

Научные обзоры

УДК 550 838

С. М. Аксельрод

ДИЭЛЕКТРИЧЕСКАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ В ЧАСТОТНОЙ И ВРЕМЕННОЙ ОБЛАСТЯХ

(по материалам зарубежных и отечественных публикаций)

Рассмотрены основы диэлектрической спектроскопии в частотной и временной областях. Описаны механизмы поляризации материальных сред (диэлектриков) на микроскопическом и макроскопическом уровнях и поведение диэлектриков в постоянном и переменном электромагнитных полях. Описаны принципиальные схемы измерения диэлектрической проницаемости и диэлектрических потерь в разных участках спектра электромагнитного поля в интервале от 0 до 10¹² Гц.

Ключевые слова: диэлектрическая спектроскопия, диэлектрическая проницаемость, тангенс угла потерь, поляризация, частотная дисперсия, импедансный метод, коаксиальная линия, волновод, объемный резонатор.

Введение

Диэлектрическая проницаемость и диэлектрические потери являются важными характеристиками строения веществ, отражающими их реакцию на внешнее электрическое поле. Изучению диэлектрических свойств веществ и построению физических и математических моделей, объясняющих их поведение при различных частотах электромагнитного поля, посвящено большое число исследований [1, 3, 9 и др.]. Измерение диэлектрической проницаемости, в том числе анализ ее зависимости от частоты, стало эффективным средством определения свойств гетерогенных веществ разной структуры – от разбавленных суспензий и коллоидных систем до биологических объектов, композитных материалов и горных пород [4, 24, 34]. Зависи-

мость диэлектрической проницаемости от частоты электромагнитного поля – частотная дисперсия явилась основой метода диэлектрической спектроскопии.

Связь диэлектрической проницаемости и диэлектрических потерь со структурными особенностями горных пород и характером насыщающего их флюида послужила основанием для создания диэлектрического каротажа (ДК), предложенного и реализованного в СССР еще в середине 50-х годов прошлого века. В течение нескольких десятилетий развитие этого метода в его разных модификациях шло в направлении, предусматривавшем проведение измерений на определенной, фиксированной частоте, выбранной в пределах 10–100 МГц. Позднее было установлено, что наиболее надежное разделение нефти и пресной пластовой воды по данным диэлектрических исследований возможно лишь на частоте порядка 1 ГГц. Кроме того, было обращено внимание на возможность использования зависимости диэлектрических свойств горных пород от частоты действующего электрического поля для расширения представлений о фильтрационно-емкостных свойствах пород. Компанией Halliburton была разработана аппаратура ДК на частоте 1 ГГц [44], а компанией Schlumberger – многочастотная аппаратура, обеспечивающая проведение диэлектрического каротажа одновременно на четырех частотах, охватывающих диапазон от 10 МГц до 1 ГГц [16].

Исследования, проведенные одночастотной и многочастотной аппаратурой диэлектрического каротажа на месторождениях нефти разного типа, доказали эффективность измерений на частоте 1 ГГц при выделении нефтеносных объектов в разрезах с пресной водой и при оценке минерализации пластовой воды [14, 16, 20, 39, 43, 44, 47]. Тем не менее, несмотря на результаты диэлектрического каротажа и проведенные к настоящему времени исследования диэлектрических свойств пород на керне [7, 8, 14, 16, 17, 22, 29, 30, 31, 37, 38], возможности (и ограничения) этого метода и, в частности, частотной дисперсии к настоящему времени еще недостаточно оценены. Это объясняется тем, что, как отмечено в [16], «физика и петрофизика диэлектрической дисперсии намного более сложны и менее изучены, чем физика традиционных методов, основанных на сопротивлении и плотности». Отсутствие до настоящего времени четких представлений о целесообразности (или нецелесообразности) включения частотной дисперсии в число средств изучения коллекторов нефти

и газа вызвано, по-видимому, недостаточным объемом детального исследования частотной дисперсии на образцах пород различного класса в широком диапазоне частот.

Организация исследований диэлектрических свойств пород во всем спектре частот должна базироваться на применении современных средств диэлектрической спектроскопии, которая реализована в двух вариантах: в частотной и во временной областях. Измерения в частотной области проводятся при разных частотах переменного поля с применением различных средств измерения, соответствующих конкретной частоте. Измерения во временной области осуществляются путем ступенчатого включения постоянного электрического поля и регистрации во времени процесса поляризации вещества, например, путем измерения зарядного или разрядного тока через исследуемый образец. Полученная в однократной операции зависимость измеренного параметра от времени с помощью преобразования Фурье преобразуется в частотный спектр. Оба подхода обладают специфическими достоинствами и недостатками, но, в конечном счете, приводят к одним и тем же результатам [4, 20, 34].

В настоящее время промышленностью выпускаются коммерчески доступные и удобные в работе средства измерения диэлектрической проницаемости, возможности и ограничения которых освещены в литературе [6, 27, 32, 20, 46]. Представляется целесообразным на основе зарубежных и отечественных публикаций рассмотреть, не вдаваясь в теоретические построения, основные аспекты механизма поляризации и технологии диэлектрической спектроскопии во временной и в частотной областях.

Физические основы диэлектрической спектроскопии

Основные механизмы поляризации

Под воздействием внешнего статического электрического поля в объеме любого вещества (диэлектрика) – жидкого, твердого, газообразного возникает внутреннее поле, направленное противоположно внешнему. Этот макроскопический эффект, называемый поляризацией, обусловлен совокупностью реакций на внешнее поле всех элементарных и структурных составляющих диэлектрика – электронов, ионов, полярных молекул, подвижных частиц и фиксированных слоев диэлектриков, различающихся электрическими свойствами.

На элементарном, молекулярном уровне поляризация обусловлена ориентацией вдоль направления внешнего поля электрических диполей, как образованных под действием внешнего поля, так и постоянных, существующих в отсутствие внешнего поля в виде полярных молекул. На структурном уровне внутреннее поле создается зарядами, группирующимися на контакте структурных частиц диэлектрика с окружающей средой, отличной по свойствам, и на поверхности контакта слоев разнородных диэлектриков [1, 2, 4, 5, 8, 16, 20, 34, 36, 49].

В установленном статическом режиме эффекты всех уровней складываются и формируют макроскопическую поляризацию, определяющую диэлектрическую проницаемость диэлектрика. Однако в переходном периоде процесс установления поляризации каждого уровня происходит с определенной задержкой относительно момента включения внешнего поля, зависящей от механизма поляризации. Каждому индивидуальному механизму поляризации отвечает свой диапазон времени установления статического режима.

В макроскопическом эффекте поляризации можно выделить основные элементарные поляризационные процессы – упругие, ориентационные и миграционные. К упругой поляризации относятся все виды смещения положительных и отрицательных зарядов относительно их общего центра на расстояние, допускаемое силами взаимодействия зарядов. В этой группе выделяются следующие виды поляризации.

Электронная (поляризация электронного смещения) – проявляется в упругом смещении наиболее слабо связанных, преимущественно валентных, электронов относительно ядра атома. В результате, центры тяжести электронов и ядра расходятся на определенное расстояние и атом приобретает дипольный момент (рис. 1, а). Процесс происходит за очень короткое время – 10^{-15} с. При снятии внешнего поля электронная оболочка атома возвращается в прежнее, нормальное положение, и поляризация исчезает с той же скоростью. Дипольный момент, создаваемый электронной поляризацией, тем больше, чем больше электронов на внешней орбите и чем больше радиус этой орбиты [4, 16, 20].

Упругая ионная поляризация (поляризация ионного смещения) под действием внешнего поля происходит вследствие некоторого упругого смещения связанных в кристаллической решетке положительных ионов относительно отрицательных (рис. 1, б). Время установления ионной поляризации составляет 10^{-14} – 10^{-15} с [4, 16, 20].

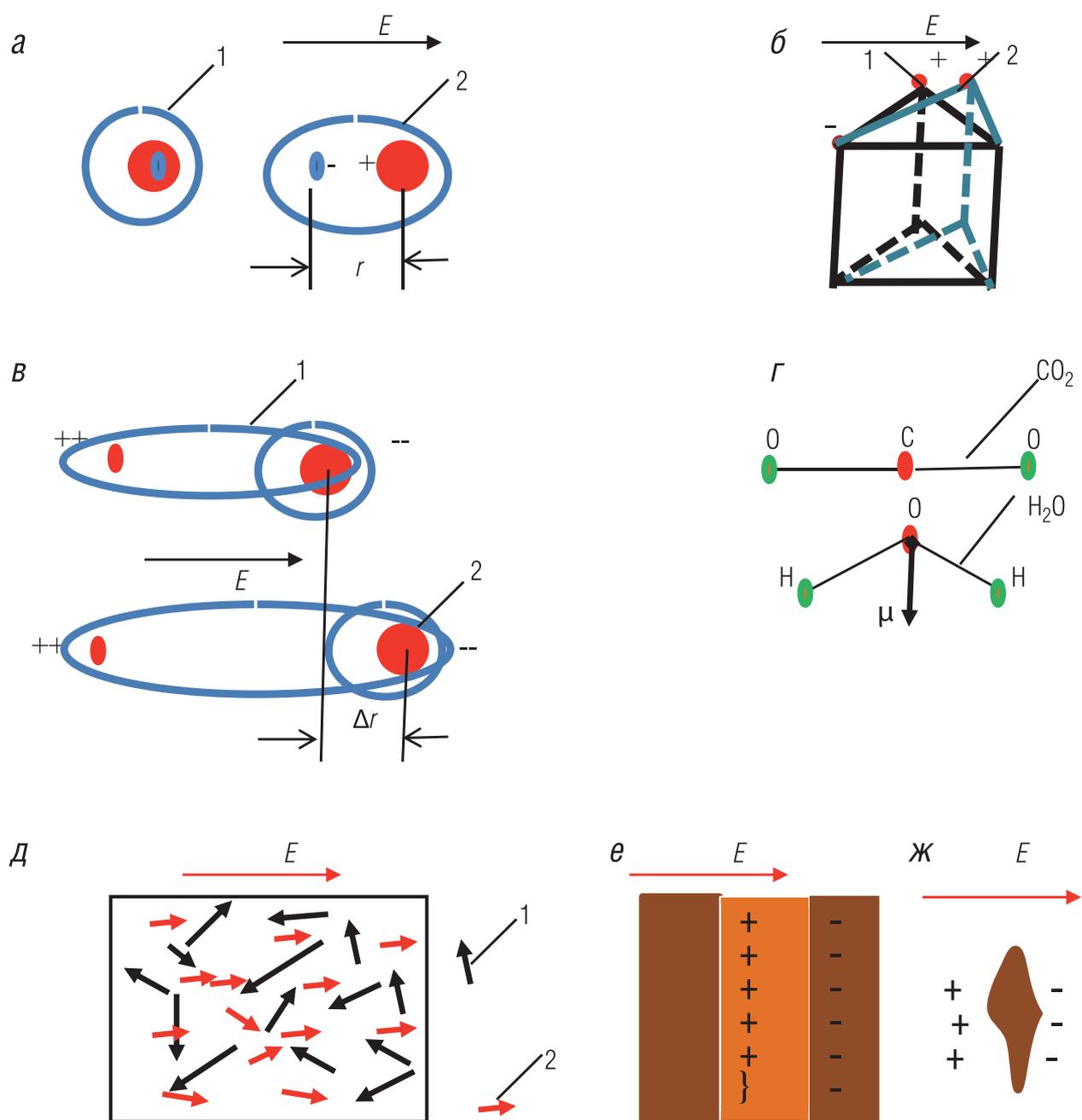


Рис. 1. Схематическое представление механизма поляризации:
 а, б, в – соответственно упругое смещение валентных электронов атома, ионов в кристаллической решетке, атомов в парной валентной связи: 1 – состояние при отсутствии внешнего поля; 2 – упругое смещение под действием внешнего поля; г – схематическое представление неполярной CO_2 и полярной H_2O молекулы с дипольным моментом; д – статистический характер ориентационной поляризации дипольных молекул: 1 – молекулы, направленные в определенный момент времени хаотично; 2 – молекулы, ориентированные в тот же момент в направлении внешнего поля; е – накопление зарядов под влиянием внешнего поля на поверхности контакта диэлектриков разнородных по диэлектрическим свойствам; ж – накопление зарядов на поверхности структурных частиц диэлектрика в среде с иными диэлектрическими свойствами

Упругая поляризация ядерного смещения проявляется, когда в молекулах, содержащих несколько атомов, ядра под действием внешнего электрического поля отклоняются от первоначального положения. Это вызвано тем, что валентные электроны неравномерно распределяются между атомами молекулы, вследствие чего одни атомы приобретают избыток отрицательных зарядов, а другие остаются с некомпенсированным положительным зарядом, иными словами, образуется дипольная связь [4, 12, 48]. Под действием внешнего поля расстояние между этими атомами увеличивается на величину Δr), допускаемую валентной связью (рис. 1, в). Время установления этой поляризации – 10^{-12} – 10^{-13} с.

Ориентационная поляризация обусловлена подвижными полярными молекулами, обладающими в отсутствие внешнего поля постоянным дипольным моментом. Постоянный дипольный момент образуется вследствие того, что парные валентные связи некоторых молекул располагаются не на одной прямой, как, например, у молекулы углекислого газа (CO_2), а под определенным углом, и поэтому не компенсируют друг друга. Примером может служить молекула воды, у которой направления двух водородно-кислородных связей (О-Н) разнесены на угол $104,5^\circ$ (рис. 1, г) [4, 10, 16, 35, 36, 42].

Свободные дипольные молекулы, участвуя в скачкообразном тепловом движении, ориентированы в пространстве случайно и, как следствие, при отсутствии внешнего поля в среднем не создают в объеме диэлектрика преимущественной ориентации в каком-либо направлении. Однако при наложении внешнего электрического поля в каждый момент времени число молекул, ориентированных в направлении поля, статистически превалирует над молекулами, ориентированными в ином, случайном направлении. Благодаря этому в объеме диэлектрика возникает поляризация, установление которой в силу статистического характера процесса происходит постепенно, с некоторым запаздыванием относительно момента включения внешнего поля (рис. 1, д). С ростом температуры усиление теплового движения приводит к снижению уровня ориентационной поляризации, то есть в конечном счете к снижению диэлектрической проницаемости. При отключении внешнего поля тепловое движение рассеивает преимущественную ориентацию диполей, и диэлектрик постепенно возвращается в статистически нейтральное, неполяри-

зованное состояние. Процесс установления поляризации требует затраты определенной энергии на преодоление сопротивления среды движению и повороту молекул.

Время установления ориентационной поляризации (время релаксации) лежит в широких пределах, 10^{-7} – 10^{-2} с, так как зависит от структуры и вязкости полярной жидкости. Помимо этого полярные молекулы воды, образуя с присутствующими в воде ионами гидроксильные группы, становятся менее подвижными и в определенной степени теряют свободу ориентации. Это увеличивает время релаксации гидроксильных групп и снижает число полярных молекул, ориентированных в направлении внешнего поля. Иными словами, уровень ориентационной поляризации молекул воды снижается с ростом числа гидроксильных групп, то есть с увеличением минерализации воды [4, 11, 16, 20, 34].

Миграционная (межслоевая) поляризация наблюдается в неоднородных диэлектриках, характеризующихся различием проводимости и диэлектрической проницаемости структурных частиц диэлектрика и окружающей их среды. В таких условиях, согласно теории Максвелла–Вагнера, при наложении внешнего электрического поля на границах между разнородными частицами или слоями, а также на поверхностях частиц, погруженных в жидкость, постепенно накапливаются заряды, что эквивалентно возникновению поляризации. Уровень межслоевой поляризации зависит от степени различия электрических свойств контактирующих слоев, от расстояния между поверхностями раздела и от их ориентации относительно внешнего поля. Значительный вклад в межслоевую поляризацию вносят форма и размеры структурных единиц диэлектрика, в частности, горных пород: чем более плоской является частица, погруженная в электролит, и чем менее гладкой ее поверхность, тем больше уровень ее поляризации (рис. 1, *е, ж*) [3, 5, 34, 47]. Процесс накопления (миграции) зарядов на поверхностях контакта разнородных диэлектриков происходит постепенно и с затратой энергии. В зависимости от структуры диэлектрика и его проводимости время установления поляризации может варьировать в широких пределах, от 10^4 до 10^{-8} с [2, 4, 5, 16, 20, 31, 34, 36, 49].

Ориентационная и миграционная поляризации вносят основной вклад в диэлектрическую проницаемость пород-коллекторов и ее дисперсию.

Поляризация в постоянном электрическом поле

Влияние постоянного электрического поля на среду описывается вектором электрической индукции, или смещения, \vec{D} . В вакууме вектор индукции \vec{D} определяется произведением напряженности поля E и диэлектрической проницаемости вакуума ε_0 ¹:

$$\vec{D} = \varepsilon_0 E. \quad (1)$$

В материальной среде в электрическую индукцию \vec{D} вносится влияние поляризации, которая проявляется в том, что все элементы среды, несущие электрический заряд, ориентируются в той или иной мере вдоль вектора напряженности внешнего поля. Этот суммарный, макроскопический эффект описывается вектором поляризации P , пропорциональным напряженности электрического поля E и диэлектрической восприимчивости среды²:

$$P = \chi \varepsilon_0 E, \quad (2)$$

где χ – диэлектрическая восприимчивость (проницаемость), безразмерная величина, характеризующая способность вещества поляризоваться в электрическом поле. В вакууме, где заряженных частиц нет, $\chi = 0$. Таким образом, вектор смещения реальной среды является суммой:

$$D = \varepsilon_0 E + P = \varepsilon_0 (1 + \chi) E, \quad (3)$$

а относительная диэлектрическая проницаемость материальной среды определяется ее диэлектрической восприимчивостью:

$$\varepsilon = 1 + \chi. \quad (4)$$

Диэлектрическая проницаемость вещества является макроскопическим параметром, который складывается из отдельных поляризационных процессов, происходящих с элементами среды разных размеров. Можно условно выделить три уровня, в которых происходит

¹ В системе единиц СИ диэлектрическая проницаемость вакуума $\varepsilon_0 = 8,85 \cdot 10^{-12}$ Ф/м. Диэлектрическую проницаемость реальной среды принято измерять не в абсолютных значениях, а в относительных ε , представляющих собой отношение абсолютных значений ε_a к значению в вакууме ε_0 . Ниже под термином диэлектрическая проницаемость будет пониматься, если специально не оговорено, относительная диэлектрическая проницаемость ε , равная отношению $\varepsilon = \varepsilon_a / \varepsilon_0$. Соответственно, относительная диэлектрическая проницаемость вакуума принимается равной 1.

² Линейная зависимость P от E сохраняется лишь в ограниченном диапазоне значений напряженности поля, то есть при $E < 10^6$ В/см.

поляризация: микроскопический, мезоскопический и макроскопический. На микроскопическом уровне поляризационные процессы определяются элементарными частицами – электронами, ионами и молекулами. Мезоскопический уровень охватывает процессы поляризации значительно более крупных по размеру структурных частиц среды разной формы, при которых на них образуется поверхностный заряд. На макроскопическом уровне поляризация обусловлена образованием зарядов на границе разнородных по диэлектрическим свойствам элементов структуры и разделением зарядов в объеме вещества на расстояния, значительные по сравнению с размерами структурных частиц [4, 5, 16, 31, 34, 36, 49].

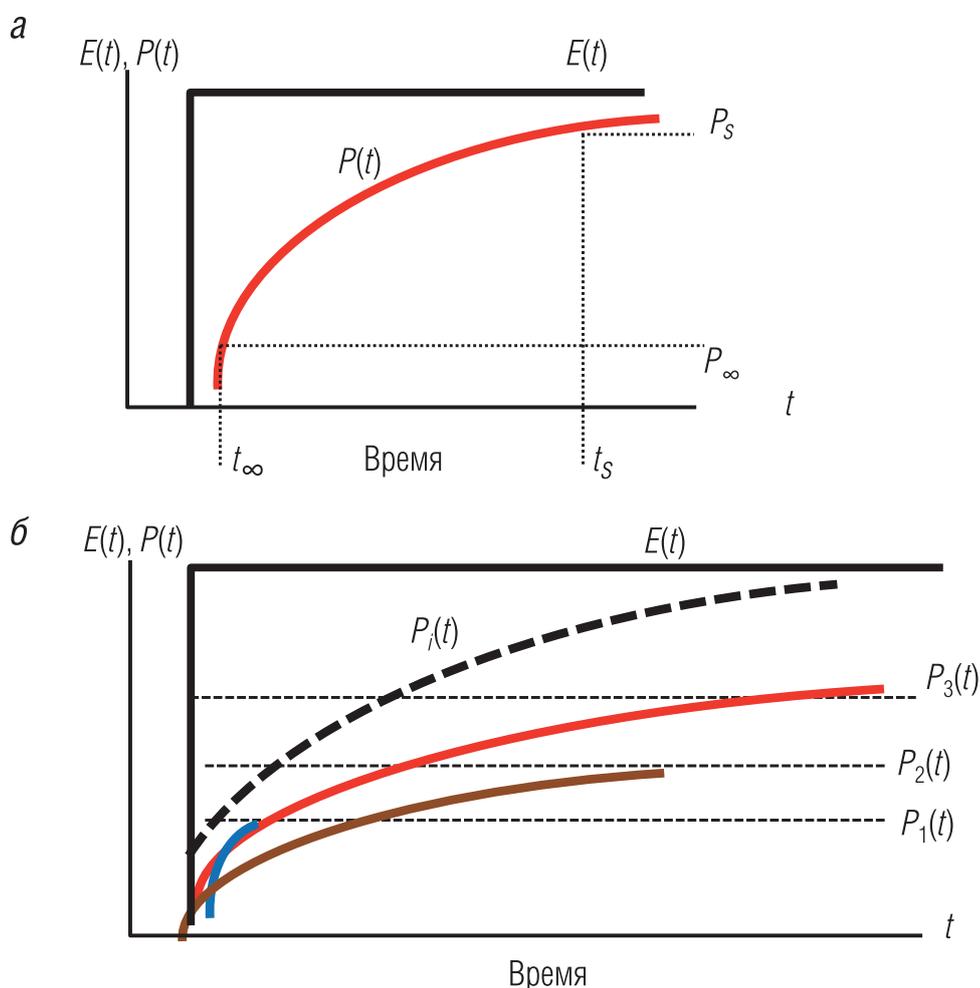


Рис. 2. Схематическое представление зависимости поляризации от времени: а – характер изменения поляризации во времени $P(t)$ после ступенчатого включения внешнего поля $E(t)$; б – схематическое представление макроскопической поляризации $P(t) = \sum P_i(t)$ как суперпозиции поляризаций разного вида: $P_1(t)$ – упругая поляризация; $P_2(t)$ – ориентационная поляризация; $P_3(t)$ – миграционная поляризация

Как отмечалось выше, вследствие инерционности каждый вид частиц по-своему и с различной задержкой по времени реагирует на включенное внешнее электрическое поле. Поэтому установление полной поляризации на определенном уровне происходит с той или иной задержкой по времени относительно момента включения внешнего поля (рис. 2, а). Иными словами, вектор поляризации $P(t)$ является функцией времени³, прошедшего после мгновенного (ступенчатого) включения внешнего поля E_0 :

$$P(t) = \varepsilon_0 \chi(t) E_0. \quad (5)$$

Функция $P(t)$ является откликом среды на ступенчатое включение внешнего поля. Характеристическое время задержки, то есть время, при котором поляризация определенных частиц достигает $1/e = 1/2,73$ (примерно 67%) установившегося предельного значения, называется временем релаксации.

В процессе поляризации участвуют частицы всех уровней, поэтому после ступенчатого включения внешнего поля суммарная поляризация $P\Sigma(t)$ монотонно увеличивается в результате суперпозиции вкладов в поляризацию частиц с разным временем релаксации (рис. 2, б):

$$P\Sigma(t) = \varepsilon_0 E_0 \sum_{i=1}^n \chi_i(t), \quad (6)$$

где $\chi_i(t)$ – изменяющаяся во времени диэлектрическая восприимчивость i -го структурного элемента, участвующего в поляризации ($i = 1, \dots, n$).

С учетом практически реализуемых моментов начала t_∞ и окончания t_s измерения (рис. 1, а) выражение (6) может быть представлено следующим образом:

$$P\Sigma(t) = \varepsilon_0 E_0 \sum_{i=1}^n [\chi_{\infty i} + (\chi_{si} - \chi_{\infty i}) g_i(t)], \quad (7)$$

где $\chi_{\infty i}$, χ_{si} – диэлектрическая восприимчивость i -й структурной частицы соответственно в начале и в окончании измерения; $g_i(t)$ – функция, характеризующая зависимость соответствующей диэлектрической

³ Мгновенное, ступенчатое включение внешнего поля является теоретической идеализацией. Практически измерения не могут начаться в момент включения поля ($t = 0$). Измерения начинаются чуть позже, соответственно возможностям измерительного устройства. Моменту начала измерения соответствует поляризация P_∞ . К моменту завершения измерения, когда процесс поляризации практически устанавливается, вектор поляризации принимает значение P_s .

восприимчивости от времени. С учетом соотношения (4) $P\Sigma(t)$ может быть выражено через диэлектрические проницаемости:

$$P\Sigma(t) = \varepsilon_0 E_0 \sum_{i=1}^n [(1 - \varepsilon_{\infty i}) + (\varepsilon_{si} - \varepsilon_{\infty i})g_i(t)], \quad (8)$$

где $\varepsilon_{\infty i}$ и ε_{si} – вклады в диэлектрическую проницаемость i -й частицы, соответственно, в начале и конце измерения.

Приведенные соотношения, полученные на основе [2, 4, 20, 31, 34, 51], определяют принцип диэлектрической спектроскопии во временной области.

Поляризация в переменном (синусоидальном) электрическом поле

При воздействии переменного, в частности синусоидально изменяющегося поля, частицы, несущие заряд, могут следовать за периодическим изменением поля лишь с разной степенью задержки, зависящей от соотношения времени релаксации заряженных частиц и частоты поля. В течение каждой четверти периода происходит поляризация заряженных частиц всех групп до определенного, соответствующего группам, уровня, а затем во второй четверти периода осуществляется возврат к нейтральному состоянию. Во второй половине периода процесс повторяется при обратном направлении поля поляризации. Уровень максимальной поляризации, которого среда успевает достичь в течение первой и третьей четвертей периода, определяет диэлектрическую проницаемость вещества, характерную для данной частоты поля.

Энергия источника поля, затраченная на поляризацию, возвращается источнику обратно в течение каждой следующей четверти периода, когда напряженность поля переходит через нулевое значение. Этим процессам, однако, сопутствуют безвозвратные затраты энергии на преодоление «инертности» среды, препятствующей реализации ориентационной и миграционной поляризации. Безвозвратно потерянная в процессе поляризации энергия превращается в тепло и называется диэлектрическими потерями, которые являются еще одной характеристикой диэлектрических свойств веществ.

Частотный диэлектрический отклик $P(\omega)$, то есть поляризация при данной угловой частоте ω поля, является Фурье-преобразованием диэлектрического отклика во временной области $P(t)$ [4, 16, 20]:

$$P(\omega) = (2\pi)^{-1/2} \int_0^{\infty} P(t) \exp(i\omega t) dt = \varepsilon_0 \int_0^{\infty} E(t) \chi(t) (i\omega t) dt. \quad (9)$$

Преобразование (9) с учетом связи $\varepsilon = 1 + \chi$ приводит к комплексной диэлектрической проницаемости $\varepsilon^*(\omega)$, зависящей от частоты ω :

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - i\varepsilon''(\omega), \quad (10)$$

где $\varepsilon'(\omega)$ – действительная составляющая, характеризующая собственно диэлектрическую проницаемость, определяемую уровнем поляризации; $\varepsilon''(\omega)$ – сдвинутая по фазе на 90° мнимая составляющая, характеризующая диэлектрические потери. Отношение мнимой составляющей к действительной называется тангенсом угла потерь:

$$\operatorname{tg}\delta = \varepsilon''(\omega)/\varepsilon'(\omega). \quad (11)$$

В средах, обладающих омической проводимостью σ , в величину диэлектрических потерь входит также потеря энергии от токов проводимости [4, 24, 34].

Зависимость комплексной диэлектрической проницаемости от частоты описывается функцией Дебая. Эта функция моделирует частотную зависимость действительной и мнимой составляющих, когда все элементы однородной среды характеризуются единым временем релаксации τ :

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{(\varepsilon_s - \varepsilon_\infty)}{(1 + i\omega\tau)} = \varepsilon_\infty + \frac{\Delta\varepsilon}{(1 + i\omega\tau)}, \quad (12)$$

где $\varepsilon^*(\omega)$ – комплексная диэлектрическая проницаемость; ε_s и ε_∞ – соответственно значения действительной диэлектрической проницаемости при измерении на предельно низкой ($\omega\tau \ll 1$) и предельно высокой ($\omega\tau \gg 1$) частотах; $\Delta\varepsilon = (\varepsilon_s - \varepsilon_\infty)$. Диэлектрические проницаемости ε_∞ и ε_s отвечают, соответственно, значениям поляризации P_∞ и P_s в начале и в конце поляризации в постоянном поле (рис. 1, а). Согласно функции Дебая при достижении по мере роста частоты условия $\omega\tau = 1$ действительная составляющая ε' снижается, а мнимая составляющая ε'' (и тангенс угла диэлектрических потерь) приобретают максимальные значения (рис. 3, а).

В диэлектрике, составляющие которого имеют разные времена релаксации, частотная зависимость комплексной диэлектрической

проницаемости определится суперпозицией частотных зависимостей разных элементов [4, 34]:

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon_\infty + \sum_i^n \frac{(\varepsilon_s - \varepsilon_\infty)}{(1 + i\omega\tau_i)}, \quad (13)$$

где τ_i – время релаксации i -го элемента диэлектрика ($i = 1, \dots, n$).

Приведенное выражение может рассматриваться как диэлектрический спектр вещества (рис. 3, б).

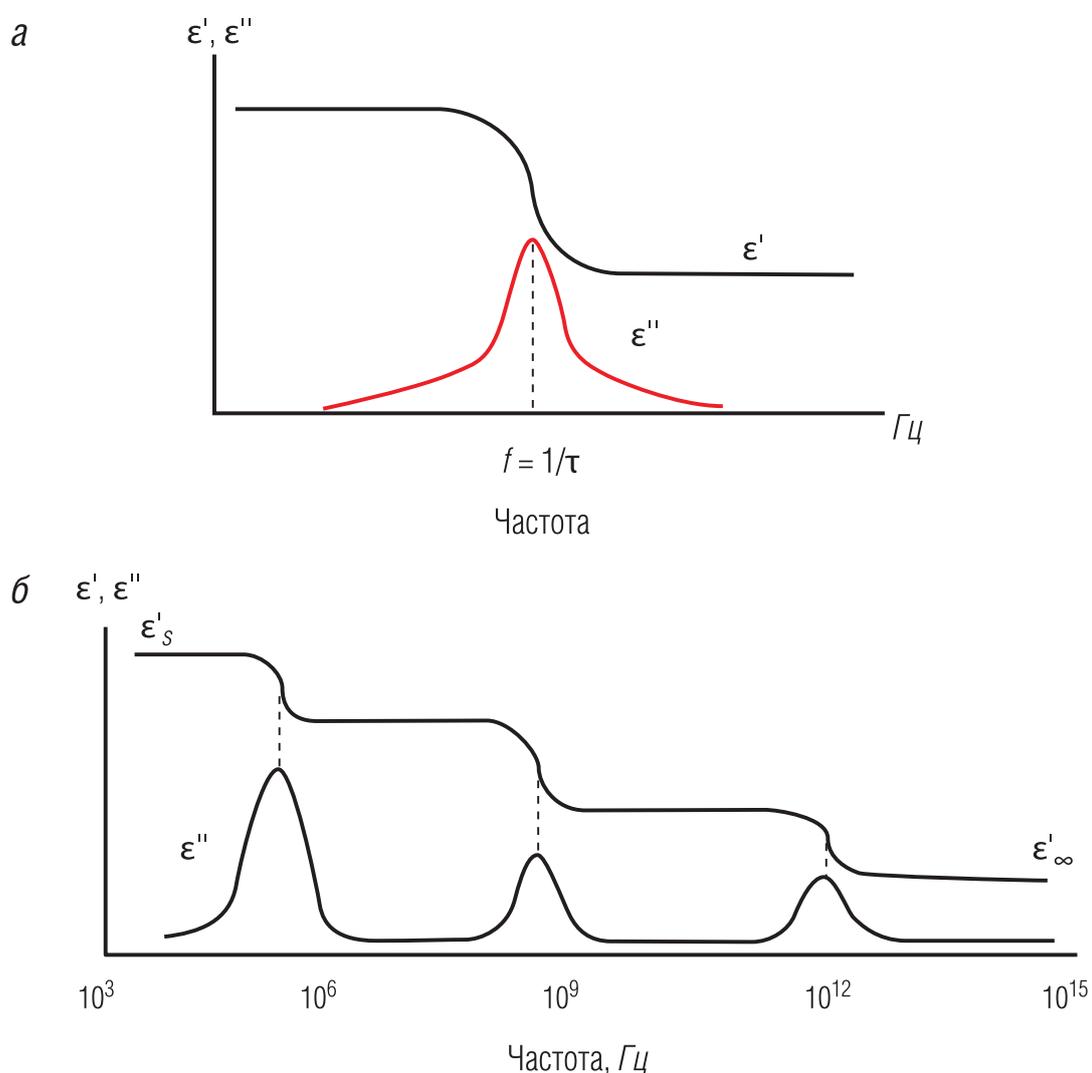


Рис. 3. Схематическое представление зависимости комплексной диэлектрической проницаемости от частоты:

а – изменение действительной и мнимой составляющих комплексной диэлектрической проницаемости с частотой в диэлектрике с одним временем релаксации; б – то же в диэлектрике с несколькими различными временами релаксации

Принципы измерения комплексной диэлектрической проницаемости

Основные положения

Комплексная диэлектрическая проницаемость материалов в виде образцов конечного размера может быть измерена современными средствами в широком диапазоне частот электромагнитного поля – от 10^{-6} до 10^{15} Гц. Однако эти измерения невозможно осуществить одними и теми же средствами во всем этом диапазоне, так как на разных его интервалах радикально меняются соотношения между длиной волны электромагнитного поля и размерами образца и элементов измерительной схемы [50].

Когда длина волны существенно превышает размеры измерительной установки и исследуемого образца, измерительная схема рассматривается как электрическая цепь с сосредоточенными параметрами, в которой геометрические размеры элементов цепи не имеют значения, а образец может быть представлен его эквивалентной электрической схемой в виде конденсатора с параллельно или последовательно включенным сопротивлением. Комплексная диэлектрическая проницаемость при этом определяется через параметры эквивалентной схемы – емкости C и сопротивления R [23]. Этим условиям отвечает диапазон частот от 10^{-6} до 10^7 Гц.

Когда длина волны соизмерима или существенно меньше размеров измерительной установки⁴, элементы схемы рассматриваются как цепь с распределенными параметрами (длинная линия, или волновод, или объемный резонатор). В таких цепях играют роль индуктивность, сопротивление и емкость каждого бесконечно малого элемента цепи.

В методах, основанных на использовании цепей с распределенными параметрами, комплексную диэлектрическую проницаемость определяют через коэффициенты распространения – коэффициенты поглощения и/или отражения электромагнитного поля. Этим условиям отвечает диапазон 10^7 – 10^{12} Гц. В интервале частот 10^{12} Гц и выше проявляются квазиоптические эффекты, и комплексная диэлектрическая проницаемость определяется по коэффициенту отражения [2, 4, 20, 34].

⁴ Дециметровым волнам в вакууме соответствует диапазон 0,3–3 ГГц, сантиметровым – 3–30 ГГц, миллиметровым – 30–300 ГГц.

Для получения полной картины частотной дисперсии (спектра) диэлектрической проницаемости необходимо проведение измерений во многих точках широкого диапазона частот. Как уже отмечалось [50], такие измерения, то есть спектроскопия в частотной области, неизбежно требуют применения различных средств измерения и последующего взаимного увязывания полученных на разных частотах результатов. Альтернативой этим операциям, не требующей значительного времени и разнообразной аппаратуры, является диэлектрическая спектроскопия во временной области. Она осуществляется, как было показано выше [20, 34], путем воздействия на образец быстро (ступенчато) включаемым постоянным электрическим полем и одновременного наблюдения за изменением во времени заряда конденсатора с образцом или тока через него. Полученная временная зависимость содержит в себе все особенности процесса поляризации образца, а с помощью преобразования Фурье она может быть преобразована в частотную зависимость. Таким образом, полный частотный спектр может быть получен единым измерением, проведенным во временной области. Спектроскопия во временной области существенно превосходит измерения в частотной области по производительности процесса, хотя уступает по точности [28].

Условия, регламентирующие разные подходы к измерению диэлектрической проницаемости, не являются жесткими, поэтому соответствующие им диапазоны частот частично перекрываются (рис. 4) [4, 20, 24, 26, 34, 51].

Измерения в частотной области в цепях с сосредоточенными параметрами

В частотной области каждое измерение производится при фиксированной частоте синусоидального напряжения $E^*(\omega)$, приложенного к измерительной ячейке – конденсатору, между обкладками которого помещен исследуемый образец. Измерения осуществляются разнообразными методами, различающимися лишь способом определения импеданса конденсатора с исследуемым образцом, то есть емкости C и сопротивления R эквивалентной схемы. Результатом измерения во всех случаях является комплексная диэлектрическая проницаемость $\varepsilon^*(\omega)$ [4, 34, 40].

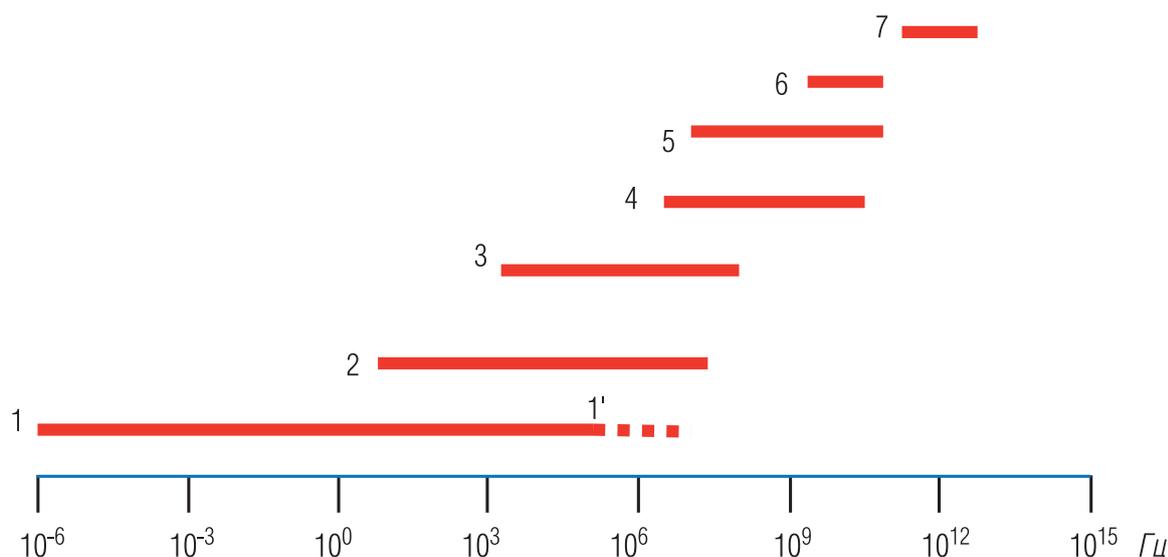


Рис. 4. Примерные частотные диапазоны измерения диэлектрической проницаемости разными методами:

1, 1' – измерения в частотной области соответственно в цепях с сосредоточенными и распределенными параметрами; 2 – импедансные методы; 3 – мостовые методы; 4, 5 – рефлектометрические методы соответственно по отражению и пропусканию; 6 – метод объемного резонатора; 7 – квазиоптические методы

Метод импеданса

Определение комплексной диэлектрической проницаемости образца методом импеданса основано на том, что соотношение между действительной и мнимой составляющими комплексной диэлектрической проницаемости измерительного конденсатора с образцом (рис. 5, а) можно описать эквивалентной схемой в виде конденсатора емкостью C и параллельно подключенного сопротивления R (рис. 5, б) [23].

При такой параллельной эквивалентной схеме полный комплексный ток I^* , протекающий по RC -ячейке, содержит две составляющие, сдвинутые по фазе друг от друга на 90° : ток I_R , протекающий по сопротивлению, характеризует диэлектрические потери, а ток I_C через конденсатор представляет собой ток смещения, не создающий энергетических потерь.

Полное сопротивление (импеданс $Z^*(\omega)$) параллельно включенных сопротивления R и конденсатора C является комплексной величиной, определяемой отношением напряжения U^* к полному току I^* :

$$Z^*(\omega) = U^*/I^* = \frac{1}{1/R + i\omega C} = \frac{R/\omega^2 C^2}{R^2 + (1/\omega^2 C^2)} - i \frac{R^2/\omega C}{R^2 + (1/\omega^2 C^2)}. \quad (14)$$

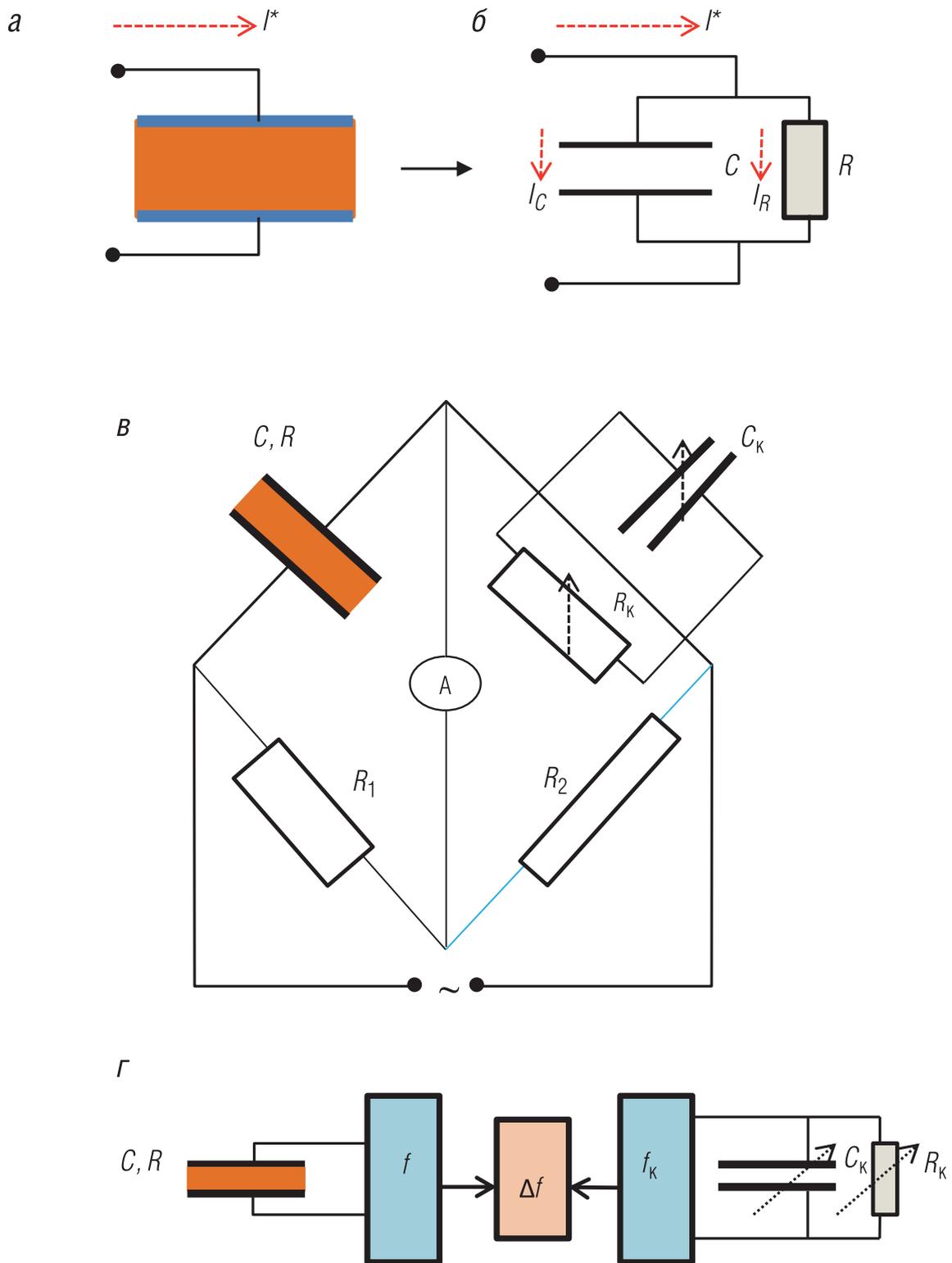


Рис. 5. Принципиальные схемы измерения диэлектрической проницаемости в цепях с сосредоточенными параметрами:
 а – схема конденсатора с образцом; б – эквивалентная схема замещения конденсатора с образцом; в – мостовая схема измерения; г – схема измерения методом биений

Действительная $ReZ^*(\omega)$ и мнимая $ImZ^*(\omega)$ составляющие импеданса соответственно равны:

$$ReZ^*(\omega) = \frac{R/\omega^2 C^2}{R^2 + (1/\omega^2 C^2)}; \quad ImZ^*(\omega) = \frac{R^2/\omega C}{R^2 + (1/\omega^2 C^2)}. \quad (15)$$

Таким образом, измерив комплексные напряжение U^* и ток I^* , можно вычислить составляющие комплексного импеданса, а по ним – эквивалентные емкость C и сопротивление R . Действительная диэлектрическая проницаемость при фиксированной частоте ω определяется отношением измеренной эквивалентной емкости измерительного $C = C(\omega)$ и емкости того же конденсатора C_0 , без образца (в вакууме), вычисляемой по его геометрическим характеристикам:

$$\varepsilon'(\omega) = C(\omega)/C_0. \quad (16)$$

По тем же данным определяются мнимая составляющая диэлектрической проницаемости и тангенс угла диэлектрических потерь:

$$\varepsilon'' = \varepsilon' \omega R C(\omega), \quad (17)$$

$$\operatorname{tg} \delta = \varepsilon'' / \varepsilon' = 1/\omega R C(\omega). \quad (18)$$

Описанный импедансный метод определения ε' , ε'' и $\operatorname{tg} \delta$ лежит в основе всех модификаций метода, используемых в диапазоне до 10^7 Гц [2, 4, 23, 34, 50].

Мостовые методы

Мостовые методы реализуют тот же импедансный принцип определения диэлектрических свойств образца, однако при этом емкость C и сопротивление R измерительного конденсатора с образцом (рис. 5, а) определяются не измерением тока и напряжения в измерительном конденсаторе, а непосредственно путем подбора равных им значений параллельно соединенных калиброванных емкости C_k и сопротивления R_k . Равенства $C_k = C$ и $R_k = R$ достигаются, когда подбором C_k и R_k выравняются импедансы измерительного конденсатора и сравниваемой калиброванной ячейки. Это реализуется мостовой схемой, в которой в одно плечо моста включена измерительная ячейка с исследуемым образцом, а в другое (соседнее) – идеальный калиброванный конденсатор без потерь C_k с параллельно включенным калиброван-

ным сопротивлением R_k , не содержащим реактивной проводимости (рис. 5, в). Два других симметричных плеча моста содержат равные сопротивления R_1 и R_2 . В процессе измерения емкость C_k и сопротивление R_k регулируются так, чтобы привести к нулю ток в диагонали моста. В условии равновесия значения C_k и R_k принимаются равными соответственно емкости C и сопротивлению R эквивалентной параллельной схемы конденсатора с образцом ($C = C_k$, $R = R_k$).

Величины действительной и мнимой частей диэлектрической проницаемости, ε' и ε'' , а также тангенса угла потерь $\operatorname{tg}\delta$, отвечающих частоте ω , определяются приведенными выше соотношениями (16)–(18). Точность определения диэлектрической проницаемости в мостовом методе зависит от правильности калибровки значений C_k и R_k и чувствительности ноль-индикатора – прибора, фиксирующего равновесие моста по отсутствию в его диагонали тока. Существует множество вариантов мостовых схем измерения диэлектрической проницаемости, обеспечивающих максимальную точность измерения в разных участках частотного диапазона [28, 34].

Метод биений

Наиболее высокая точность достигается, если в методе импеданса уравнивание параметров калиброванной регулируемой ячейки и измерительной ячейки с образцом осуществляется путем сравнения частот двух идентичных генераторов, в колебательные контуры каждого из которых включены соответственно измерительная и калиброванная ячейки (рис. 5, г). Частота колебаний f , создаваемых генератором с измерительной ячейкой (конденсатором с образцом), определяется ее импедансом. Частота генератора с калиброванной ячейкой f_k регулируется сопротивлением R_k и емкостью C_k этой ячейки так, чтобы разность частот обоих генераторов Δf или частота биений были равны нулю. Этому условию, как и в мостовых методах, отвечает равенство соответствующих параметров обеих ячеек ($C = C_k$, $R = R_k$). По достижении этих условий диэлектрическая проницаемость и тангенс угла потерь определяются по формулам (16)–(18).

Метод сравнения параметров измерительной и калиброванной ячеек путем измерения частоты биений соответствующих генераторов отличается высокой точностью, так как позволяет фиксировать ничтожные изменения (до 10^{-4} %) емкости измерительного конденсатора.

Измерения в частотной области в цепях с распределенными параметрами

При измерениях в диапазоне частот 10^7 – 10^{12} Гц измерительные средства реализуются цепями с распределенными параметрами. В группу этих средств входят коаксиальные линии, волноводы прямоугольного либо круглого сечения, антенные измерители (в свободном пространстве), квазиоптические системы и объемные резонаторы. Во всех перечисленных средствах измерения, кроме объемных резонаторов, комплексная диэлектрическая проницаемость определяется через коэффициенты распространения электромагнитного поля – коэффициенты отражения и/или поглощения (пропускания). Методы измерения, основанные на этом подходе, объединяются под общим названием – рефлектометрия [4, 20, 21, 34, 40, 50].

Все рефлектометрические методы определения диэлектрических свойств в системах с коаксиальными линиями и волноводами, базируются на следующих соображениях. Сигнал, введенный в бесконечно длинную однородную коаксиальную линию или в волновод с определенным характеристическим (волновым) сопротивлением Z_0 , не дает отражений. Если же на каком-то участке, на расстоянии l от начала коаксиальной линии (либо волновода), помещается образец с импедансом Z_s , отличающимся от волнового сопротивления линии Z_0 , то часть энергии электромагнитного поля отражается, а другая часть проходит через образец. Амплитуды и фазы падающих и отраженных волн измеряются, и по ним вычисляется комплексный коэффициент отражения $k^*(l)$ от образца, помещенного в коаксиальную линию (или волновод) на расстоянии l от ее начала.

Коэффициент отражения определяется отношением комплексной амплитуды отраженного сигнала U_{ref}^* к комплексной амплитуде падающего сигнала U_{inc}^* [34]:

$$k_r^*(l) = U_{\text{ref}}^* / U_{\text{inc}}^* \quad (19)$$

По комплексному коэффициенту отражения определяется импеданс $Z_s^*(\omega)$ исследуемого образца, являющийся функцией комплексной диэлектрической проницаемости ϵ^* и частоты ω :

$$Z_s^*(\omega) = Z_0 \frac{1 + k_r^*(l)}{1 - k_r^*(l)}, \quad (20)$$

где Z_0 – волновое сопротивление волновода. По действительной и мнимой составляющим комплексного импеданса $Z^*(\omega) = Z'(\omega) + i Z''(\omega)$ определяется комплексная диэлектрическая проницаемость $\varepsilon^*(\omega)$ для конкретной частоты ω [4, 34]. Аналогичный подход реализуется и при использовании коэффициента пропускания k_t^* , представляющего отношение сигнала U_{trans} , прошедшего через образец, к падающему сигналу U_{inc} :

$$k_t^* = U_{\text{trans}}/U_{\text{inc}}. \quad (21)$$

Весь вычислительный процесс, включая регистрацию и анализ сигналов, осуществляется по определенной программе специализированным обрабатывающим блоком – анализатором сети (network analyzer). Анализаторы сети, рассчитанные на разные диапазоны частот вплоть до 100 ГГц, выпускаются промышленностью, например компаниями Agilent, National Instruments и др. [6, 12, 32, 34, 40, 46]. Выделение падающего и отраженного сигналов, направляемых в анализатор сети, осуществляется специальными направленными ответвителями, которые врезаются в определенных местах в измерительный канал, в коаксиальную линию или волновод.

Определение диэлектрической проницаемости по коэффициентам отражения или пропускания реализуется и при измерениях в свободном пространстве с помощью направленных антенн. К системам с распределенными параметрами относятся также объемные резонаторы, с помощью которых диэлектрические свойства образца определяются по вносимому им изменению резонансной частоты и добротности резонатора.

Измерения с применением волноводов и коаксиальных линий

Схема измерения диэлектрических свойств образца с помощью волноводов включает генератор электромагнитных колебаний, измерительный узел в виде волновода прямоугольного или круглого сечения, исследуемый образец, направленные ответвители падающего, отраженного и проходящего сигналов, анализатор сети (рис. 6, а, б, в). Генерируемый сигнал заданной фиксированной частоты направляется в волновод или в коаксиальную линию с по-

мощью петли или штыря в виде центрального провода коаксиальной линии. Часть падающей волны отражается от поверхности образца, внесенного в среднюю часть волновода, другая часть, претерпевая частичное поглощение, проходит через образец. С помощью направленных ответвителей часть сигнала генератора (падающей волны) и отраженный сигнал, а также сигнал, прошедший через образец, направляются в сетевой анализатор, который определяет амплитуды и фазы всех сигналов и по ним вычисляет комплексные коэффициенты отражения и прохождения. Обработывающая система по этим данным вычисляет комплексную диэлектрическую проницаемость (рис. 6, в). Аналогичная схема измерения применяется при использовании коаксиальной линии. Измерения могут производиться в достаточно широком диапазоне частот. Нижний предел диапазона, однако, ограничен длиной образца, которая должна быть в несколько раз больше длины волны.

Разновидностью волноводных методов является метод открытой коаксиальной линии. При этом методе измеряется только отраженный сигнал от образца, находящегося в непосредственном контакте с открытым концом коаксиальной линии (рис. 6, г). Схема измерения аналогична представленной на рис. 6, в с той разницей, что проходящий сигнал не регистрируется. Комплексная диэлектрическая проницаемость определяется только по вычисляемому анализатором комплексному коэффициенту отражения, который, в свою очередь, преобразуется обрабатывающей программой в действительную и мнимую части диэлектрической проницаемости. Достоинством метода является возможность исследования твердых образцов без подгонки их размеров к поперечному сечению волновода или коаксиальной линии. Это позволяет производить измерение диэлектрической проницаемости крупного массива без извлечения из него образца. Необходима лишь хорошо обработанная поверхность образца, контактирующая с торцом коаксиальной линии. При исследовании жидких и сыпучих образцов достаточно незначительного погружения в жидкость (или порошок) открытого конца коаксиальной линии [6, 27, 33, 32, 36, 40, 41, 46, 48].

Достоинством всех методов измерения диэлектрических свойств образцов в волноводах и в коаксиальных линиях является возможность исследования веществ со средними и большими потерями.

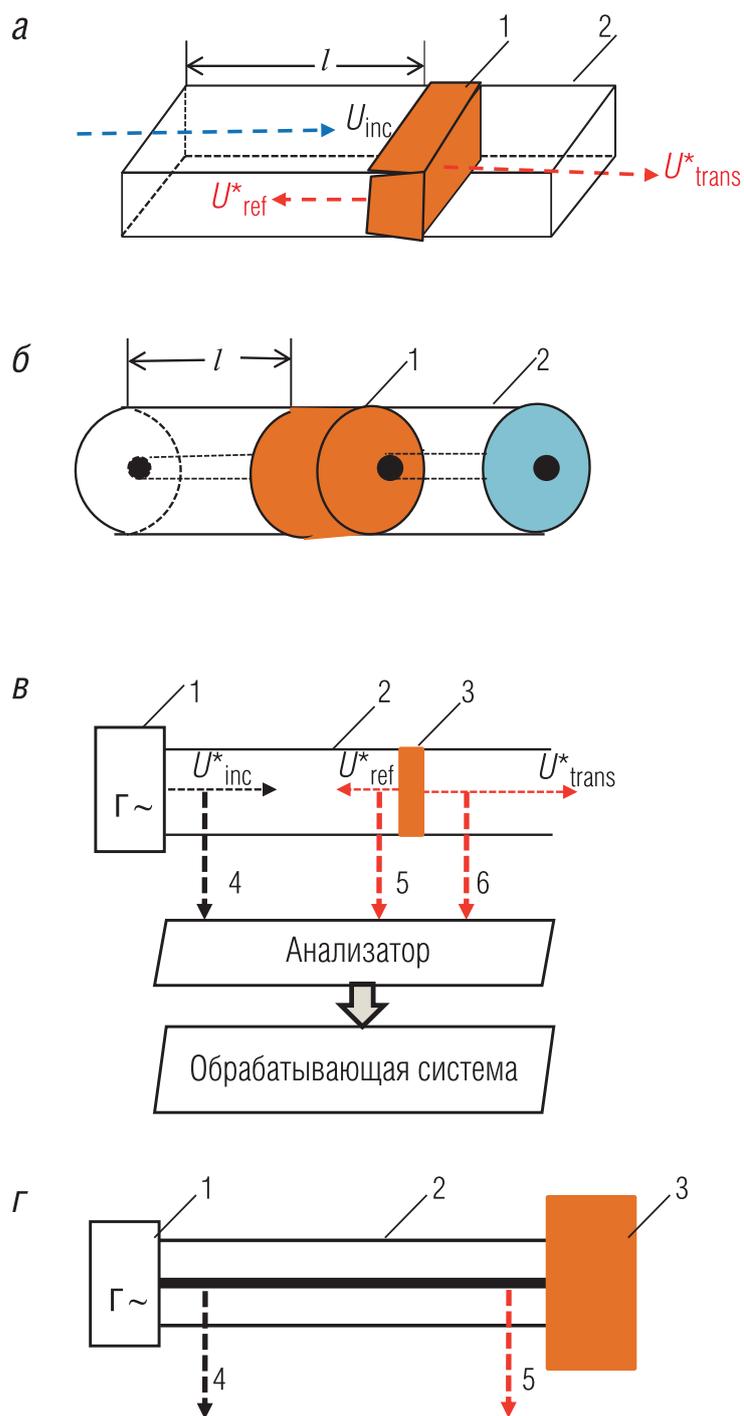


Рис. 6. Схема измерений с использованием волноводов и коаксиальных линий:

а, б – схематическое представление соответственно волновода и коаксиальной линии: 1 – образец; 2 – волновод, коаксиальная линия; в – схема измерений с применением волновода: 1 – генератор; 2 – волновод; 3 – образец; 4, 5, 6 – направленные ответвители соответственно падающего, отраженного и проходящего сигналов; г – схема измерения при открытом конце коаксиальной линии: 1 – генератор; 2 – коаксиальная линия; 3 – образец, приложенный к открытому концу коаксиальной линии; 4, 5 – направленные ответвители падающего и отраженного сигналов

Рефлектометрия в свободном пространстве

Одна из модификаций рефлектометрии, реализуемая в микроволновом диапазоне, состоит в проведении измерений в свободном пространстве, то есть в условиях, когда образец не находится в прямом контакте с элементами измерительной схемы. Существуют два варианта измерений диэлектрической проницаемости в свободном пространстве. В одном варианте образец располагается между узконаправленными антеннами, излучающей и приемной (рис. 7, а). Электромагнитное излучение в микроволновом диапазоне фокусируется на образце, предпочтительно в форме пластины, поверхность которого перпендикулярна направлению падающего луча. Приемная антенна регистрирует излучение, прошедшее через образец. Во втором варианте излучение антенны направлено на образец под определенным углом, а приемная антенна ориентирована так, чтобы регистрировать отраженное излучение (рис. 7, б).

В обоих вариантах как падающий, так и проходящий (или отраженный) лучи подаются на сетевой анализатор, который определяет комплексный коэффициент поглощения или отражения и по нему, вычисляет комплексную диэлектрическую проницаемость аналогично тому, как это осуществляется в волноводных методах.

При измерениях в свободном пространстве возникает множество паразитных отражений в пространстве между образцом и антеннами. Эти отражения, попадая в приемную антенну, искажают результаты измерения. Поэтому перед началом измерений необходимо по возможности устранить паразитные отражения и затем провести калибровку системы путем измерений как без образца, так и с эталонными образцами.

Основное достоинство метода состоит в том, что благодаря отсутствию необходимости в прямом механическом контакте образца с элементами измерительной системы измерения можно проводить в сложных условиях, например при высокой температуре и/или давлении. К числу основных недостатков метода относятся требования к подготовке образца, который должен быть достаточно большого размера и иметь хорошо обработанную плоскую поверхность [6, 26, 32, 33, 40, 41, 46, 50].

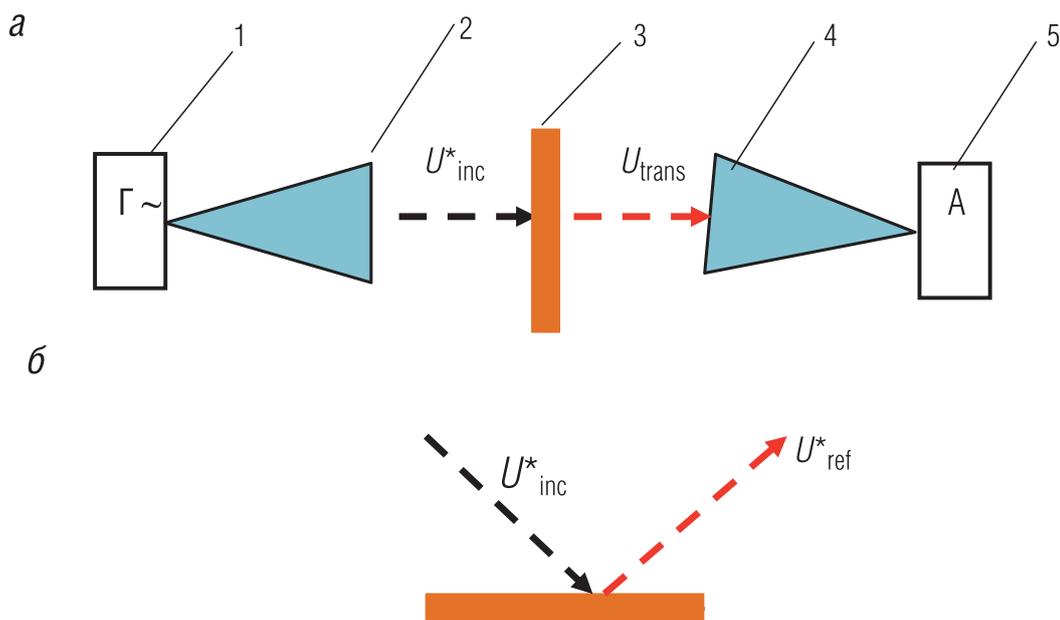


Рис. 7. Схема измерения направленными антеннами:
 а – схема измерения по поглощению: 1 – генератор; 2 – излучающая антенна;
 3 – образец; 4 – приемная антенна; 5 – анализатор; б – схема измерений по отражению

Метод объемного резонатора

Объемный резонатор представляет собой замкнутую полость, заполненную воздухом и ограниченную стенками из хорошо проводящего материала. Резонатор может иметь различную форму – эллипсоидальную, сферическую, цилиндрическую и т. п. и, в частности, представлять собой отрезок прямоугольного или цилиндрического волновода. Вынужденные колебания в полости резонатора могут быть возбуждены с помощью введенного внутрь штыря (центрального провода коаксиального кабеля) или петли, подключенной к кабелю. Электромагнитные колебания, возбужденные в полости, претерпевают многочисленные отражения от стенок полости, в которых поглощается часть электромагнитной энергии. В диапазоне сантиметровых и миллиметровых волн при совпадении частоты колебаний и собственной частоты резонатора наступает резонанс. Как элемент электрической цепи объемный резонатор ведет себя подобно колебательному контуру, содержащему емкость C , индуктивность L и сопротивление R . Импеданс такого контура Z является комплексной величиной и описывается соотношением

$$Z = (i\omega L + R)/(1 - \omega^2 LC + i\omega CR). \tag{22}$$

Отношение энергии, введенной в резонатор за один период колебания, к энергии, поглощенной за это же время стенками резонатора и внесенными в него предметами, характеризует добротность резонатора Q . Величина добротности определяется характеристиками эквивалентного контура – индуктивностью L и сопротивлением R и вычисляется отношением резонансной частоты ω_0 к полосе пропускания при резонансе $2\Delta\omega$. Полоса пропускания $2\Delta\omega$ определяется разницей частот, фиксируемой резонансной кривой на половине высоты импеданса в точке резонанса (рис. 7, а).

$$Q = \omega L/R = \omega_0/2\Delta\omega = 1/\text{tg}\delta. \quad (23)$$

Определение диэлектрической проницаемости осуществляется следующим образом. Вначале частота генератора регулируется так, чтобы резонатор вошел в режим резонанса, и вблизи резонанса оценивается изменение импеданса с частотой. По полученным данным сетевым анализатором определяются полоса пропускания и добротность на частоте резонанса. Затем в полость резонатора вводится образец, который вносит возмущение в условия резонанса, в результате чего резонансная частота и добротность резонатора уменьшаются. Процедура измерения повторяется, определяются новая резонансная частота и добротность. Степень возмущения зависит не только от диэлектрической проницаемости и тангенса угла потерь образца, но и от соотношения объемов образца и резонатора. Действительная ε' и мнимая ε'' составляющие диэлектрической проницаемости вычисляются с учетом объемов образца и резонатора путем сопоставления резонансных частот резонатора до и после введения образца и соответствующих им значений добротности. Величины ε' и ε'' определяются следующими соотношениями:

$$\varepsilon' = A \left(\frac{f_0 - f_s}{f_s} \right) \frac{V_0}{V_s} + 1; \quad (24)$$

$$\varepsilon'' = B \left(\frac{1}{Q_s} - \frac{1}{Q_0} \right) \frac{V_0}{V_s}, \quad (25)$$

где f_0 и f_s – резонансные частоты; Q_0 и Q_s – добротности при пустом резонаторе и введенном в него образце соответственно; V_0 и V_s – объем резонатора и введенного образца соответственно. Коэффициенты

А и В зависят от многих факторов – формы, размера и положения образца в волноводе и геометрических характеристик волновода. Они определяются в результате градуировки. Все операции по измерению и обработке данных осуществляются каким-либо видом промышленно выпускаемых схемных анализаторов. Объемные резонаторы характеризуются очень высокой добротностью, более 2000, что делает их исключительно чувствительными и позволяет производить измерения при малых размерах образца. Измерения осуществляются с высокой точностью: тангенс угла потерь – 0,0005, относительная диэлектрическая проницаемость – ± 1 . Недостатком метода является ограниченное число частот, на которых возможно проводить измерения [6, 32, 33, 40, 41, 45, 50].

Измерения во временной области

Как было показано выше, процесс поляризации в веществе (диэлектрике) при практически мгновенном включении постоянного электрического поля происходит с задержкой, различной для разных групп заряженных частиц, электронов, ионов, молекул, а также зарядов, образующихся в результате миграции на границах между разнородными диэлектриками. Запаздывание, или релаксация, отражающее инерционность процесса поляризации, может охватывать большой диапазон времен, от 10^{-14} секунды до десятков секунд и более. Этому временному диапазону отвечает и диапазон частот переменного (синусоидального) электрического поля, в котором наблюдаются те же поляризационные процессы. Иными словами, кривая изменения степени поляризации (и, следовательно, диэлектрической проницаемости) во времени содержит те же сведения о диэлектрических свойствах исследуемого образца, как и частотная зависимость того же параметра. Обе зависимости могут быть преобразованы одна в другую с помощью преобразования Фурье. Измерение диэлектрической проницаемости во временной области могут производиться как в цепях с сосредоточенными, так и распределенными параметрами [4, 6, 15, 19, 20, 21, 26, 34, 51].

Измерения в цепях с сосредоточенными параметрами

При измерении во временной области в цепях с сосредоточенными параметрами, как и при измерениях в частотной области ($10^{-6} - 10^7$ Гц),

измерительная ячейка с исследуемым образцом может рассматриваться как конденсатор емкостью C с параллельно включенным сопротивлением R . При этом измеряемая диэлектрическая проницаемость, как функция времени $\varepsilon(t)$ определяется отношением меняющейся во времени емкости конденсатора $C(t)$ к емкости того же конденсатора C_0 в отсутствии образца:

$$\varepsilon(t) = C(t)/C_0. \quad (26)$$

Измерение меняющейся во времени емкости конденсатора может быть осуществлено путем измерения общего тока поляризации, то есть суммы тока проводимости и тока смещения $I(t)_{\text{pol}}$, в интервале времени от момента включения напряжения E_0 , t_∞ до окончания процесса поляризации t_s , когда общий ток приближается к нулю (при непроводящем диэлектрике) или становится равным току проводимости I_σ при проводящем диэлектрике (рис. 8, а). Изменение тока $I(t)_{\text{pol}}$ при постоянном значении поляризующего напряжения характеризует процесс накопления заряда на измерительном конденсаторе и, следовательно, изменение емкости $C(t)$ конденсатора. Измерение может производиться также и в режиме деполяризации, то есть при разряде конденсатора после завершения поляризации образца (рис. 8, б). Измерение разрядного тока $I(t)_{\text{depol}}$ прекращается, когда ток приближается к нулю (ток проводимости отсутствует). В обоих вариантах, идентичных по результатам, для измерения тока через образец используются высокочувствительные измерители тока на основе операционных усилителей с сильной отрицательной обратной связью (электрометры), обеспечивающие динамический диапазон от 10^{-3} до 10^{-15} А (рис. 8, в) [4, 9, 26, 34, 51].

Изменение тока во времени $I(t)$ связано с емкостью конденсатора $C(t)$ соотношением

$$\frac{dC(t)}{dt} = \frac{I(t)}{E_0}, \quad (27)$$

а по величине $C(t)$ определяется зависимость диэлектрической проницаемости $\varepsilon(t)$ от времени) [4, 34]:

$$\varepsilon(t) = C(t)/C_0. \quad (28)$$

Полученную при измерении зависимость емкости конденсатора $C(t)$ от времени преобразованием Фурье можно представить в форме

комплексной емкости конденсатора, а диэлектрическую проницаемость образца перевести в частотную область [2, 4, 9, 13, 34]:

$$C^*(\omega) = C'(\omega) - C''(\omega) = \int_0^{\infty} [dC(t)/dt] e^{-i\omega t} dt; \quad (29)$$

$$\varepsilon^*(\omega) = C^*(\omega)/C_0. \quad (30)$$

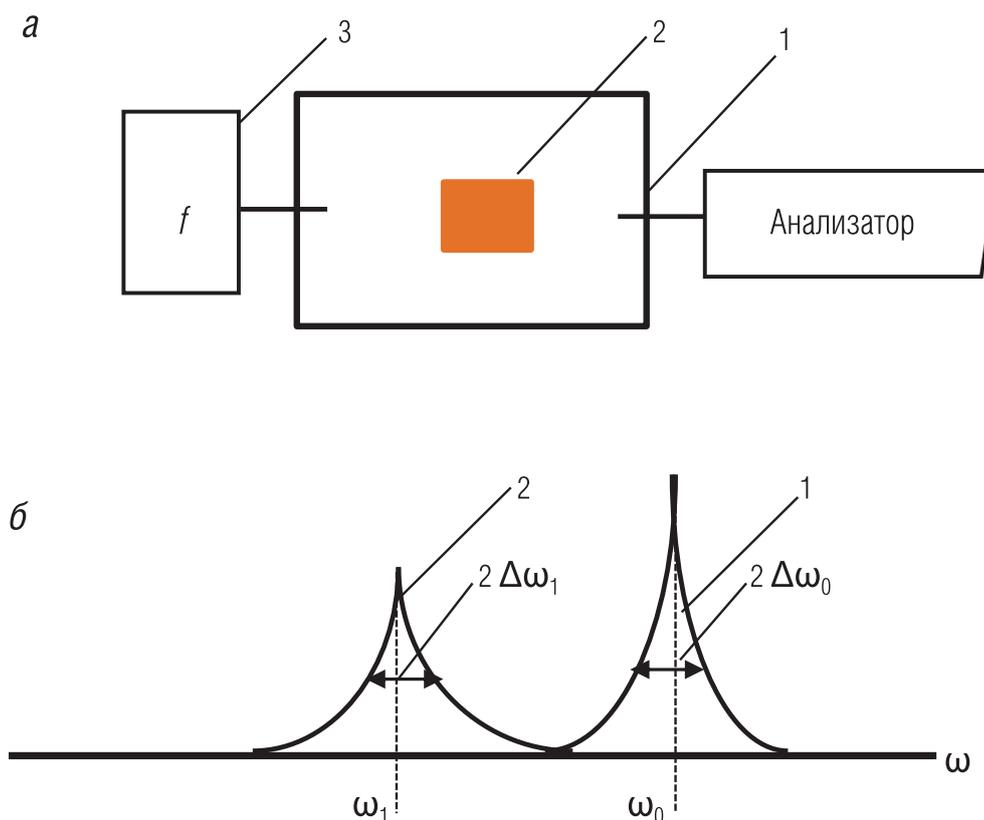


Рис. 8. Принцип измерения с применением объемного резонатора: а – схема измерительной установки: 1 – объемный резонатор; 2 – образец; 3 – генератор; б – резонансные кривые объемного резонатора без образца и с образцом: 1 – резонанс без образца, угловая частота ω_0 ; 2 – резонанс с образцом, угловая частота ω_1

Измерения в цепях с распределенными параметрами

При измерениях во временной области, производимых в цепях с распределенными параметрами, исследуемый образец, помещенный в специальный держатель, располагается в коаксиальной линии (или волноводе) на определенном расстоянии от ее начала, подсоединенного к генератору. При включении генератора на коаксиальную линию подается постоянное напряжение, изменяющееся очень быстро, ступенчато (теоретически мгновенно), от нуля до определенной

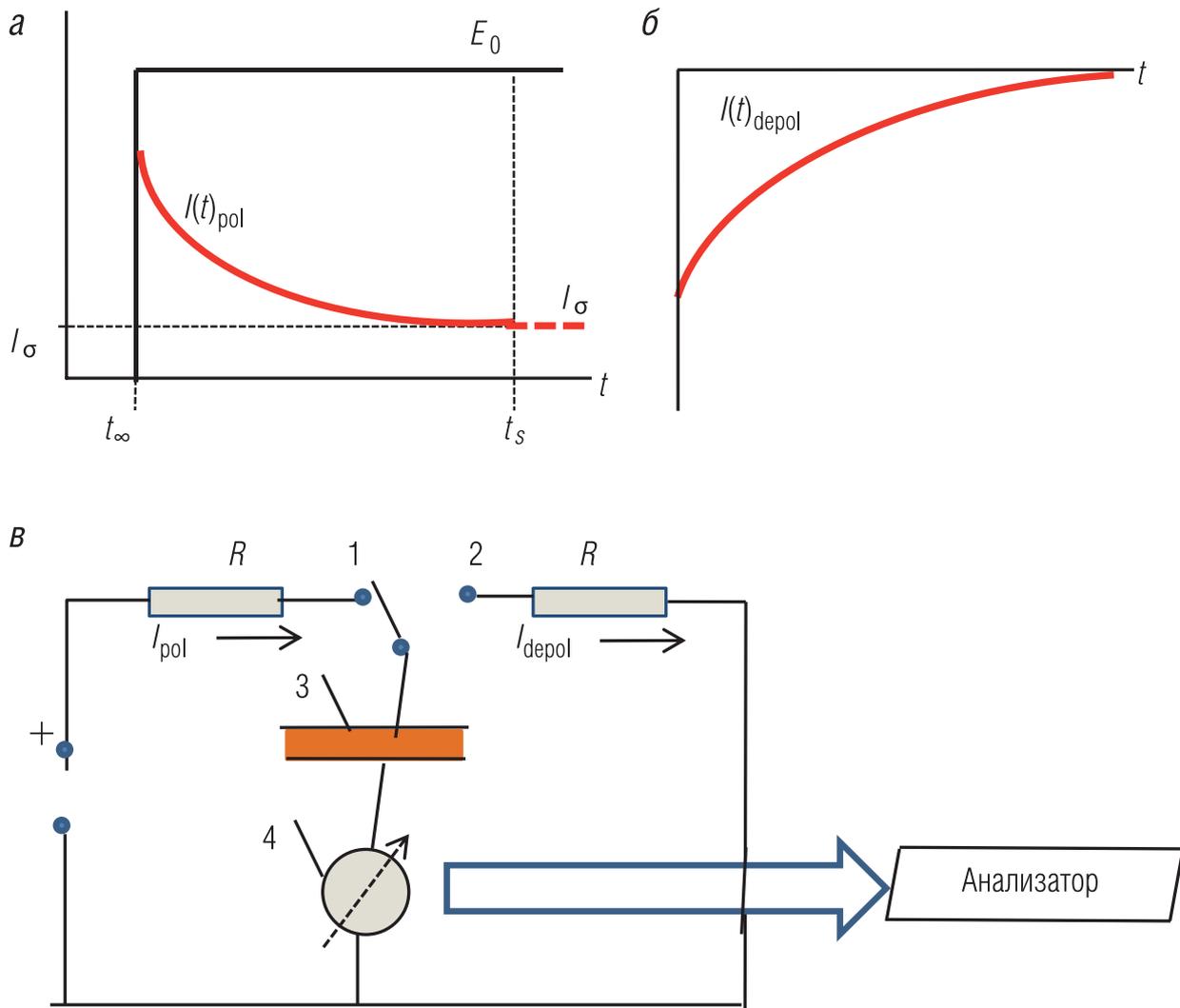


Рис. 9. Принцип измерения диэлектрической проницаемости во временной области в цепях с сосредоточенными параметрами:

а – зависимость тока поляризации $I(t)_{pol}$ от времени; *б* – зависимость разрядного тока $I(t)_{depol}$ от времени; *в* – принципиальная схема измерения: 1 и 2 – положения переключателя соответственно при заряде и разряде конденсатора

величины. Момент подачи сигнала ступенчатой формы (падающего сигнала) и его постоянное значение, поддерживаемое на одном уровне в процессе измерения, регистрируются анализатором, содержащим считывающее устройство (рис. 10). Отраженный от образца сигнал подходит к анализатору с задержкой относительно момента регистрации падающего сигнала, равной двойному времени прохождения сигнала от анализатора до образца. Считывание значений падающего и отраженного сигналов производится с определенным шагом, иногда возрастающим в геометрической прогрессии, в течение всего времени

до достижения отраженным сигналом асимптотического значения. Таким образом, записываются изменения во времени падающего $V_0(t)$ и отраженного $R(t)$ сигналов. По полученным временным функциям $V_0(t)$ и $R(t)$ может быть определена зависимость комплексной диэлектрической проницаемости $\varepsilon^*(\omega)$ от частоты ω , то есть спектр в частотной области:

$$\varepsilon^*(\omega) = \frac{1}{i\omega C_0 Z_0} \frac{L[V_0(t) - R(t)]}{L[V_0(t) + R(t)]}, \quad (31)$$

где C_0 – емкость пустого держателя образца; Z_0 – волновое сопротивление коаксиальной линии; L – оператор преобразования Лапласа⁵ [19, 20, 21, 26, 34, 50].

Типовые осложнения при измерении диэлектрической проницаемости

Всем методам измерения диэлектрической проницаемости свойственны те или иные виды осложнений, которые необходимо устранять или, по крайней мере, учитывать при организации исследований и обработке результатов. Эти осложнения, приводящие к ошибкам измерения, носят разный характер и по-разному проявляются в различных частях частотного спектра.

В измерительных схемах с сосредоточенными параметрами одним из основных источников ошибок являются поля рассеяния на краях конденсатора, плоского или цилиндрического, из-за которых не удается точно рассчитать собственную, без вложенного образца, емкость измерительного конденсатора C_0 . Чтобы избежать влияния полей рассеяния, плоский конденсатор с обкладками в виде дисков снабжается дополнительным, экранным электродом в форме концентричного кольца, отделенного от центрального электрода зазором порядка 1 мм. Экранный электрод не входит в измерительную цепь, но находится под тем же потенциалом, что и центральный электрод. Благодаря этому все поля рассеяния концентрируются на внешних краях экранного электрода. У внутреннего электрода при этом полей рассеяния нет и, следовательно, емкость измерительной части конденсатора без образца может быть рассчитана по геометрическим параметрам. Аналогичным образом

⁵ Преобразованием Лапласа функция вещественной переменной, например времени $f(t)$, преобразуется в функцию комплексной переменной: $L\{f(t)\} = \int_0^{\infty} e^{-i\omega t} f(t) dt$.

экранный электрод цилиндрического конденсатора выполняется в виде дополнительной внешней цилиндрической обкладки, смещенной по оси цилиндра на небольшое, порядка 1 мм, расстояние. Рассчитанную собственную емкость измерительного конденсатора любой формы рекомендуется уточнять путем его калибровки с помощью эталонных непроводящих образцов с известными значениями диэлектрической проницаемости [2, 4, 13, 18, 25, 26, 32, 33, 34, 42, 50].

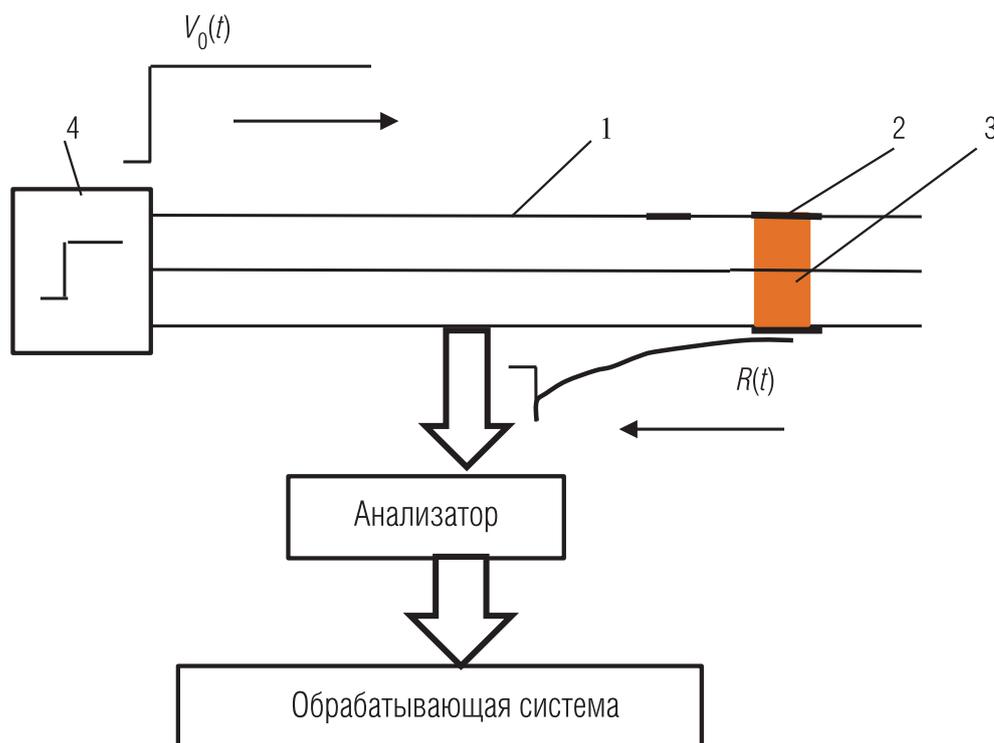


Рис. 10. Схема измерения диэлектрической проницаемости во временной области в цепях с распределенными параметрами:

1 – коаксиальная линия; 2 – держатель образца; 3 – образец; 4 – генератор

Другой серьезный источник помех связан с образованием электродной поляризации, вызванной миграцией зарядов и их концентрацией на границе диэлектрика и обкладки конденсатора. Электродная поляризация вносит значительный вклад в измеряемую поляризацию, искажая тем самым и диэлектрическую проницаемость образца. Электродная поляризация проявляется особенно сильно на низких частотах, растет с увеличением проводимости образца и зависит от его толщины. Для снижения электродной поляризации рекомендуется изготавливать обкладки измерительного конденсатора из посеребрен-

ной или позолоченной латуни или из титана. Поправку на влияние электродной поляризации предложено вводить путем проведения измерений одного и того же образца при существенно различающихся толщинах [4, 19, 25, 42].

При проведении измерений схемами с распределенными параметрами, в частности в волноводах и коаксиальных линиях, специальные требования предъявляются к форме исследуемого образца. Образцы твердого материала требуют тщательной обработки, обеспечивающей плотное прилегание образца к держателю. Должно быть обеспечено также тесное прилегание держателя образца к стенкам волновода, так как воздушные зазоры приводят к трудно учитываемым погрешностям. Отражающая поверхность образца должна быть строго перпендикулярна к оси линии или волновода. Чтобы избежать отражения сигнала от конца образца, его длина не должна быть кратной половине длины волны в образце и существенно, на порядок, превышать длину волны. Жидкие или сыпучие образцы должны помещаться в герметичные измерительные ячейки.

Все измерительные системы, работающие в диапазоне высоких частот, подвержены влиянию паразитных емкостных и индуктивных связей. Учесть их влияние на результат измерения практически невозможно, тем более, что эти связи меняются даже при незначительном взаимном перемещении элементов измерительной схемы. Помимо этого все соединения элементов измерительной схемы должны быть согласованы по волновым характеристикам с тем, чтобы избежать паразитных отражений. Все это требует проведения калибровки измерительной системы перед каждым сеансом измерения [4, 20, 34, 50].

Заключение

Организация исследований диэлектрических свойств пород требует привлечения определенного комплекта средств измерения, отвечающего выбранному для исследования интервалу частотного спектра и размерам образца. Комплектация требуемых измерительных устройств обеспечивается наличием в продаже выпускаемых промышленностью разнообразных измерителей диэлектрической проницаемости и сетевых анализаторов, обрабатывающих результаты измерения.

Измерения в частотной области обеспечивают высокую точность определения комплексной диэлектрической проницаемости, но прак-

тически могут быть выполнены лишь в ограниченном числе точек частотного диапазона. Выявление для детального исследования наиболее интересных интервалов диэлектрического спектра целесообразно осуществлять во временной области. Хотя эти измерения несколько уступают по точности измерениям в частотной области, они дают картину сплошного спектра, в которой легко выбрать для детализации наиболее интересные аномалии. По-видимому, рекогносцировочные измерения диэлектрической дисперсии образцов пород в широком спектре целесообразно проводить во временной области, а детальные исследования в ограниченном интервале частот проводить в частотной области.

Частотная дисперсия комплексной диэлектрической проницаемости горных пород как диагностический параметр при оценке насыщенности и фильтрационно-емкостных свойств коллекторов нефти и газа требует более детального исследования. Технология диэлектрической спектроскопии может помочь в разрешении этой проблемы.

ЛИТЕРАТУРА

1. Андреев Е. В. Сильные релаксационные поляризации в диэлектрике // http://hub.sfedu.ru/media/diss/2fe0ff62-6923-4a01-a055-1b77ab16fc24/Диссертация_Андреев.pdf
2. Гусев Ю. А. Основы диэлектрической спектроскопии. Казань, 2008 // http://kpfu.ru/docs/F312491640/gusev_diel_spectrosc.pdf
3. Духин С. С., Шилов Н. Н. Диэлектрические явления и двойной слой в дисперсных системах и электролитах. Киев, 1972.
4. Малышкина И. А. Основы метода диэлектрической спектроскопии: Учебное пособие. М.: МГУ, 2012. С. 80 // http://polly.phys.msu.ru/new_site/staff/person/malyshkina/files/Malyshkina_DielSpectr_v2016.pdf
5. Шуваев В. П. Кинетическая теория ионной миграционной поляризации и неомической электропроводности полимерных диэлектриков // Молекулярные соединения. 1989. Т. (А)XXI. № 11. С. 2304–2310 // http://polymsci.ru/static/Archive/1989/VMS_1989_T31_11/VMS_1989_T31_11_2304-2310.pdf
6. Agilent Technologies. Basics of Measuring the Dielectric Properties of Material // http://academy.cba.mit.edu/classes/input_devices/meas.pdf
7. AlMarzooq A., AlGHamdi T., Salim A. et al. An Integrated Workflow Using Spectroscopy, Dielectric Dispersion, and NMR for the Characterization of Shale Plays – Application to a Silurian Shale // SPWLA 55th Annual Logging Symposium. 2014. May18–22. Paper ZZ.
8. Bapna P. C., Joshi S. Measurement of Dielectric Properties of Various Marble Stones of Mewar Region of Rajadthan at X-band Microwave Frequencies // International Journal

- of Engineering and Innovative Technologies. 2013. V. 2. Issue 7 // http://www.ijeit.com/vol%202/Issue%207/IJEIT1412201301_30.pdf
9. *Bouaicha A., Fofana I., Farzaneh M. et al.* Dielectric Spectroscopy Techniques as Quality Control Tool: a Feasibility Study // IEEE Electrical Insulation Magazine, Institute of Electrical and Electronics Engineers. 2009. V. 25. Issue 1. P. 6–14.
10. *Chaplin M.* Water Molecule Structure // Water Structure and Science // http://www.Islbu.ac.uk/water/water_molecule.html
11. *Chaplin M.* Explanations of the Material Anomalies of Water // Water Structure and Science // http://www.Islbu.ac.uk/water/material_anomalies.html
12. Chemistry, LibreText. Relationship between Bond Length, Electronegativity and Dipole Moments in Simple Diatomics // https://chem.libretexts.org/Core/Physical_and_Theoretical_Chemistry/Physical_Properties_of_Matter/Atomic_and_Molecular_Properties/Dipole_Moments
13. *Chung B.-K.* Dielectric Constant Measurement for Thin Material at Microwave Frequencies, Progress in Electromagnetics Research. 2007. PIER 75. P. 39–52 // <http://www.jpier.org/PIER/pier75/14.07052801.Chung.pdf>
14. *Clennell B., Gosh M., Han T.* Dielectric Responses of Carbonates from an Albian Carbonate Reservoir, Xampos Basin, Nrazil // SPWLA 56th Annual Logging Symposium. 2015. May 18–22. Paper Q.
15. *Daosheng Ling, Yun Zhao, Yunlong Wang and Bo Huang.* Study on Relationship between Dielectric Constant and Water Content of Rock-Soil Mixture by Time Domain Reflectometry // Journal of Sensors. 2016. Volume 2016. Article D2827890.10 p. // 2016 // <https://www.hindawi.com/journals/js/2016/2827890/>
16. *Donadille J.-M., Faivre O., Leech R.* Fundamentals of Dielectric Dispersion Logging. Schlumberger Press, 2015. P. 173.
17. *Erdem O. F., Pampel A., Michel D.* Slow Motion of Confined Molecules: NMR and Broad Band Dielectric Spectroscopy Investigations // Journal of Nanoscience and Nanotechnology. 2008. V. 8. № 2. P. 887–983.
18. *Emert S., Wolf M., Krohn S. et al.* Electrode Polarization Effects in Broadband Dielectric Spectroscopy // The European Physical Journal B. 2011. V. 83. P. 157–165.
19. *Feldman Yu.* Time Domain Dielectric Spectroscopy, Advantages and Disadvantages // International Conference on Dielectric Materials Measurements & Applications. September 1996. Publication Number 430 // <http://ieeexplore.ieee.org/document/607342/>
20. *Feldman Yu., Gusev Yu. A., Vasilyeva A. M.* Dielectric Relaxation Phenomena in Complex Systems: Tutorial. Kazan University, 2012. P. 134 // http://kpfu.ru/docs/F789845537/Dielectric_Relaxation_Phenomena_in_Complex_Systems.pdf
21. *Feldman Yu. et al.* Time Domain Dielectric Spectroscopy: An Advanced Measuring System // Review of Scientific Instruments. 1996. V. 67. № 9. P. 3208–3216 // https://www.researchgate.net/profile/Yuri_Feldman2/publication/224480664_Time_domain_dielectric_spectroscopy_An_advanced_measuring_system/links/02bfe512898b661c45000000/Time-domain-dielectric-spectroscopy-An-advanced-measuring-system.pdf

22. Free D., Seleznev N., Hou Ch.-Y. et al. A Physics-Based Model for the Dielectric Response of Shaly Sands // SPWLA 57th Annual Logging Symposium. 2016. June 25–29. Paper L.
23. Grove T., Masters F., Miers I. Determining Dielectric Constants Using Parallel Plate Capacitor // American Journal of Physics. 2005. V. 73. № 1. P. 52–56.
24. Frojlich H. Theory of Dielectrics. Second edition. Larendon Press, 1958.
25. Gomez-Sangez A., Felice C. J. Description of Corrections on Electrode Polarization Impedance Using Isopotential Interface Factor // Journal of Electrical Bioimpedance. 2012. V. 3. P. 29–35.
26. Hager N. E. Broadband Time Domain-Reflectometry Dielectric Spectroscopy Using Variable-Time-Scale Sampling // Scientific Instruments. 1994. V. 65. № 4. P. 887–891 // http://www.msi-sensing.com/pubs/msi_nonuniform_rsi_1994.pdf
27. Hewlett-Packard. Application note. Understanding the Fundamental Principles of Vector Network Analysis // <https://www.jlab.org/uspas11/Reading/RF/HP%20Understanding%20the%20Fundamental%20Principles%20of%20Vector%20Network%20analysis.pdf>
28. Hippel A. Dielectric Materials and Application. MIT Press, 1966.
29. Jong-Ho Park. Complex Dielectric Properties of Crude Oils in the Wide Frequency Range 10^{-2} – 10^9 // New Phyzics: Sae Mulli. 2014. V. 64. № 7. P. 692–695.
30. Josh M., Clennell B., Siggins S. Practical Broadband Dielectric Measurement of Geological Samples // SPWLA 50th Annual Logging Symposium. 2009. June 21–24. Paper DD.
31. Josh M., Clrnell B., Han M. C. T. Dielectric Permittivity and Anisotropy of Intact Multi-Saturated Organic Shale // SPWLA 57th Annual Logging Symposium. 2016. June 25–29. Paper W.
32. Keysight Technologies. Basics of Measuring the Dielectric Properties of Materials // <http://literature.cdn.keysight.com/litweb/pdf/5989-2589EN.pdf>
33. Komarov V., Wang S., Tang J. Permittivity and Measuring. Encyclopedia of RF and Microwave Engineering. 2005. P. 1693–1711 // <http://public.wsu.edu/~sjwang/dp-rf-mw.pdf>
34. Kremer F., Schonhals A. Broaband Dielectric Spectroscopy. Springer Verlag. Berlin–Heidelberg–New-York, 2000. P. 728.
35. Lower S. A Gentle Introduction to Water and its Structure // <http://www.Cheml.com/acad/sci/aboutwater>
36. Luque F. J., Dehex F., Chipot C., Orosco M. Polarization Effects in Molecular Interactions. Wiley Interdisciplinary Reviews: Computational and Molecular Science. 2011. V. 1. Issue 5. P. 844–854.
37. Lusceac S. A., Rosenstihk M., Vogel M. et al. NMR and Dielectric Studies of Hydrated Collagen and Elastin: Evidence for a Delocalized Secondary Relaxation // <https://arxiv.org/ftp/arxiv/papers/1004/1004.4119.pdf>

38. *Mistra S., Lulling M. G., Rasmus J. et al.* Dielectric Effect in Pyrite-Rich Clays on Multifrequency Induction Logs and Equivalent Laboratory Measurements // SPWLA 57th Annual Logging Symposium. 2016. June 25–29. Paper Z.
39. *Mosse L., Carmona P., Decoster E. et al.* Dielectric Dispersion Logging in Heavy Oil: Xase Study from the Orinoco Belt // SPWLA 50th Annual Logging Symposium. 2009. June 21–24. Paper AAA.
40. National Instruments. Introduction to Network Analyzer Measurements // http://download.ni.com/evaluation/rf/Introduction_to_Network_Analyzer_Measurements.pdf
41. Techniques for Measurements Dielectric Properties // <https://www.degruyter.com/downloadpdf/books/9783110455403/9783110455403-007/9783110455403-007.pdf>
42. *Prodan C., Bot C.* Correcting the Polarization Effect in Very Low Frequency Dielectric Spectroscopy // Journal of Physics D, Applied Physics. 2007. V. 42.
43. *Rabinovich M., Liu S.* Challenges of Measuring Dielectric Anisotropy with High-Frequency Dielectric Logging Tool // SPWLA 56th Annual Logging Symposium. 2015. May 18–22. Paper JJ.
44. *Rai R., Davies R., Finnke M., Manning M.* Advances in High Frequency Dielectric Logging // SPWLA 32nd Annual Logging Symposium. 1991. 16–19 June.
45. *Rohde & Schwartz.* Measurement of Dielectric Material Properties. Application notes // https://scholar.google.com/scholar?q=Measurement+of+Dielectric+Material+Properties.+Application+notes&hl=en&as_sdt=0&as_vis=1&oi=scholar&sa=
46. *Rode Y. & Schwartz.* Measurents of Dielectric Material Properties.
47. *Seleznev N., Kleinberg R., Herron M. et al.* Applications of Dielectric Dispersion Logging to Oil Shale Reservoirs // SPWLA 52nd Annual Logging Symposium. 2011. May 14–18 21–24. Paper G.
48. *Skierucha V., Wilczek A.* A Sensor for Measuring Complex Soil Dielectric Permittivity in the 10–500 MHz Frequency Range // Sensors. V. 10. P. 3314–3329.
49. *Tetsuy H.* Dielectric Theory on the Interfacial Polarization for Two-Phase Mixtures // Bulletin of the Institute for Chemical Research. 1962. V. 39. Issue 6. P. 341–367 // https://repository.kulib.kyoto-u.ac.jp/dspace/bitstream/2433/75873/1/chd039_6_341.pdf
50. *Venkatesh M. S., Raghavan G. S. V.* An Overview of Dielectric Properties Measuring Techniques // Canadian Biosystems Engineering. 2005. V. 47. P. 7.15–7.30 // <http://www.csbe-scgab.ca/docs/journal/47/c0231.pdf>
51. *Zaengl W. S.* Dielectric Spectroscopy in Time and Frequency Domain for HV Power Equipmen (Transformers, Cables, etc.) // 12th International Symposium on High Voltage Engineering. Bangalore, 2001.