образец. Описана методика расчета функции диэлектрического отклика с использованием высокоимпедансного активного пробника.

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	4
1. Методы временной диэлектрической спектроскопии.....	4
1.1. Общие принципы методов временной диэлектрической спектроскопии.....	4
1.2. Метод многократных отражений.....	8
1.3. Метод шунтирующей сосредоточенной емкости.....	13
2. Временной диэлектрический спектрометр на базе активного пробника.....	18
2.1. Реализация вычислений.....	22
ЗАДАНИЕ.....	25
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	26

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, так как именно эта величина измеряется традиционными частотными методами. Однако с развитием импульсных методов становится более естественным интерпретировать результаты эксперимента с помощью аппарата временных дипольных корреляционных функций (ДКФ), несущих прямую информацию о динамических диэлектрических свойствах веществ. Преимуществом импульсных методов является быстрота измерений, малое количество образца, требуемое для проведения измерений, возможность измерения образцов проводящих на низких частотах, возможность интерпретации результатов непосредственно во временной области.

В последнее время среди импульсных методов наиболее широкое распространение получил метод сосредоточенной емкости, как наиболее простой в реализации. Однако он имеет ряд недостатков, главным из которых является шунтирующее влияние коаксиальной линии (волновое сопротивление 50 Ом) на исследуемый образец, что ограничивает нижнюю границу рабочего частотного диапазона до 10^6 Гц.

Разработанный авторами временной диэлектрический спектрометр не имеет этого недостатка, что позволяет расширить рабочий частотный диапазон. Главной особенностью прибора является использование активного пробника с большим (~ 10 МОм и более) входным сопротивлением, что сводит к минимуму шунтирующее влияние коаксиального тракта на исследуемый образец. Следует отметить, что на базе такого пробника возможна реализация не только импульсных, но и флуктуационных методов измерения комплексной диэлектрической проницаемости и функции диэлектрического отклика. Прибор имеет широкий рабочий диапазон частот (10^{-1} Гц \div 10^{10} Гц), что позволяет изучать релаксационные процессы, обусловленные как коллективными, так и индивидуальными движениями молекул вещества.

Методы временной диэлектрической спектроскопии

1.1. Общие принципы методов временной диэлектрической спектроскопии

Метод временной диэлектрической спектроскопии (ВДС) базируется на рефлектометрии, суть которой заключается в том, что неоднородность коаксиальной линии определяется по изменению формы тестирующего импульса напряжения. Пока линия однородна, импульс не изменяется, но когда в линии введена неоднородность, например диэлектрик, импульс частично отражается от поверхности воздух-диэлектрик, а часть сигнала проходит через диэлектрик.

Блок – схема реализации метода ВДС представлена на рис. 1.1.

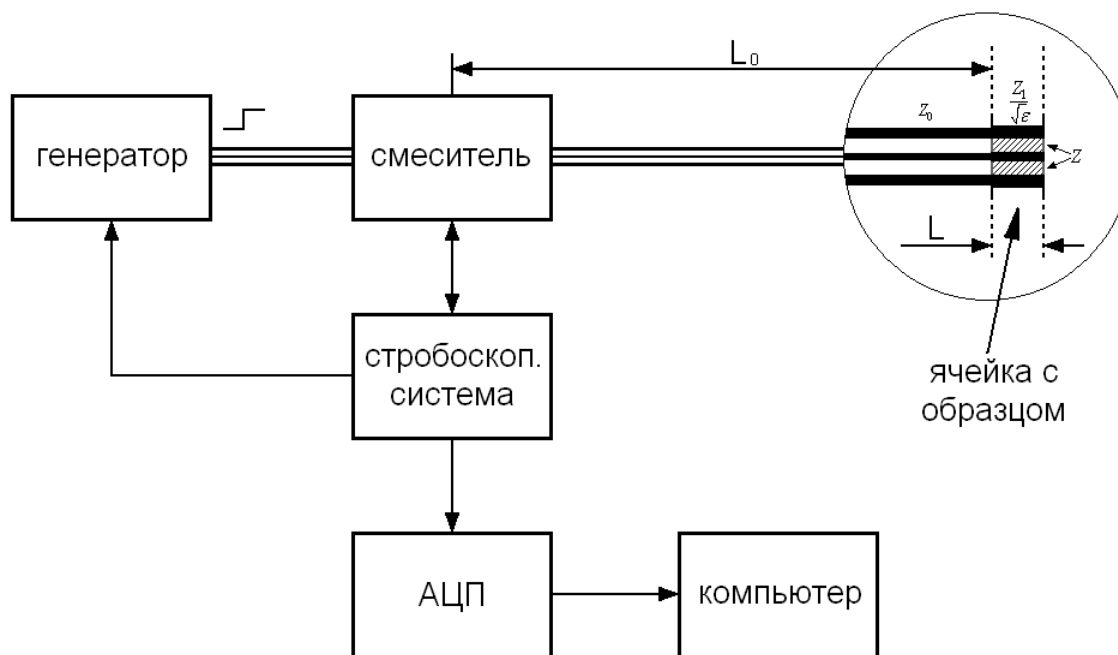


Рис. 1.1 Блок – схема реализации метода ВДС.

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), вновь приходит в смеситель. Суперпозиция падающего и отраженного сигналов, поступивших в

смеситель, регистрируется стробоскопической системой, после чего оцифровывается и передается на компьютер.

Рассмотрим соотношение между падающим и отраженным сигналами в общем случае, не привязываясь пока к конкретному методу. Пусть часть коаксиальной линии частично заполнена диэлектриком. Поверхность раздела воздух-диэлектрик формально можно рассматривать как пассивный линейный четырехполюсник, преобразующий входной сигнал $u_1(t)$ в выходной $u_2(t)$, которые связаны между собой уравнением свертки (интегралом Дюамеля) :

$$u_2(t) = \int_{-\infty}^t u_1(t-t')h(t')dt' , \quad (1.1)$$

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

$$U_2(\omega) = U_1(\omega) \cdot H(\omega) , \quad (1.2)$$

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:

$$H(\omega) = \int_{-\infty}^{\infty} h(t) \cdot e^{-i\omega t} dt . \quad (1.3)$$

Поскольку $H(\omega)$ непосредственно связана с комплексной диэлектрической проницаемостью $\varepsilon^*(\omega)$, результаты измерений диэлектрических свойств исследуемых веществ принято представлять в частотной области. Уравнение (1.2) является во многих случаях конечной формой решения уравнения (1.1). Для линии с пренебрежимо малыми потерями, заполненной диэлектриком с диэлектрической проницаемостью $\varepsilon(\omega)$, волновое сопротивление определяется выражением

$$Z_\varepsilon = \frac{Z_0}{\sqrt{\varepsilon(\omega)}} , \quad (1.4)$$

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

$$U_2(\omega) = \rho(\omega) \cdot U_1(\omega), \quad (1.5)$$

$$U'_2(\omega) = \tau_{12}(\omega) \cdot U_1(\omega), \quad (1.6)$$

где $\rho(\omega)$ и $\tau_{12}(\omega)$ – соответственно, комплексные коэффициенты отражения и прохождения. Индекс $_{12}$ показывает, что передача сигнала идет из воздуха в диэлектрик. $\rho(\omega)$ и $\tau_{12}(\omega)$ могут быть выражены через Z_ε и Z_0 следующим образом:

$$\rho(\omega) = \frac{Z_\varepsilon - Z_0}{Z_\varepsilon + Z_0}, \quad (1.7)$$

$$\tau_{12}(\omega) = \frac{2Z_0}{Z_\varepsilon + Z_0} = 1 - \rho(\omega). \quad (1.8)$$

Из соотношений (1.4), (1.7) и (1.8) следует:

$$\rho(\omega) = \frac{1 - \sqrt{\varepsilon(\omega)}}{1 + \sqrt{\varepsilon(\omega)}}, \quad (1.9)$$

$$\tau_{12}(\omega) = \frac{2\sqrt{\varepsilon(\omega)}}{1 + \sqrt{\varepsilon(\omega)}}. \quad (1.10)$$

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

$$U_2(\omega) = S_{11}(\omega) \cdot U_1(\omega), \quad (1.11a)$$

$$U'_2(\omega) = S_{21}(\omega) \cdot U_1(\omega), \quad (1.11b)$$

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

$$S_{11}(\omega) = \rho(\omega) \frac{1 - e^{-2ikL}}{1 - \rho^2(\omega) \cdot e^{-2ikL}}, \quad (1.12)$$

$$S_{21}(\omega) = \frac{[1 - \rho^2(\omega)] \cdot e^{-2ikL}}{1 - \rho^2(\omega) \cdot e^{-2ikL}}, \quad (1.13)$$

где L - длина образца, $k = k + ik' = \frac{\omega\sqrt{\varepsilon(\omega)}}{c}$, c - скорость света в вакууме. Таким образом, уравнения (1.9), (1.10) и (1.12), (1.13) дают соотношения между функцией передачи $H(\omega)$ и диэлектрической проницаемостью $\varepsilon(\omega)$ для ряда методов ВДС. Далее применяя уравнение (1.2) записанное в виде

$$H(\omega) = \frac{U_2(\omega)}{U_1(\omega)}, \quad (1.14)$$

можно определить $H(\omega)$.

1.2 Метод многократных отражений

Если теперь рассмотреть диэлектрик расположенный не просто в коаксиальной линии, а в отдельной ячейке, установленной в виде шунтирующей емкости (см. рис.1.1), уравнения необходимо скорректировать с учетом сопротивления измерительной 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 [2]. Пусть Z_l - волновое сопротивление пустой ячейки, Z -сопротивление, нагруженное на ячейку. Тогда

$$H(\omega) = S_{11}(\omega) = S(\omega) = \frac{U_2(\omega)}{U_1(\omega)}, \quad (1.15)$$

$$S(\omega) = \frac{\rho(\omega) + \rho_1(\omega) \cdot e^{-2ikL}}{1 + \rho(\omega) \cdot \rho_1(\omega) \cdot e^{-2ikL}}, \quad (1.16)$$

где

$$\rho(\omega) = \frac{1 - \beta \sqrt{\varepsilon^*(\omega)}}{1 + \beta \sqrt{\varepsilon^*(\omega)}}, \quad (1.17)$$

$\rho(\omega)$ -коэффициент отражения от границы раздела воздух-диэлектрик, $\beta = Z_0/Z_l$;

$$\rho_1(\omega) = \frac{Z - Z_l \sqrt{\varepsilon^*(\omega)}}{Z + Z_l \sqrt{\varepsilon^*(\omega)}}, \quad (1.18)$$

$\rho_1(\omega)$ - коэффициент отражения от нагрузки Z ,

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon(\omega) + \frac{\sigma}{i\omega\varepsilon_0} = \varepsilon' - i\varepsilon'' + \frac{\sigma}{i\omega\varepsilon_0}, \quad (1.19)$$

$\varepsilon^*(\omega)$ - комплексная диэлектрическая проницаемость образца, с учетом активных потерь (σ -электропроводность, ε_0 - электрическая постоянная, равная $8,85 \cdot 10^{-12}$ Ф/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 $\rho_l = 1$ и

$$S = S_\infty = \frac{\rho + e^{-2ikL}}{1 + \rho \cdot e^{-2ikL}}; \quad (1.20)$$

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

$$S = S_{Z_0} = \rho \frac{1 - e^{-2ikL}}{1 - \rho^2 \cdot e^{-2ikL}}; \quad (1.21)$$

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

$$S = S_0 = \frac{\rho - e^{-2ikL}}{1 - \rho \cdot e^{-2ikL}}; \quad (1.22)$$

Ни одно из соотношений (1.20), (1.21), (1.22) не дает выражения для $\varepsilon^*(\omega)$, 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 (1.17) получаем

$$\beta \cdot \sqrt{\varepsilon^*(\omega)} = \frac{1 - \rho}{1 + \rho}, \quad (1.23)$$

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

$$\frac{1 - S_\infty}{1 + S_\infty} = \beta \cdot \sqrt{\varepsilon^*} \cdot th(ikL), \quad (1.24)$$

$$\frac{1 - S_0}{1 + S_0} = \frac{\beta \cdot \sqrt{\varepsilon^*}}{th(ikL)}. \quad (1.25)$$

Объединяя эти уравнения, получаем:

$$\frac{(1 - S_\infty) \cdot (1 + S_0)}{(1 + S_\infty) \cdot (1 - S_0)} = th^2(ikL), \quad (1.26)$$

$$\frac{(1 - S_\infty) \cdot (1 - S_0)}{(1 + S_\infty) \cdot (1 + S_0)} = \beta^2 \cdot \varepsilon^*. \quad (1.27)$$

Каждое из уравнений (1.26) и (1.27) позволяет независимо вычислить комплексную диэлектрическую проницаемость по измеренным S_0 и S_∞ , причем выражение (1.27) дает явное выражение для $\varepsilon^*(\omega)$. Рассмотрим это выражение более подробно. Используя (1.15) и переходя от записи преобразования Фурье к преобразованию Лапласа

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

можем записать

$$S_\infty = \frac{L[V_{r\infty}(t)]}{L[V_{in}(t)]} \quad \text{и} \quad S_0 = \frac{L[V_{r0}(t)]}{L[V_{in}(t)]}$$

($V_{r\infty}$ 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 $f_1(t) * f_2(t) = \int_0^t f_1(\tau)f_2(t-\tau)d\tau$ - свертка функций $f_1(t)$ и $f_2(t)$. Тогда из (2.27) получим

$$\varepsilon^*(\omega) = \frac{L[g(t)]}{L[f(t)]}, \quad (1.28)$$

где

$$g(t) = \frac{1}{\beta^2} [V_{in}(t) - V_{r\infty}(t)] * [V_{in}(t) - V_{r0}(t)] \quad (1.29)$$

и

$$f(t) = [V_{in}(t) + V_{r\infty}(t)] * [V_{in}(t) + V_{r0}(t)]. \quad (1.30)$$

На рис.1.2 для примера схематично изображены кривые, снимаемые стробоскопической системой в методе сосредоточенной емкости. После подачи сигнала в систему до времени $t=2L/c$ кривые совпадают. Это время требуется сигналу для прохождения коаксиальной линии в прямом и обратном (отраженный сигнал) направлении. 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 исходным полностью его компенсирует. Если же на конце линии находится измерительная ячейка, то поступающий на нее импульс сначала «чувствует» замкнутую линию (у начального участка ступеньки напряжения в Фурье

спектре которой расположены высокие частоты, для которых емкость является практически замыканием). Далее, ячейка в виде конденсатора начинает заряжаться и поведение отраженного от нее сигнала стремится к поведению отраженного сигнала в открытой линии.

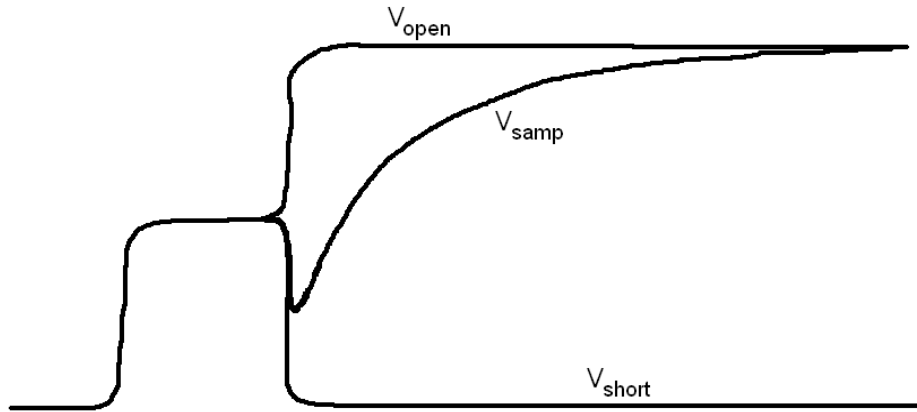


Рис.1.2. Типичный вид сигналов получаемых в методе сосредоточенной емкости.

Наблюдаемые экспериментальные кривые можно записать через падающий и отраженный сигналы:

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

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

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

тогда для выражений (1.29) и (1.30) получим:

$$V_{in}(t) + V_r(t) = -V_{short}(t) + V_{samp}(t) \equiv f_2(t) \quad , \quad (1.31)$$

$$V_{in}(t) - V_r(t) = V_{open}(t) - V_{samp}(t) \equiv f_3(t) \quad . \quad (1.32)$$

Подставляя выражения (1.31) и (1.32) в (1.29) и (1.30) будем иметь окончательные формулы для вычислений:

$$g(t) = \frac{1}{\beta^2} \cdot f_{3\infty}(t) * f_{30}(t) \quad , \quad (1.33)$$

$$f(t) = f_{2\infty}(t) * f_{20}(t) \quad , \quad (1.34)$$

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

Используя соотношение

$$\varepsilon^*(\omega) = L[\dot{\bar{\varphi}}(t)] \quad , \quad (1.35)$$

являющееся, по существу, определением функции диэлектрического отклика $\bar{\varphi}(t)$

$$\dot{\bar{\varphi}}(t) = \dot{\varphi} + \frac{\sigma}{\varepsilon_0} \quad , \quad (1.36)$$

получаем из (1.29):

$$\int_0^t \bar{\varphi}(t-t') \cdot \dot{f}(t') dt \equiv \bar{\varphi}(t) * \dot{f}(t) = g(t) \quad . \quad (1.37)$$

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

$$\varepsilon_\infty = \varphi(0) \quad , \quad (1.38)$$

$$\sigma = \dot{\bar{\varphi}}(t) \cdot \varepsilon_0 \quad \text{при } t \rightarrow \infty \quad , \quad (1.39)$$

$$\varphi(t) = \bar{\varphi} - \frac{\sigma}{\varepsilon_0} \cdot t \quad . \quad (1.40)$$

Для численной оценки комплексной проницаемости наряду с формулой (1.28) может быть использовано и соотношение (1.35).

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 [1].

1.3. Метод шунтирующей сосредоточенной емкости

Для упрощения эксперимента и последующих вычислений можно прибегнуть к некоторым приближениям в теории. Для этого считаем, что геометрические размеры ячейки малы по сравнению с длиной волны падающего сигнала. Тогда можно в уравнениях ячейку считать сосредоточенной емкостью. Метод шунтирующей сосредоточенной емкости прост в реализации, покрывает широкий диапазон частот и позволяет измерять $\varepsilon(\omega)$ с достаточно высокой точностью [2]. В отличие от всех остальных методов ВСД в данном случае образец помещается не между центральным и внешним проводниками, а на торце центрального проводника коаксиальной линии (рис. 1.3).

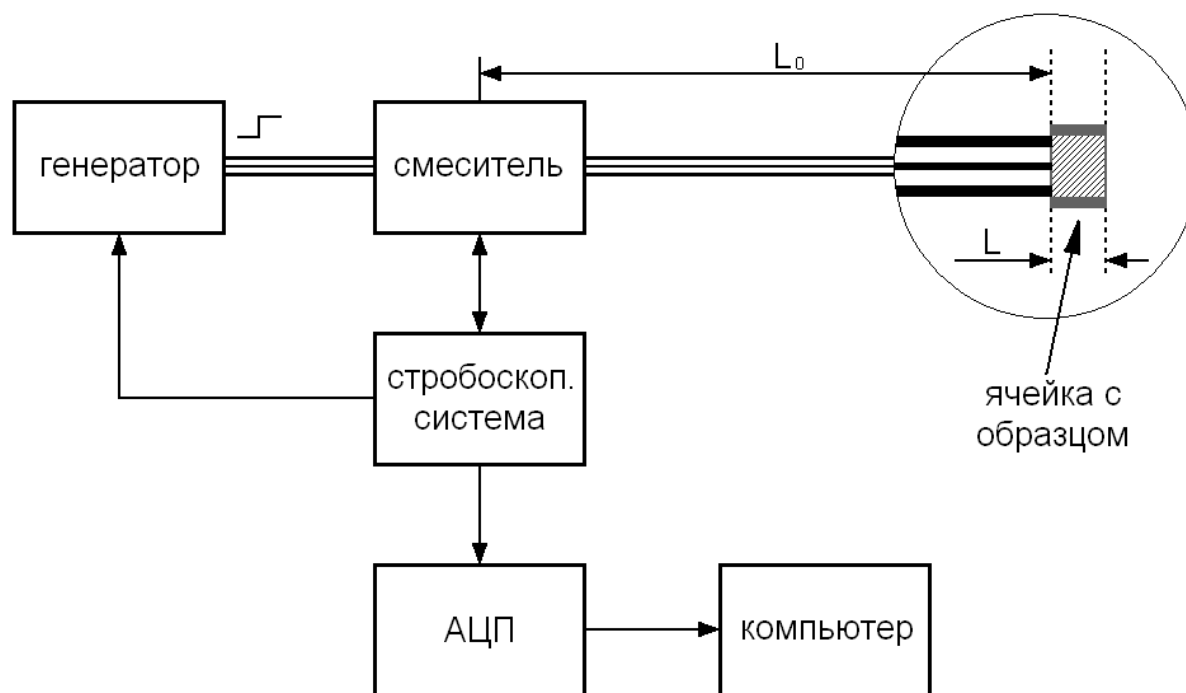


Рис. 1.3. Блок схема установки для реализации метода сосредоточенной емкости.

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

$$Z = \frac{1}{i \cdot \omega \cdot \varepsilon^*(\omega) \cdot C_0} \quad , \quad (1.41)$$

где C_0 - емкость пустой ячейки. Используя выражения (1.7) и (1.41), комплексный коэффициент отражения можно связать с $\varepsilon^*(\omega)$ следующим образом:

$$\rho(\omega) = S = \frac{1 - Z_0 \cdot C_0 \cdot i\omega \cdot \varepsilon^*(\omega)}{1 + Z_0 \cdot C_0 \cdot i\omega \cdot \varepsilon^*(\omega)}, \quad (1.42)$$

решение уравнения (1.42) относительно $\varepsilon^*(\omega)$ даёт значения действительной и мнимой частей комплексной диэлектрической проницаемости. Комплексный коэффициент отражения $\rho(\omega)$ входящий в выражение (1.42), можно вычислить по формуле (1.14), полагая что $H(\omega) \equiv \rho(\omega)$. Формулу (1.42) можно получить как предельный случай для (1.20) при $|k| \cdot L \ll 1$, если учесть, что для коаксиальной ячейки $Z_0 C_0 = L/c$. 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 (1.27) получаем:

$$\varepsilon^*(\omega) = \frac{1}{i\omega \cdot C_0 \cdot Z_0} \cdot \frac{1 - S}{1 + S} = \frac{1}{i\omega \cdot C_0 \cdot Z_0} \cdot \frac{L[V_{in}(t) - V_r(t)]}{L[V_{in}(t) + V_r(t)]}. \quad (1.43)$$

Пользуясь соотношениями (1.31) и (1.32) (для открытой ячейки) получаем окончательное выражение для эффективной комплексной проницаемости:

$$\varepsilon^*(\omega) = \frac{L[g(t)]}{L[f(t)]}. \quad (1.44)$$

Оно формально совпадает с (2.28), но функции $g(t)$ и $f(t)$ определены иначе:

$$g(t) = \frac{1}{Z_0 C_0} \int_0^t f_3(t') dt' = \frac{1}{Z_0 C_0} \int_0^t [V_{open}(t') - V_{samp}(t')] dt' , \quad (1.45)$$

$$f(t) = f_2(t) = V_{samp}(t) - V_{short}(t) . \quad (1.46)$$

Уравнение (1.44) можно привести к виду (1.37), удобному для анализа данных во временной области:

$$\int_0^t \bar{\varphi}(t-t') \cdot \dot{f}(t') dt = \bar{\varphi}(t) * \dot{f}(t) = g(t) , \quad (1.47)$$

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

получить и более простым способом, не прибегая к частному приближению метода многократных отражений. Для этого надо ячейку с образцом рассматривать как конденсатор с емкостью $\varepsilon^*(\omega) \cdot C_0$, где $\varepsilon^*(\omega)$ является диэлектрической проницаемостью, а C_0 - емкость пустого конденсатора, которая может быть вычислена из его геометрических параметров. Полный ток через проводящий диэлектрик составляется из тока зарядки конденсатора $I_Q(t)$ и низкочастотного тока утечки между конденсаторными электродами $I_R(t)$. Для конфигурации, представленной на рис.1.3, скачок напряжения $V_0(t)$ (функция Хевисайда) достигает смесителя, где также регистрируется сигнал $R(t)$, отраженный от диэлектрического образца. Сигнал $R(t)$ идет в смеситель с задержкой времени, соответствующей двойной длине коаксиальной линии от прибора до воздушно-диэлектрической границы.

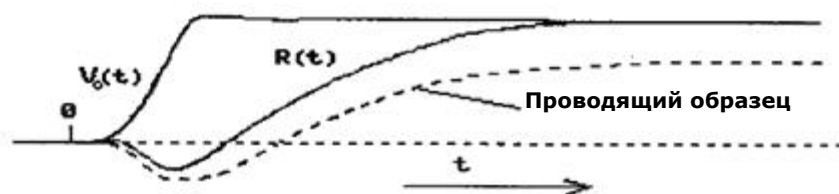


Рис. 1.4. Характерная форма сигнала, зарегистрированного в течение эксперимента ВДС. V_0 - падающий импульс; $R(t)$ - отраженный сигнал.

В общем случае для идеальной системы напряжение, приложенное к измерительной ячейке: $V(t) = R(t) + V_0(t)$ где $V_0(t)$ и $R(t)$ падающий и отраженный сигналы соответственно (рис. 1.4). Выражение для тока, текущего через ячейку, будет

$$I(t) = \frac{V_0(t) - R(t)}{Z_0}, \quad (1.48)$$

где Z_0 характеристическое сопротивление пустой линии. Активное сопротивление ячейки с образцом по постоянному току, есть

$$r = \lim_{t \rightarrow \infty} \frac{V(t)}{I(t)} = Z_0 \lim_{t \rightarrow \infty} \frac{V_0(t) + R(t)}{V_0(t) - R(t)}, \quad (1.49)$$

и ток проводимости

$$I_R(t) = \frac{V(t)}{r} = \frac{V_0(t) + R(t)}{Z_0} \lim_{t \rightarrow \infty} \frac{V_0(t) - R(t)}{V_0(t) + R(t)} \quad (1.50)$$

Таким образом, полный ток через ячейку с образцом

$$I_Q(t) = \frac{1}{Z_0} \left[(V_0(t) - R(t)) - (V_0(t) + R(t)) \times \lim_{t \rightarrow \infty} \frac{V_0(t) - R(t)}{V_0(t) + R(t)} \right] \quad (1.51)$$

Уравнения (1.48) и (1.51) представляют основные уравнения, связанные с экспериментально зарегистрированными сигналами. Заряд $Q(t)$ конденсатора, заполненного образцом, связан с диэлектрической функцией отклика $\varphi(t)$ и приложенным к конденсатору напряжением $V(t)$ соотношением

$$Q(t) = C_0 \cdot \left(\varepsilon_\infty V(t) + \int_0^t \dot{\varphi}(t-t') \cdot V(t') dt' \right) \quad (1.52)$$

где C_0 - емкость пустой ячейки. Поскольку $Q(t) = \int_0^t I(t') dt'$, и комплексная диэлектрическая

проницаемость есть

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon_\infty + \int_0^\infty \varphi(t) \cdot \exp(-i\omega t) dt \quad ,$$

имеем:

$$\varepsilon^*(\omega) = \frac{1}{i\omega C_0 Z_0} \cdot \frac{L(V_0(t) - R(t))}{L(V_0(t) + R(t))} \quad (1.53)$$

где L - оператор преобразования Лапласа.

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.

Основным условием, накладываемым на метод, является условие сосредоточенности емкости: $d \ll c/(\varepsilon^*(\omega_\varepsilon) \cdot v_\varepsilon)$ (где d - наибольший линейный размер измерительной ячейки, $v_\varepsilon = \omega_\varepsilon / 2\pi$ - верхняя граница интересующего нас частотного диапазона, ε - диэлектрическая проницаемость исследуемого образца, c - скорость света в вакууме). На область нижних частот так же

накладывается ограничение, связанное с величиной $v_n \sim \frac{0.1}{\tau_c}$, где $\tau_c = Z_0 C_0 \varepsilon_s$. Это ограничение обусловлено 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 . Помимо указанных ограничений, накладываемых установкой и спецификой метода, следует учитывать неидеальность формы зондирующего сигнала. Практически невозможно реализовать ступеньку напряжения совпадающую по форме с функцией Хевисайда. Проблема заключается в формировании переднего фронта импульса, в Фурье-спектре которого как раз и содержатся высокие частоты. Получение достаточно крутого ровного фронта нарастания сигнала может быть определяющим фактором при анализе частотного диапазона, в котором исследуется диэлектрик.

Метод сосредоточенной емкости позволяет измерять параметры диэлектриков в диапазоне $10^6 - 10^{10}$ Гц. Такой диапазон можно перекрыть двумя тремя измерениями, варьируя емкость измерительной ячейки. Из прочих преимуществ можно отметить малое количество вещества, требуемое для изготовления образца, возможность измерения образцов проводящих на низких частотах, возможность интерпретации результатов непосредственно во временной области.

Предлагаемый в настоящем методическом пособии временной диэлектрический спектрометр позволяет существенно расширить измеряемый частотный диапазон. Главной особенностью прибора является использование активного пробника с большим (~ 10 МОм и более) входным сопротивлением, что позволяет свести к минимуму шунтирующее влияние коаксиального тракта на исследуемый образец. Следует отметить, что на базе такого пробника возможна реализация не только импульсных, но и флуктуационных методов измерения

комплексной диэлектрической проницаемости и функции диэлектрического отклика. Прибор имеет весьма широкий рабочий диапазон (10^{-1} Гц ÷ 10^{10} Гц), что позволяет изучать релаксационные процессы, обусловленные как коллективными, так и индивидуальными молекулярными движениями.

2. Временной диэлектрический спектрометр на базе активного пробника

Измерительный блок спектрометра (пробник) построен на основе ёмкостного делителя напряжения C_1C_2 и усилительного каскада на транзисторе с барьером Шоттки [3] (рис. 2.1).

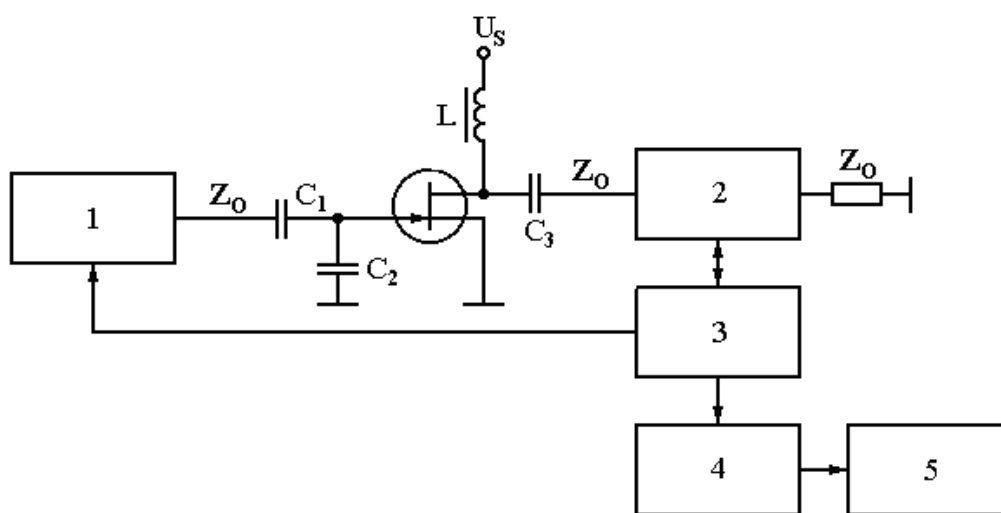


Рис. 2.1. Функциональная схема диэлектрического спектрометра с активным пробником.

1 – генератор скачка напряжения; 2 – смеситель; 3 – блок синхронизации и формирования аналогового сигнала; 4 – аналого-цифровой преобразователь; 5 – компьютер.

Конденсаторы C_1 и C_2 – воздушные, с плоскопараллельными электродами, и исследуемый образец может быть помещён в любой из этих конденсаторов. Здесь мы рассмотрим лишь тот случай, когда образец помещён в конденсатор C_2 .

Испытательный сигнал (скачок напряжения) с генератора 1 через коаксиальную линию с волновым сопротивлением Z_0 (50 Ом) поступает на делитель $C_1 C_2$. Сигнал с конденсатора C_2 , усиленный по мощности каскадом на полевом транзисторе, через разделительный конденсатор C_3 и выходной отрезок коаксиального тракта поступает на

вход смесителя (стробоскопического преобразователя) проходного типа, нагруженного на согласованный резистор (для обеспечения режима бегущей волны). Аналоговый сигнал, сформированный блоком 3, представляется в цифровом виде с помощью АЦП 4 и вводится в компьютер 5.

Поскольку входное сопротивление полевых транзисторов с барьером Шоттки составляет обычно 10 МОм и более, шунтирующее влияние входа транзистора на конденсатор C_2 оказывается на 5-6 порядков слабее, чем аналогичное влияние коаксиальной линии, что приводит к расширению низкочастотной области рабочего диапазона.

С другой стороны, время нарастания напряжения на конденсаторе C_2 не может превысить значения $Z_0 C_1$ и, выбирая C_1 , можно сделать это время достаточно малым, расширив тем самым рабочий диапазон в сторону высоких частот.. Например, для $C_1 \sim 1$ пФ оно составит около 0,1 нс – независимо от величины C_2 (в отличие от «классического» случая, когда C_2 непосредственно шунтирует коаксиальную линию).

Рассмотрим случай, когда измерительной ячейкой является конденсатор C_2 . (Рис. 2.2). Тогда $C_2 = C_0 \cdot \varepsilon(i\omega) + C_s$, где C_0 – рабочая (геометрическая) ёмкость ячейки, ε – комплексная диэлектрическая проницаемость образца и C_s – сумма краевой ёмкости ячейки и входной ёмкости транзистора.

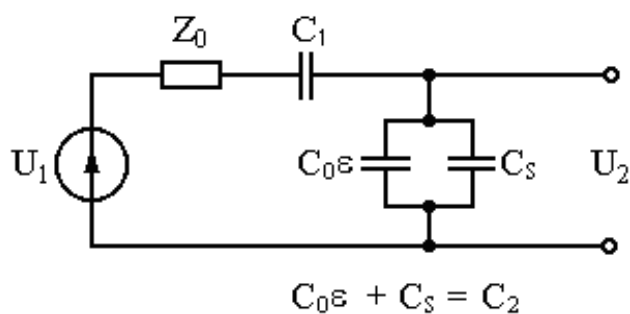


Рис. 2.2. Генератор испытательного сигнала (скачка напряжения) и входная цепь активного пробника.

Нетрудно показать, что для четырёхполюсника, представленного на рис. 2.2, соотношение между входным ($U_1(i\omega)$) и выходным ($U_2(i\omega)$) сигналами имеет следующий вид:

$$U_2(i\omega) = \frac{U_1(i\omega)}{i\omega Z_0 C_2 + \frac{C_2}{C_1} + 1}. \quad (2.1)$$

Пусть измерения производятся в двух режимах: первый - с исследуемым веществом, второй - с образцом, диэлектрические характеристики которого хорошо известны. Для простоты во втором случае можно использовать воздушное заполнение ячейки, для которого в рассматриваемом диапазоне частот $\varepsilon(i\omega) = \varepsilon'(i\omega) \approx 1$. Измеренные параметры для воздушного заполнения будем отмечать штрихом. В таком случае, записав выражение (2.1) для обоих измерений и исключив $U_1(i\omega)$ из полученной системы уравнений, получим:

$$C_2 = \frac{\frac{U'_{БЫХ}(i\omega)}{U_{БЫХ}(i\omega)} \left[C_2' \left(i\omega Z_0 + \frac{1}{C_1} \right) + 1 \right] - 1}{i\omega Z_0 + \frac{1}{C_1}}. \quad (2.2)$$

Используя соотношение $C_2 = C_0 \cdot \varepsilon(i\omega) + C_s$, приведём рабочую формулу к окончательному виду:

$$\varepsilon(i\omega) = \frac{\frac{U'_2(i\omega)}{U_2(i\omega)} \left[i\omega Z_0 (C_s + C_0) + \frac{C_s + C_0}{C_1} + 1 \right] - 1}{i\omega Z_0 C_0 + \frac{C_0}{C_1}} - \frac{C_s}{C_0}, \quad (2.3)$$

где $U_2(i\omega)$ и $U'_2(i\omega)$ - Лаплас-образы сигналов $U_2(t)$ и $U'_2(t)$ соответственно.

Можно показать, что для учёта электропроводности образца и тока утечки затвора транзистора достаточно в левую часть соотношения (2.3) ввести добавку $\frac{\sigma}{i\omega\varepsilon_0} + \frac{1}{i\omega RC_0}$ (σ - электропроводность образца, ε_0 - электрическая постоянная, R - входное сопротивление транзистора), т.е. записать левую часть (2.3) в виде $\varepsilon(i\omega) + \frac{\sigma}{i\omega\varepsilon_0} + \frac{1}{i\omega RC_0}$.

Перейдём теперь к выводу соотношений, позволяющих обрабатывать данные эксперимента непосредственно во временной области. Вернёмся к соотношению (2.2), которое нетрудно привести к следующему виду:

$$U_2(i\omega) \left(C_2 + \frac{1}{Z_0} \frac{Z_0 C_1}{i\omega Z_0 C_1 + 1} \right) = U'_2(i\omega) \left(C'_2 + \frac{1}{Z_0} \frac{Z_0 C_1}{i\omega Z_0 C_1 + 1} \right). \quad (2.4)$$

Для измерительной ячейки с электропроводным образцом и транзистора с конечным входным сопротивлением

$$C_2 = C_0 \varepsilon(i\omega) + C_S + \frac{\sigma C_0}{i\omega \varepsilon_0} + \frac{C_0}{i\omega R C_0}. \quad (2.5)$$

Аналогично, для пустой ячейки

$$C'_2 = C_0 + C_S + \frac{C_0}{i\omega R C_0}. \quad (2.6)$$

Подставив эти выражения в (4) и введя обозначения

$$\tilde{\varepsilon} = \varepsilon(i\omega) + \frac{C_S}{C_0} + \frac{\sigma}{i\omega \varepsilon_0} + \frac{1}{i\omega R C_0} + \frac{1}{Z_0 C_0} \frac{Z_0 C_1}{i\omega Z_0 C_1 + 1}, \quad (2.7)$$

и

$$\tilde{\varepsilon}' = 1 + \frac{C_S}{C_0} + \frac{1}{i\omega R C_0} + \frac{1}{Z_0 C_0} \frac{Z_0 C_1}{i\omega Z_0 C_1 + 1}, \quad (2.8)$$

получим

$$U_2 \tilde{\varepsilon} = U'_2 \tilde{\varepsilon}'. \quad (2.9)$$

Переходя во временную область, т.е. применяя обратное преобразование Лапласа к (2.7 – 2.9), приходим к следующим соотношениям:

$$\dot{\tilde{\varphi}}(t) = \dot{\varphi}(t) + \frac{C_S}{C_0} \delta(t) + \frac{\sigma}{\varepsilon_0} + \frac{1}{R C_0} + \frac{1}{Z_0 C_0} \exp\left[-\frac{t}{Z_0 C_1}\right], \quad (2.10)$$

$$\tilde{\varphi}(t) = \varphi(t) + \frac{C_S}{C_0} + \frac{\sigma}{\varepsilon_0} t + \frac{1}{R C_0} t + \frac{C_1}{C_0} \left(1 - \exp\left[-\frac{t}{Z_0 C_1}\right] \right), \quad (2.11)$$

$$\dot{\tilde{\varphi}}'(t) = \delta(t) + \frac{C_S}{C_0} \delta(t) + \frac{1}{R C_0} + \frac{1}{Z_0 C_0} \exp\left[-\frac{t}{Z_0 C_1}\right], \quad (2.12)$$

$$\tilde{\varphi}'(t) = 1 + \frac{C_S}{C_0} + \frac{1}{R C_0} t + \frac{C_1}{C_0} \left(1 - \exp\left[-\frac{t}{Z_0 C_1}\right] \right), \quad (2.13)$$

и

$$U_2(t) * \dot{\tilde{\varphi}}(t) = U_2'(t) * \dot{\tilde{\varphi}}'(t), \quad (2.14)$$

$$\dot{U}_2(t) * \tilde{\varphi}(t) = \dot{U}_2'(t) * \tilde{\varphi}'(t). \quad (2.15)$$

Соотношения (2.15) и (2.14), в которых «*» означает свёртку двух функций во временной области, представляют собой интегральные уравнения относительно $\tilde{\varphi}(t)$ и её производной, соответственно. После того, как эта функция определена численным решением уравнения (2.15) (или уравнения (2.14) с последующим интегрированием результата), «чистая» функция отклика, учитывающая электропроводность образца, может быть найдена как

$$\varphi(t) + \frac{\sigma}{\varepsilon_0} t = \tilde{\varphi}(t) - \tilde{\varphi}'(t) + 1, \quad (2.16)$$

что следует непосредственно из соотношений (2.11) и (2.13). Для получения диэлектрического спектра из функции отклика используется формула

$$\varepsilon^*(\omega) = L[\dot{\tilde{\varphi}}(t)] \quad (2.17)$$

На рис.3 приведена функция диэлектрического отклика измеренная для глицерина при температуре $T = 28^\circ\text{C}$.

Экспериментальная функция отклика аппроксимируется эмпирической формулой Кольрауша-Вильямса-Ваттса.

$$\Phi(t) = (\varepsilon_s - \varepsilon_\infty) \left(1 - \exp\left(-\left(\frac{t}{\tau}\right)^\alpha\right) \right) + \varepsilon_\infty, \quad (2.18)$$

где ε_s - статическая диэлектрическая проницаемость, ε_∞ - диэлектрическая проницаемость на самых высоких частотах для данного релаксационного процесса, τ - время релаксации, α - параметр асимметричного уширения.

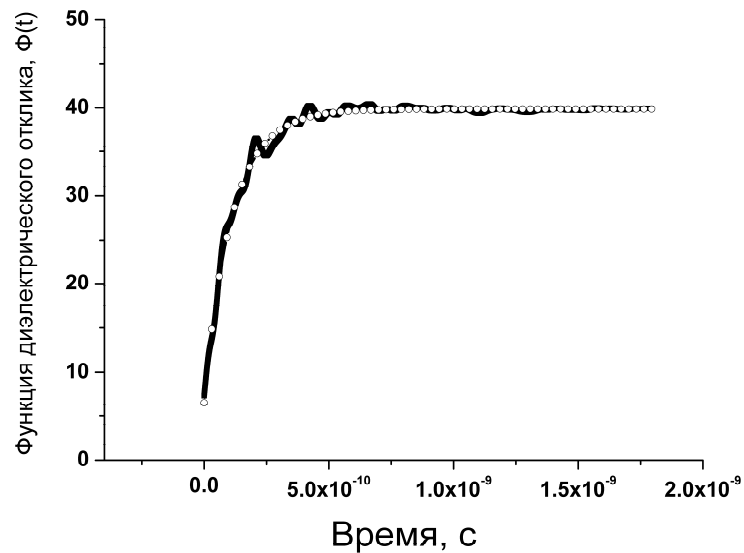


Рис. 2.3 Функция отклика измеренная для глицерина , $t = 28^{\circ}\text{C}$. Черная линия – экспериментальные точки, круглые точки – результат фитинга формулой (2.18)

В результате фитинга рассчитываются параметры ϵ_s , ϵ_{∞} , τ , α .

Как видно из таблицы 2.1, рассчитанные параметры находятся в хорошем согласии с данными из справочной литературы [4].

Таблица 2.1.

	ϵ_s	ϵ_{∞}	τ , с	α
Значения	39,91	3,99	11,1e-10	0,936
Ошибка фитинга	$\pm 0,009$	$\pm 0,09$	$\pm 4,6\text{e-}12$	$\pm 0,004$
Табличные значения [4]	41,9	4,0	10,4e-10	

2.1 Реализация вычислений

Недостатком практически всех импульсных методов является проблема обработки экспериментальных данных, которая связана не только со сложностями вычислений, но и с качеством исходных измеряемых кривых. Создано программное обеспечение, позволяющее поэтапно производить обработку данных. На первом этапе производится учет ошибок

согласования измерений с разным заполнением ячейки, посредством линейных цифровых фильтров из кривых убираются шумы, погрешности, связанные с оцифровкой сигнала. На втором этапе производятся вычисления функции отклика и спектра. Проблемы возникают при взятии преобразования Фурье – Лапласа и решении интегрального уравнения типа свёртки в связи со сложностью задания начальных условий. Как известно, математически обосновано применение преобразование Фурье – Лапласа только к сигналам, известным на бесконечном промежутке времени, либо к сигналам, имеющим ненулевые значения на конечном временном интервале, но обращающимся в нуль вне этого интервала. На рис. 2.4 представлена типичная форма сигнала, регистрируемого на предложенной установке.

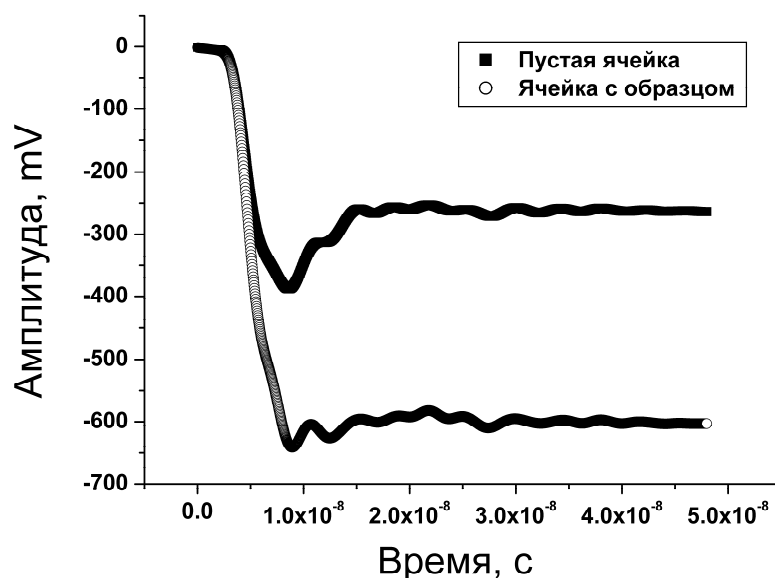


Рис. 2.4. Типичная форма регистрируемых экспериментальных кривых.

Видно, что полученные функции не стремятся к нулю, а выходят на некоторое постоянное значение. При обработке функции отклика ситуация аналогичная. Для того чтобы обойти эту проблему использовался алгоритм численного преобразования Фурье с трапециидальным описанием формы обрабатываемого сигнала. При этом, все точки выборки соединяются отрезками прямых, и для каждого промежутка записывается уравнение прямой. На полученных интервалах аналитически производится преобразование Фурье, интегралы по выборкам суммируются, и для вычислений получается следующая формула:

$$L[x(t_n)] = \frac{i}{\omega} [x(t_n)e^{-i\omega t_n} - x(t_0)e^{-i\omega t_0}] - \frac{2i}{\omega^2} \sum_{k=1}^n \frac{x(t_k) - x(t_{k-1})}{\delta} \sin\left(\frac{\omega\delta}{2}\right) e^{-i\omega(t_k - \frac{\delta}{2})}, \quad (2.19)$$

здесь $\delta = t_{k-1} - t_k$ - интервал дискретизации сигнала.

Если условно принять напряжение на границах измеряемого временного интервала равным нулю, то в оставшейся в (2.19) сумме стоит разность между амплитудами соседних точек. Это означает, что при выходе подынтегральной функции на некоторое постоянное значение интеграл будет сходиться, т.к., начиная с некоторой точки, все слагаемые в сумме будут нулевыми. Приближение, которое мы используем, считая функцию на границах области ее задания равной нулю, дает так называемую «ошибку усечения». Чтобы уменьшить влияние искусственного задания границ, необходимо увеличивать время измерения.

Не менее важной проблемой является решение уравнения типа свертки. Это уравнение является уравнением с некорректно заданными начальными условиями, и при попытке вычислить функцию отклика «напрямую» результат расходится. В программе использован алгоритм, позволяющий корректно задать начальные условия и получить наиболее точный результат [5].

ЗАДАНИЕ: Провести измерение функции диэлектрического отклика предлагаемого образца. Провести фитинг (подгонку) полученной функции отклика и рассчитать диэлектрические параметры.

Порядок выполнения работы:

1. Включить прибор и прогреть его не менее 20 минут.
2. Собрать схему в соответствии с блок схемой установки.
3. Выбрать при помощи ручек управления необходимый временной масштаб.
4. Откалибровать прибор при помощи согласованной нагрузки (50 Ом).
5. Поместить на конец коаксиальной линии короткозамыкатель.
6. Зарегистрировать сигнал от пробника с короткозамыкателем на конце линии.
7. Поместить в измерительный конденсатор пробника, исследуемый образец.
8. Зарегистрировать сигнал от пробника с образцом.
9. При помощи прилагаемой программы рассчитать функцию диэлектрического отклика изучаемого образца.
10. Провести подгонку (фиттинг) полученной функции диэлектрического отклика и рассчитать диэлектрические параметры, ε_s , ε_∞ , τ , α .

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Нефедьев А.И. Устройства СВЧ и антенны. – Академия, 2009.– 384 с.
2. Лунев И.В. Структурные переходы в дипольной ориентационной подвижности водородосвязанных растворов: Дис...канд. физ.– мат. Наук.–Казань, 2007. – 132 с.
3. Гончаров В.А. Исследование диэлектрических характеристик конденсированных сред с использованием высокоимпедансного активного пробника [Текст] / В.А. Гончаров, Р.В. Каргин, И.В. Лунёв, В.И. Архипов // Известия Вузов. Поволжский регион. Технические науки. 2007, №6, С. 86–93.
4. Ахадов Я.Ю. Диэлектрические параметры чистых жидкостей. –Москва, МАИ, 1999. – 854 с.
5. Г.Корн, Т.Корн. Справочник по математике для научных работников и инженеров. – Лань, 2003. –832 с.