

УДК 621.317

Автоматизированная система измерения диэлектрических характеристик образцов во временной области. Валитов В.М., Ермолина И.В., Зуев Д.Ф., Фельдман Ю.Д. // Научное приборостроение. Автоматизация научных исследований. Л.: Наука, 1988, с 19

Описана автоматизированная система, предназначенная для измерения диэлектрических параметров веществ методом временной диэлектрической спектроскопии. Лит. - 10 назв., ил. - 8.

## АВТОМАТИЗИРОВАННАЯ СИСТЕМА ИЗМЕРЕНИЯ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ОБРАЗЦОВ ВО ВРЕМЕННОЙ ОБЛАСТИ

С появлением широкополосных стробирующих систем, генераторов импульсов с короткими фронтами и быстродействующих мини-ЭВМ в последние годы интенсивно развивается метод исследования диэлектрических релаксационных характеристик самых различных образцов во временной области. Суть этого метода во всех многочисленных экспериментальных разновидностях заключается в измерении искажений, претерпеваемых импульсом напряжения, Фурье-спектр которого содержит широкий набор частот при его отражении от образца или прохождении через него. За методом закрепилось название "временная диэлектрическая спектроскопия" (ВДС), хотя исследователи не всегда доводят процесс измерения до расчета диэлектрических спектров, ограничиваясь анализом полученных результатов непосредственно во временной области. В этом случае правильнее было бы назвать метод "диэлектрической рефлектометрией" (ДР), однако данный термин используется реже.

### Основные принципы метода

Пусть в коаксиальной линии с пренебрежимо малыми потерями распространяется быстро возрастающий скачок напряжения. Его форма остается неизменной до тех пор пока линия однородна. Однако, если линия содержит неоднородность, например, помещенный в линию диэлектрик, сигнал частично отразится, а частично пройдет сквозь него. В основе всех модификаций метода ВДС лежит единая блок-схема. Отличие заключается лишь в конструкции измерительной ячейки и ее расположении, что приводит к различным видам связи между регистрируемыми в процессе измерения величинами и диэлектрическими параметрами исследуемых объектов.

Созданная нами установка основывается на принципах метода сосредоточенной емкости [1]. Он прост в реализации, перекрывает широкий диапазон частот, позволяет измерять комплексную диэлектрическую проницаемость  $\epsilon^*(\omega)$  с достаточно высокой точностью. Метод сосредоточенной емкости является одной из немногих модификаций метода ВДС, которая позволяет получать информацию непосредственно во временной области в виде функции диэлектрического отклика  $\Phi(t)$ , однозначно связанной с  $\epsilon^*(\omega)$  соотношением

$$\Phi(t) = \chi^{-1} \{ [\epsilon^*(s) - \epsilon_\infty] / s \}, \quad (1)$$

где  $\chi^{-1}$  - символ оператора обратного преобразования Лапласа,  
 $\epsilon_\infty$  - предельное значение  $\epsilon^*(\omega)$  при  $\omega \rightarrow \infty$ ,  $s = \gamma + i\omega$  -  
- обобщенная комплексная частота.

В отличие от всех остальных методов ВДС в данном случае образец помещается на торце центрального проводника коаксиальной линии. Таким образом, ячейка с образцом представляет собой шунтирующий конденсатор, подключенный к отрезку коаксиальной линии.

Для метода сосредоточенной емкости нами было рассмотрено [2] уравнение, связывающее заряд емкости измерительной ячейки, заполненной образцом,  $Q(t)$  с приложенным к ней напряжением  $V(t)$  и функцией диэлектрического отклика  $\mathcal{Y}(t) = \Phi(t) + \epsilon_\infty$ .

$$Q(t)/C_0 = \mathcal{Y}(t) * \dot{V}(t), \quad (2)$$

где  $C_0$  - емкость пустой измерительной ячейки,  $*$  - знак операции свертки двух функций, точка означает производную по времени. Решение с помощью численных методов интегрального уравнения (2) позволяет получить информацию о диэлектрическом поведении исследуемого образца в виде функции диэлектрического отклика  $\mathcal{Y}(t)$ . Функция  $\mathcal{Y}(t)$ , во-первых, сама по себе содержит всю информацию о диэлектрических свойствах исследуемого объекта и, во-вторых, в силу соотношения (1) позволяет рассчитать спектр комплексной диэлектрической проницаемости  $\epsilon^*(\omega)$ .

Нами был также разработан альтернативный способ обработки ВДС данных в частотной области, заключающийся в непосредственном Фурье-анализе регистрируемых сигналов.

В последнее время мы применили к методу сосредоточенной емкости дифференциальный или разностный подход [3, 4, 5], позволяющий существенно повысить его точность и чувствительность. Он позволяет учесть паразитные некомпенсированные отражения в коаксиальном тракте и неидеальную форму зондирующего сигнала, а также выделить на начальном этапе математической обработки данных полезный сигнал от исследуемого образца. Для разностной методики мы рассмотрели систему двух уравнений [6]:

$$\begin{aligned} Q_3(t)/C_0 &= \mathcal{Y}_3(t) * \dot{V}_3(t), \\ Q_x(t)/C_0 &= \mathcal{Y}_x(t) * \dot{V}_x(t), \end{aligned} \quad (3)$$

где индексы э и х относятся к эталонному и исследуемому образцам. Простейшие преобразования приводят к выражению:

$$(1/Z_0 C_0) \int_0^t f_{3x}(t') dt' = [\mathcal{Y}_x(t) - \mathcal{Y}_3(t)] * \dot{f}_{2x}(t) - \mathcal{Y}_3(t) * \dot{f}_{3x}(t), \quad (4)$$

где  $(1/Z_0 C_0) \int_0^t f_{3x}(t') dt' = [Q_x(t) - Q_3(t)]/C_0$ .

$$f_{3x}(t) = U_3(t) - U_x(t), \quad f_{2x}(t) = U_x(t) - U_{к3}(t),$$

а  $U_{к3}(t)$ ,  $U_3(t)$  и  $U_x(t)$  - сигналы соответственно от короткозамкнутой коаксиальной линии и линии, нагруженной на измерительную ячейку, заполненную эталонным и исследуемым диэлектриками (рис.1),  $Z_0$  - волновое сопротивление коаксиальной линии. Интегральное уравнение (4) содержит функцию диэлектрического отклика эталонного диэлектрика  $\mathcal{Y}_3(t)$ , которую необходимо ввести в явном виде (цифровом или аналитическом). Мы здесь рассматриваем случай, когда эталонный диэлектрик в перекрываемом временном интервале или в соответствующем диапазоне частот заведомо не проявляет дисперсии диэлектрической проницаемости, т.е.

$\mathcal{Y}_3(t) = \epsilon_3 = const$ . В этом случае уравнение (4) приобретает вид:

$$(1/Z_0 C_0) \int_0^t f_{3x}(t') dt' + \epsilon_3 f_{3x}(t) = \int_0^t [\mathcal{Y}_x(t-t') - \epsilon_3] \dot{f}_{2x}(t') dt'. \quad (5)$$

Данное интегральное уравнение типа свертки решается относительно  $\mathcal{Y}_x(t)$  численными методами на основе замены интегралов конечными суммами, причем хорошие результаты дает алгоритм, предложенный в работе [7].

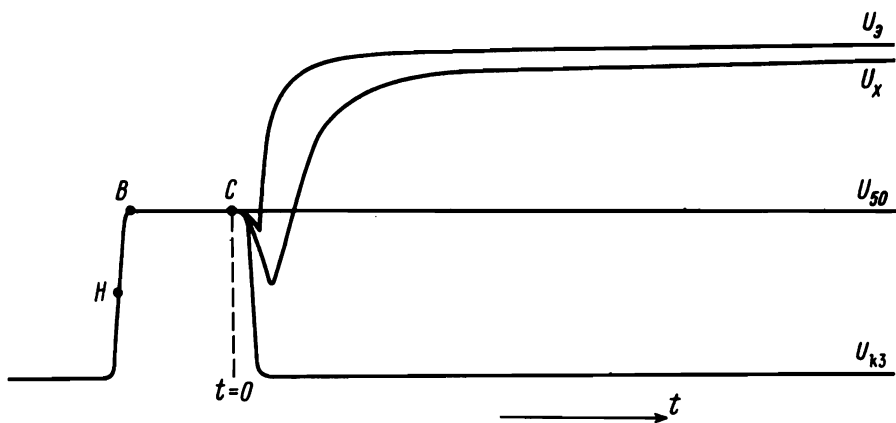


Рис.1. Характерный вид регистрируемых сигналов при использовании метода "сосредоточенной емкости":  $U_3$  и  $U_x$  - сигналы от коаксиальной линии, нагруженной на ячейку с эталонным и исследуемым образцами,  $U_{k3}$  - сигнал от короткозамкнутой коаксиальной линии,  $U_{50}$  - сигнал от коаксиальной линии, нагруженной на 50-Омную нагрузку

Если образцы обладают заметной электропроводностью, ее влияние на результаты измерений можно учесть двумя способами, вычесть вклад электропроводности из полученных в эксперименте функций диэлектрического отклика [ 2 ] или измерить электропроводность исследуемого и эталонного образцов независимым способом непосредственно в измерительной ячейке диэлектрического рефлектометра и учесть ее влияние на начальном этапе математической обработки.

Процедура извлечения релаксационных параметров из полученных в эксперименте функций диэлектрического отклика описана в работе [ 8 ] и мы на ней останавливаться не будем. Отметим лишь, что она основывается на графическом анализе диэлектрических данных, представленных в виде макроскопических функций дипольной корреляции (ФДК)

$$\psi(t) = [\varepsilon_s - \varphi(t)] / [\varepsilon_s - \varepsilon_\infty], \quad (6)$$

где  $\varepsilon_s$  - значение  $\varepsilon^*(\omega)$  при  $\omega \rightarrow 0$ .

#### Конструкция установки

Сконструированная нами установка построена на базе рефлектометра Р5-11 и управляющего вычислительного комплекса 15 ВУМС 28-025 (рис.2). Измеритель неоднородностей линий Р5-11, специально предназначенный для исследования распределения неоднородностей волнового сопротивления коаксиальных трактов, состоит из стробоскопического осциллографа, выносного генератора, смесителя, служащего источником зондирующего перепада напряжения, и измерительной головки, или смесителя. Прибор Р5-11 обеспечивает перепад напряжения с амплитудой 0,5 В и временем нарастания не более 150 пс, а единая система синхронизации позволяет стабильно регистрировать измеряемые сигналы.

Р5-11 был подвергнут незначительной переделке. Сигнал с оконечного каскада усилителя вертикального отклонения подается на дифференциальный усилитель, построенный на двух микросхемах К544УД6, и далее пропускается через фильтр Чебышева

нижних частот с частотой среза около 5 кГц, в котором в качестве активных элементов используются также К544УД6. Питание дифференциального усилителя и фильтра осуществляется от автономных блоков питания ТЕС-9 или ТЕС-20. Благодаря этим мерам удалось довести отношение сигнал/шум в аналоговом канале до 200-300.

Другие изменения в схеме Р5-11 касались возможности ввода внешнего медленного пилообразного напряжения и изменения схемы запуска стробоскопического преобразователя для задания фиксированного количества выборок в точке.

В методе сосредоточенной емкости точность измерения во многом зависит от правильного выбора емкости пустой измерительной ячейки  $C_0$  [9]. Применение в качестве зондирующего сигнала быстро возрастающего скачка напряжения, Фурье-спектр которого содержит широкий набор частот, подразумевает использование коаксиальных линий, обладающих широкой полосой пропускания. Обычно мы пользуемся коаксиальным трактом стандарта 3/7 с полосой пропускания не ниже 10 ГГц, на

торце которого помещается образец. Для повышения чувствительности метода на низких частотах необходимо увеличивать величину  $C_0$ . В связи с этим была разработана ячейка с несколькими ступенчатыми переходами при соответствующей компенсации неоднородностей. Это позволило при неизменном волновом сопротивлении существенно увеличивать геометрические размеры, а следовательно и  $C_0$  ячейки. Измерительные ячейки термостатированы и позволяют с использованием термостата МК-70 проводить измерения в интервале температур от -40 до +100 °С.

Для управления работой установки и математической обработки данных использовался управляющий вычислительный комплекс (УВК) 15 ВУМС 28-025 на базе ЭВМ "Электроника-60" под управлением операционной системы РАФОС. Связь ЭВМ с Р5-11 (рис.2) осуществлялась через плату параллельного обмена И2, входящую в комплект УВК, и специально сконструированный интерфейсный блок.

Структурная схема интерфейса приведена на рис.3. Он состоит из следующих программно-управляемых блоков: АШП, двух ЦАПов, коммутатора 1, счетчика 3, мульти-

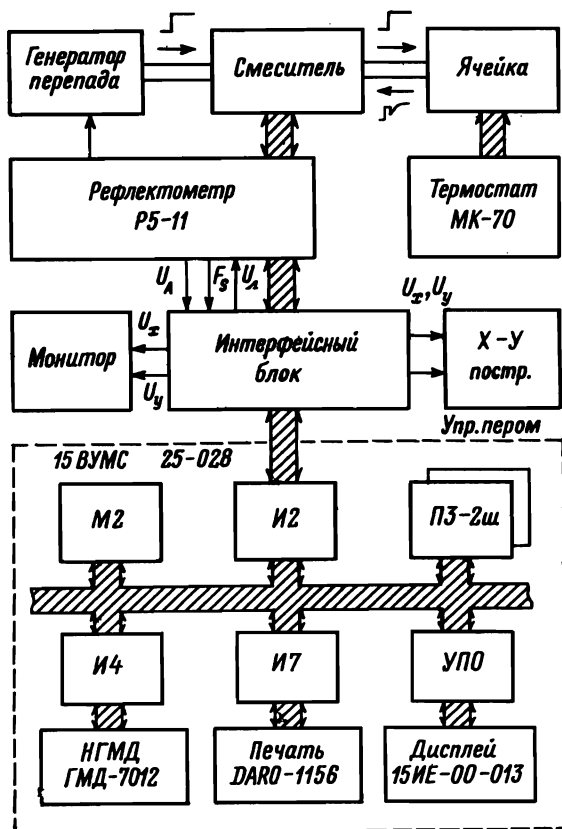


Рис.2. Блок-схема автоматического временного диэлектрического спектрометра: М2 - центральный процессор микроЭВМ "Электроника 60", ПЗ - банк памяти на 16 кбайт, И2 - плата параллельного обмена, И4, И7 и УПО - интерфейсы,  $U_A$  - измеряемый аналоговый сигнал,  $F_s$ ,  $F_s/n$  - синхронимпульсы,  $U_n$  - пилообразное напряжение, НГМД - накопитель на гибких магнитных дисках

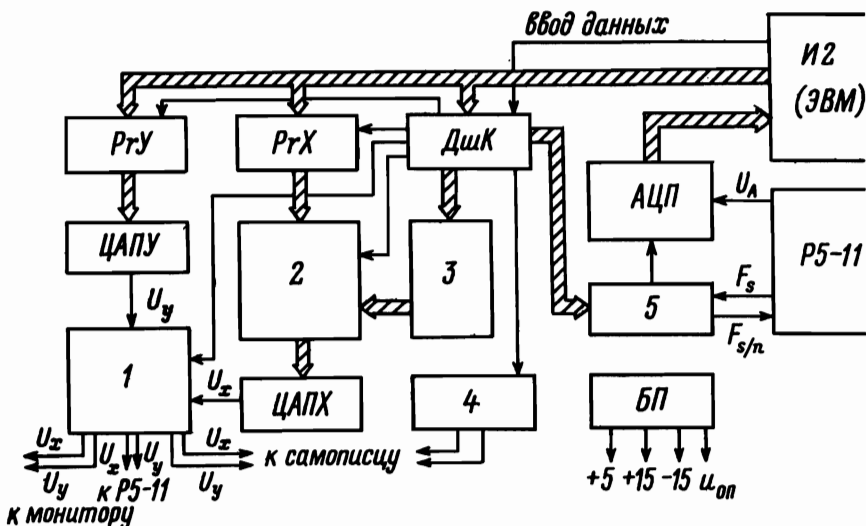


Рис.3. Структурная схема интерфейсного блока: РгХ и РгУ – буферные регистры, ДшК – дешифратор команд,  $U_A$  – измеряемый аналоговый сигнал,  $F_s$  и  $F_{s/n}$  – синхриимпульсы; БП – блок питания

плексора 2, делителя 5 и схемы управления пером самописца 4. Программирование блока осуществлялось по четырем битам (I2–I5) регистра двыходных данных И2 специально формируемым командным словам, причем I5-бит используется как флаг, состояние которого проверяется программно, биты 0–I1 являются информационными. Два I2-битных ЦАПа, изготовленных на базе интегральных ЦАПов 594ПАI, использовались для управления рефлектометром Р5–I1 и для вывода данных из ЭВМ на графопостроитель или монитор. Счетчик введен для осуществления линейной развертки Р5–I1 (от 5I2 до 4096 точек, в которых берутся выборки) или при выводе данных на монитор. Использование счетчика позволяет экономнее использовать память ЭВМ, а при выводе на монитор увеличивать скорость вывода.

Режимы работы интерфейса задаются программно. Команды на реализацию различных режимов работы вырабатываются блоком "Дешифратор команд". Основной режим интерфейса – это работа с рефлектометром Р5–I1. В этом случае сигнал  $U_x$  используется как медленное пилообразное напряжение, необходимое для реализации стробоскопического режима, а сигнал  $U_y$  служит для компенсации горизонтального дрейфа. Два других режима работы интерфейса служат для вывода сигналов на различные регистрирующие приборы. Схема управления пером вырабатывает сигналы подъема и опускания пера графопостроителя.

Преобразование сигнала  $U_x$ , снимаемого с выхода Р5–I1, в цифровой вид, осуществляется платой АЦП, построенной на базе регистра последовательного приближения I55ИРI7 и ЦАП 594ПАI. Плата АЦП может преобразовывать однополярное напряжение (0–I0 В). Скорость преобразования – 50 мкс, разрядность – I2 бит. Данные с АЦП поступают непосредственно на плату И2 УВК. Запуск АЦП осуществляется командой, которая формируется блоком дешифратора команд. После выработки дешифратором сигнала "пуск АЦП" в делителе формируется пачка импульсов на запуск Р5–I1. Количество импульсов в пачке можно менять от I до I28, задавая тем самым количество стробирований в каждой точке развертки. В конце пачки формируется сигнал на запуск АЦП.

Вся процедура измерения, регистрации, масштабно-временной привязки, накопления и обработки данных осуществляется автоматически. Процесс управления установкой производится в диалоговом режиме. Общая блок-схема управляющей программы, написанной на языке ФОРТРАН, представлена на рис.4. Рассмотрим более подробно некоторые методические особенности работы установки.

В методе сосредоточенной емкости в применяемой нами модификации - дифференциальном подходе, процесс измерения заключается в регистрации сигналов от короткозамкнутой линии и линии, нагруженной на измерительную ячейку с эталонным и исследуемым образцами (рис.1). Поскольку сигналы  $U_3(t)$ ,  $U_x(t)$  и  $U_{кз}(t)$  не могут быть записаны одновременно, возникает проблема их масштабно-временной привязки. Программа ввода, накопления и первичной обработки данных, общая для всего цикла измерений (рис.5), реализуется следующим образом. По запросу ЭВМ задается степень дискретизации сигналов (количество выборок)  $N$  и число накоплений  $M$ . Для уменьшения влияния дрейфа базовой линии и повышения точности временной привязки в процессе регистрации каждого сигнала внут-

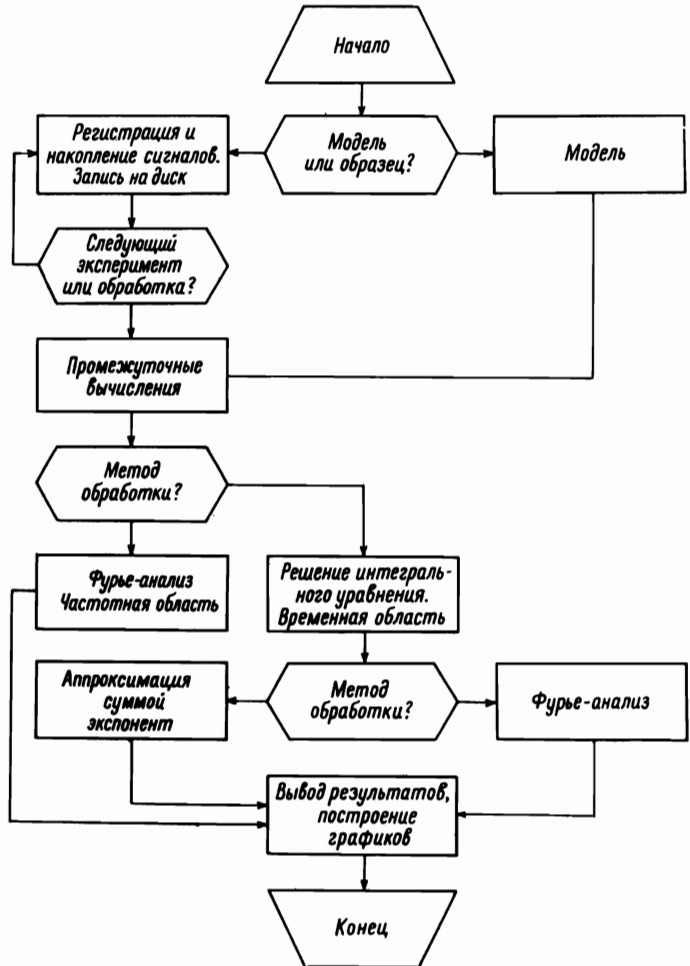


Рис.4. Общая блок-схема управляющей программы

ри цикла накопления производится вычитание базовой линии, нахождение точки Н (рис.1) и перенормировка массива выборок, начиная с данной точки. При этом точка Н находится как ближайшая по величине к  $1/2$  амплитуды зондирующего перепада напряжения. Определение его амплитуды и выбор количества точек для усреднения базовой линии контролируется специальным программным блоком "калибровка", запрос о котором поступает при переходе к снятию и накоплению сигнала другого вида. В случае положительного ответа оператора производится снятие специального калибро-

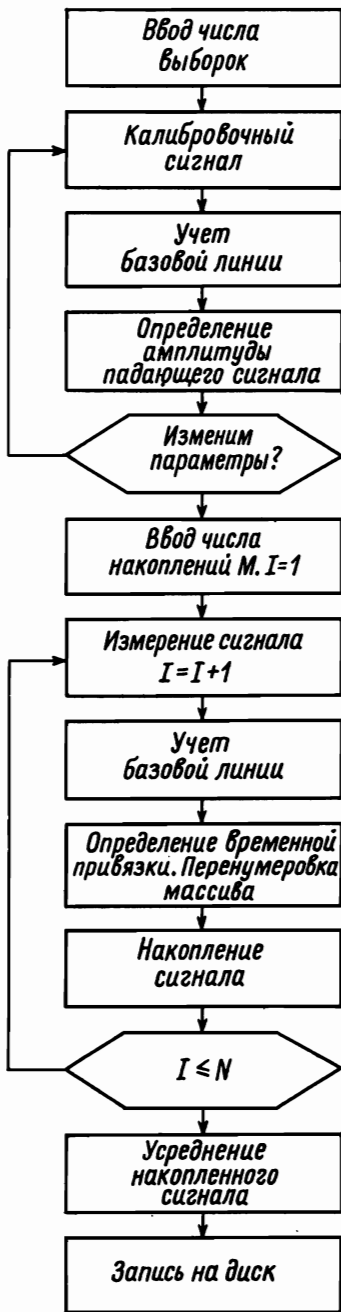


Рис.5. Блок-схема программы ввода, накопления и первичной обработки данных

вочного сигнала при нагрузке 50 Ом на конце коаксиальной линии. Это измерение при необходимости можно повторить. Аппаратурное и программное обеспечение процедуры ввода, накопления и первичной обработки данных позволяет существенным образом повысить точность масштабной-временной привязки регистрируемых сигналов и ускорить всю процедуру измерения. Процесс накопления при, например,

$M = 100$ , включая всю процедуру ввода 1024 выборок измеряемого сигнала, его масштабирования и временной привязки не превышает двух с половиной минут. При этом паразитное влияние медленных дрейфов сведено к минимуму.

После окончания процедуры ввода и первичной обработки каждого из трех сигналов они записываются под соответствующим именем на гибкий магнитный диск. Если требуется быстрое исследование большой серии образцов, то программа позволяет отказаться от дальнейших расчетов и перейти к новому циклу измерений. При обработке ранее записанной на диск информации программа переходит к блоку считывания сформированных файлов и организации массивов функций  $f_{2x}(t) = U_x(t) - U_{k3}(t)$  и  $f_{3x}(t) = U_3(t) - U_x(t)$ , входящих в расчетные формулы для нахождения диэлектрических характеристик.

Далее по запросу программы можно проводить обработку данных в частотной или во временной областях. Подробное описание алгоритмов представлено в работах [2, 7]. Окончательные результаты в виде функций  $\epsilon'(\omega)$ ,  $\epsilon''(\omega)$ ,  $\psi(t)$  могут быть выведены на печать или графопостроитель. Кроме того, по желанию оператора на графопостроителе возможно построение зависимостей  $\epsilon''(\epsilon')$  или может быть проведен графический анализ регистрируемых ФДК  $\psi(t)$ .

Для проверки работоспособности программы, выбора оптимальных значений емкости  $C_0$ , частоты дискретизации и диапазона разверток в программе предусмотрено моделирование функций  $f_{2x}(t)$  и  $f_{3x}(t)$  для диэлектрика дебаевского типа [2].

#### Примеры измерения диэлектрических характеристик

В соответствии со стоящими перед нами исследовательскими задачами представленная установка в основном ориентирована на исследование образцов биологического происхождения. Однако эта специфичность заключается лишь в незначительных особенностях: измерительные ячейки изготовлены под минимально возможное количество образца, поверхность ячеек изготовлена из инертного и твердого материала (титан). Этими же особеннос-



тиями объектов обусловлен и диапазон рабочих температур. Эти требования являются полезными (за исключением в общем-то узкого диапазона температур) при исследовании самых разнообразных диэлектриков. Возможности установки мы иллюстрируем следующими примерами, которые показывают различные формы представления и анализа диэлектрических данных.

На рис.6 приведены спектры проницаемости глицерина. Погрешности измерения

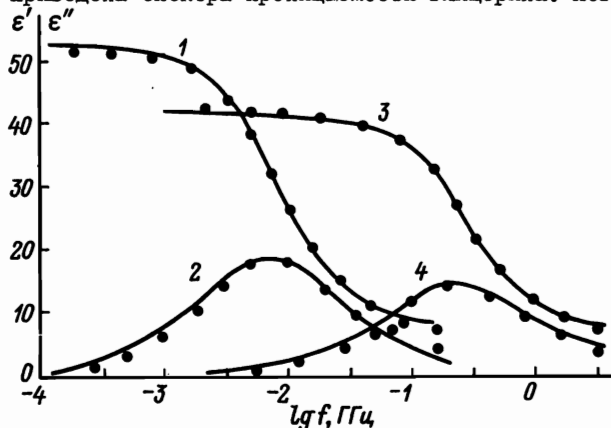


Рис.6. Спектры комплексной диэлектрической проницаемости глицерина при  $-8^{\circ}\text{C}$  (1, 2) и  $28^{\circ}\text{C}$  (3,4). Точками показаны литературные данные [10]

данных не превышают 2-3 % по  $\epsilon'$  и 3-5 % по  $\epsilon''$ .

На рис.7 приведены диэлектрические характеристики жидкого кристалла п-н-амил-

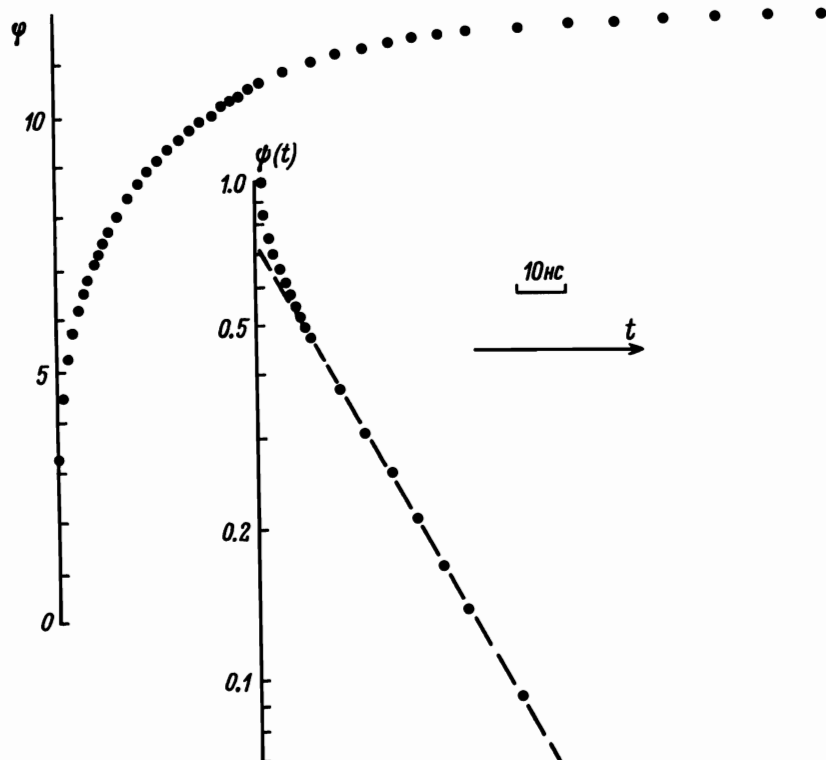


Рис.7. Функции диэлектрического отклика и дипольной корреляции п-н-амил-п'-цианобифенила при  $T = 300\text{ K}$

п'-цианобифенила (5ЦБ), находящегося в изотропной фазе. Установлено, что этот образец в перекрытом временном интервале ( $10^{-6} - 0,5 \cdot 10^{-9}$  с) характеризуется при температуре 300 °К двухэкспоненциальной макроскопической ФДК с параметрами  $\tau_1 = 27$  нс,  $\tau_2 = 3,1$  нс,  $a_1 = 0,7$  и  $a_2 = 0,3$ , где  $a_1$  и  $a_2$  - весовые коэффициенты экспоненциальных процессов. Параметры  $\epsilon_s$  и  $\epsilon_\infty$  равны, соответственно, 11,8 и 3,2.

На рис.8 представлены графики функции  $\epsilon_s - \varphi(t)$ . Функции  $\varphi(t)$  получены,

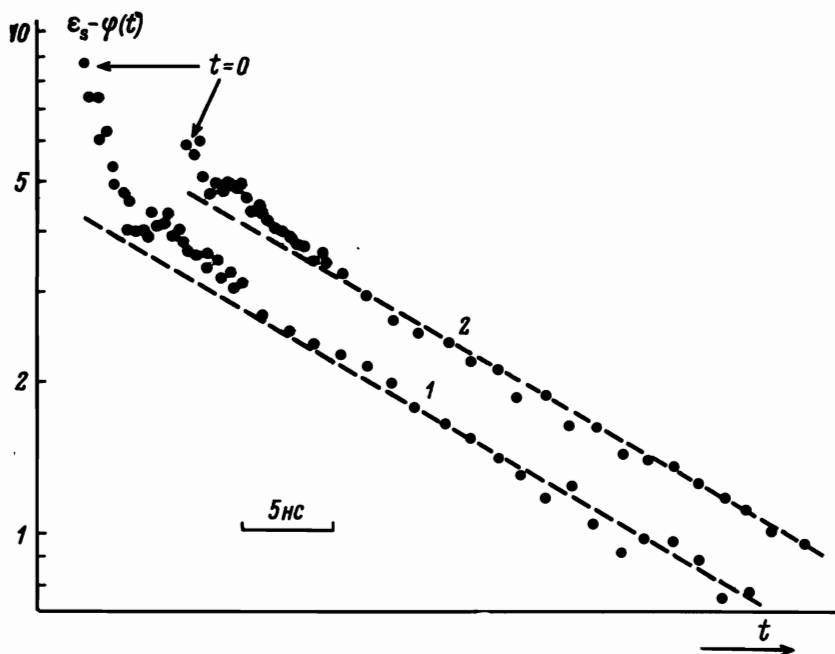


Рис.8. Функции  $\epsilon_s - \varphi(t)$  для 2,5 % раствора бактериальной РНКазы при 293 К

когда в качестве эталонного диэлектрика использовались диоксан (кривая 1) и вода (кривая 2). Кривая 2 по сравнению с кривой 1 характеризуется меньшим разбросом экспериментальных данных. Однако, поскольку на коротких временах для воды перестает выполняться условие  $\varphi_2(t) = \epsilon_s = const$ , наблюдается потеря информации о самом быстром процессе в перекрываемом временном интервале, который четко проявляется при использовании в качестве эталонного образца диоксана. Процесс диэлектрической релаксации в 2,5 % растворе биназы во временном интервале  $10^{-6} - 0,5 \cdot 10^{-9}$  с при температуре 293 К описывается тремя экспоненциальными процессами с характеристическими временами 41, 7,3 и 1,5 нс и амплитудами, соответственно 4,1; 2 и 2,3 единиц относительной диэлектрической проницаемости. В задачи данной работы не входит отнесение зарегистрированных процессов к конкретным молекулярным механизмам диэлектрической релаксации, поэтому приведенные результаты мы используем лишь для иллюстрации возможностей разработанной и созданной нами автоматизированной системы измерения диэлектрических характеристик образцов во временной области.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Исследование объектов с помощью пикосекундных импульсов/Под ред.Г.В.Глебовича. М: Радио и связь, 1984, 255 с.

2. Goncharov V.A., Feldman Yu.D.//Chem.Phys.Lett. 1980. V. 71. P.513.
3. Cole R.H., Mashimo S., Winsor IV P.//J.Phys.Chem. 1980. V.84. P.786.
4. Nakamura H., Mashimo S., Wada A.//Jap.J.Appl.Phys.1982.V. 21. P. 1022.
5. Nakamura H., Masimo S., Wada A.//Jap.J.Appl.Phys. 1982. V.21.P.467.
6. Фельдман Ю.Д., Ермолина И.В//Тез.докл.І Всес.конф."Химия и применение неводных растворов". Иваново, 1986. С.435.
7. Goncharov V.A.//Chem.Phys.Lett., 1985. V.117. P. 52.
8. Зуева О.С., Зуев Ю.Ф.//Физические методы контроля материалов и изделий, М.: МЭИ, 1984. С.102.
9. Валитов В.М., Ермолина И.В., Зуев Ю.Ф.//ЖФХ. 1987. Т.6І, С.564.
10. Ахадов Я.Ю. Диэлектрические свойства чистых жидкостей. М.: Изд-во стандартов.1972.