

Федеральное бюджетное государственное образовательное учреждение
высшего образования
«Омский государственный педагогический университет»

На правах рукописи



Родионова Ольга Васильевна

МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ КОМПЛЕКСНОЙ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ
ПРОНИЦАЕМОСТИ ПОЧВОГРУНТОВ В ШИРОКОЙ ПОЛОСЕ ЧАСТОТ

01.04.03 – Радиофизика

Диссертация
на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель
доктор физико-математических наук,
профессор Бобров Павел Петрович

Омск – 2016

Оглавление

Введение.....	4
Глава 1. Методы измерения комплексной диэлектрической проницаемости в различных частотных диапазонах и диэлектрическая проницаемость глинистых пород.....	15
1.1 Метод измерения комплексной диэлектрической проницаемости сред в диапазоне 100 Гц – 1 МГц.....	15
1.1.1 Конденсаторный метод измерения диэлектрической проницаемости	15
1.1.2 Электродная поляризация. Учет электродной поляризации	18
1.2 Волноводные методы	21
1.2.1 Прямоугольные волноводы	22
1.2.2 Круглые волноводы.....	24
1.2.2 Коаксиальные линии передачи	26
1.2.3 Микрополосковые линии	31
1.3 Неразрушающие методы.....	33
1.4 Диэлектрические модели влажных почв и горных пород.....	39
1.4.1 Диэлектрические модели смесей.....	39
1.4.1 Релаксационные модели КДП воды	43
1.5 Диэлектрическая проницаемость глинистых почв	46
1.6 Выводы. Постановка задачи	48
Глава 2. Методы измерения комплексной диэлектрической проницаемости жидких и сыпучих пород в широком диапазоне частот в одной ячейке.....	52
2.1 Оценка погрешности измерения КДП в методе Folgero.....	52
2.2 Метод измерения КДП жидких и сыпучих веществ в широком диапазоне частот.	55
2.2.1 Сущность метода.....	55
2.2.2 Диэлектрические измерения в диапазоне частот от 0,1 до 8,5 ГГц.....	57
2.2.3 Измерение КДП на частотах от 0,3 до 100 МГц через комплексный коэффициент передачи.	58

2.2.4 Измерение КДП на частотах от 0,3 до 100 МГц через комплексный коэффициент отражения.....	63
2.3 Описание экспериментальной установки	66
2.4 Тестирование метода.....	69
2.4.1 Метод измерения КДП через комплексный коэффициент передачи ..	69
2.4.2 Метод измерения КДП через комплексный коэффициент отражения	75
2.4.3 Анализ погрешности измерений.....	76
Глава 3. Применение широкополосного метода для измерения диэлектрической проницаемости почв и горных пород.....	85
3.1 Методика подготовки почвенных образцов и определение их объемной влажности	85
3.2 Изменение диэлектрической проницаемости во времени после увлажнения из сухого состояния	88
3.3 Частотная зависимость КДП бентонита и связанной воды в бентоните при разных влажностях и температурах.....	96
3.3.1 Зависимость КДП бентонита от влажности и температуры.....	97
3.3.2 Модель КДП бентонита.....	99
3.3.3 Модель КДП связанной воды при 25 °С.....	100
3.3.4 Температурная зависимость КДП связанной воды	104
3.4 Влияние пористости и удельной поверхности на КДП искусственных смесей.....	108
Заключение	117
Список литературы	119

Введение

Актуальность исследования.

Измерение диэлектрических свойств материалов в широком частотном диапазоне требуется во многих областях фундаментальных и прикладных исследований. Диэлектрические спектры служат инструментом исследования физико-химических свойств исследуемых материалов. Эти измерения необходимы для контроля качества продукции в промышленности, для диагностического применения в области биомедицины, в дистанционном радиозондировании и в диэлектрическом каротаже. Экспериментальные данные о комплексной диэлектрической проницаемости (КДП) в широком частотном диапазоне позволяют создавать и тестировать спектроскопические модели почв и горных пород, исследовать многочастотные релаксационные процессы.

Для исследования релаксационных процессов необходимо проводить точное измерение КДП ($\epsilon^* = \epsilon' - i\epsilon''$) в широком диапазоне частот. В существующих методах для разных веществ и в разных частотных диапазонах используются разные измерительные ячейки и разные измерительные приборы. Как показывают литературные данные, погрешность измерения действительной части ϵ^* при размещении образцов в отрезках коаксиальных линий не превышает 1%, если только длина волны в образце не превышает длину заполненной части ячейки более чем в 5 раз. На более низких частотах при отношении длины волны в образце к длине образца, равным 12-ти, погрешность составляет около 5 % (Gorriti et al., 2005, Chew et al., 1991). С учетом того, что реальная длина ячейки не может превышать 15-20 см, погрешность измерения веществ с диэлектрической проницаемостью 2-3 ед. на частотах ниже 100 МГц становится неприемлемой.

В итоге до последнего времени для проведения диэлектрических измерений в разных частотных диапазонах применяются разные методы. При этом каждый раз проводятся измерения разных образцов одного и того же вещества. Поскольку исследуемое вещество помещается в разные ячейки, в случае сыпу-

чих флюидонасыщенных веществ не удастся выдерживать одинаковые петрофизические характеристики, такие как плотность, пористость и коэффициент флюидонасыщенности. Это не позволяет проводить изучение многочастотных релаксационных процессов и влияния на них этих петрофизических характеристик.

Поэтому разработка и исследование методов измерения ϵ^* веществ, представленных одним образцом и обеспечивающих низкую погрешность в широком диапазоне частот (от единиц килогерц до единиц гигагерц), является актуальными.

Изучение литературы показывает, что имеются различия в результатах измерения диэлектрических характеристик глин, в частности бентонита. Разные авторы выдерживают увлажненные образцы перед измерением ϵ^* разное время или вообще не сообщают о времени выдерживания. Необходимо выяснить, как время выдерживания увлажненных глинистых почв влияет на результат измерения ϵ^* в широком частотном диапазоне.

Цель исследования заключалась в разработке широкополосного способа измерения спектров комплексной диэлектрической проницаемости почвогрунтов, доказательстве его работоспособности и его применении для получения сведений о процессах диэлектрической релаксации в породах с содержанием глины от 30 % и о влиянии на них петрофизических характеристик.

Задачи диссертационного исследования:

1. Разработать способ измерения комплексной диэлектрической проницаемости почвогрунтов в диапазоне частот 0,3 – 100 МГц и совместить его с известными методами измерения на частотах ниже 1 МГц и выше 100 МГц таким образом, чтобы во всем диапазоне частот от десятков герц до единиц гигагерц измерялся один и тот же образец.
2. Использовать разработанный метод для изучения процесса изменения во времени комплексной диэлектрической проницаемости пород после увлажнения до достижения равновесного состояния.

3. Исследовать релаксационные процессы во влажных глинистых и песчано-глинистых породах и найти зависимость параметров релаксационных процессов от влажности, содержания глины и удельной площади поверхности.

Объектом исследования являются естественные и искусственные среды. Предмет исследования – диэлектрические характеристики естественных и искусственных сред в частотном диапазоне от 42 Гц до 8,5 ГГц.

Методы исследования: физические эксперименты с применением векторных анализаторов цепей в диапазоне частот от 0,3 МГц – 8,5 ГГц и с применением измерителей импеданса в диапазоне частот 42 Гц – 1 МГц. Методы численного моделирования процессов диэлектрической релаксации, реализуемые в программной среде MS Excel. Метод поиска минимума функций нескольких переменных, выполняемый в среде Visual Basic for Applications с использованием инструмента Solver.

Положения, выносимые на защиту:

1. Включение коаксиальной измерительной ячейки в разрыв центрального проводника отрезка линии большего сечения таким образом, что корпус ячейки одновременно служит центральным проводником этого отрезка, позволяет в сочетании с известными методами измерять комплексную диэлектрическую проницаемость одного и того же образца в диапазоне частот 42 Гц – 8,5 ГГц с погрешностью измерения действительной и мнимой частей комплексной диэлектрической проницаемости не выше 3 %.

2. После увлажнения предварительно высушенных образцов бентонита (содержание монтмориллонита ~ 70 % по массе) и естественной лугово-черноземной почвы (содержание гумуса 6,6 % и глины 36 %) в последующие 7-9 суток происходит изменение значений действительной части комплексной диэлектрической проницаемости в 1,2-1,5 раза и мнимой части – почти на порядок.

3. Наличие изломов на графиках зависимостей действительной и мнимой частей комплексного показателя преломления бентонита от влажности

при значениях влажности 0,04-0,07 м³/м³ свидетельствует о скачкообразном изменении энергетического состояния связанной воды.

4. Зависимость времени диэлектрической релаксации τ глинистых образцов, полностью насыщенных дистиллированной водой, от удельной площади поверхности $S_{уд}$ имеет вид:

$$\tau = \tau_0 e^{\beta_0 S_{уд}}$$

где $\tau_0 = (83,7 \pm 6,6)$ нс, $\beta_0 = (-0,046 \pm 0,001)$ г/м², $S_{уд}$ в м²/г.

Научная новизна результатов, полученных в диссертационном исследовании, заключается в следующем:

1. Разработан новый широкополосный метод измерения комплексной диэлектрической проницаемости сыпучих и жидких веществ, находящихся в одной ячейке, в диапазоне частот 42 Гц – 8,5 ГГц при погрешности измерения менее 2,5 % для действительной части ϵ^* и менее 3 % – для мнимой части ϵ^* . Новизна подтверждена патентами РФ на изобретение № 2509315 МПК G01R27/26, G01N22/04 и № 2474830 С1 МПК G01R27/26, G01N22/04.

2. Обнаружен процесс длительного изменения комплексной диэлектрической проницаемости глинистых почв после увлажнения из сухого состояния, приводящий к наиболее сильным изменениям ϵ^* на частотах ниже 50-100 МГц. Оценена его длительность.

3. Обнаружено скачкообразное изменение показателя преломления связанной воды в бентоните при малом ее количестве, свидетельствующее об изменении ее фазового состояния.

4. Установлена зависимость времени диэлектрической релаксации от удельной площади поверхности глинистых водонасыщенных пород, не зависящая от типа глины.

Научная ценность защищаемых положений и других результатов работы заключается в следующем:

1. В соответствии с положением 1, метод, позволяющий производить измерения сплошных спектров диэлектрической проницаемости почв и горных пород в диапазоне частот от десятков герц до единиц гигагерц, дает возмож-

ность исследовать многочастотные релаксационные процессы в газо-, водо-, нефтенасыщенных породах, связывать их с петрофизическими характеристиками. Научная ценность подтверждена в отчете по теме «Разработка физических основ дистанционных и контактных радиофизических методов оценки гидрофизических характеристик почв», 2007-2012 гг., рег. № 0 120. 0802369, выполненной в рамках аналитической ведомственной целевой программы Минобрнауки РФ.

2. Положение 2 указывает на явление длительного (в течение 7-9 суток) изменения диэлектрической проницаемости глинистых пород после увлажнения из сухого состояния. За время установления стабильного значения диэлектрической проницаемости происходит формирование двойного электрического слоя на границе раздела вода–твердая фаза, который вносит основной вклад в диэлектрическую проницаемость пород с высокой удельной площадью поверхности на частотах ниже 100 МГц. Обнаруженное явление показывает возможность исследования процессов структурной перестройки почвенной матрицы и образования органо-минерального геля диэлектрическим методом. Научная ценность подтверждена в отчете по теме «Исследование влияния органического вещества на комплексную диэлектрическую проницаемость почв и горных пород с различной пористостью в широком диапазоне частот электромагнитных волн», 2012-2013 гг., рег. № 01201254111, выполненной в рамках госзадания Минобрнауки РФ; в отчете по теме «Исследование диэлектрической релаксации в нефтенасыщенных песчано-глинистых породах», 2012-2013 гг., рег. № 01201263698 (грант РФФИ, проект № 12-05-00502а).

3. Положение 3, указывающее на наличие фазового превращения связанной воды при влажности бентонита $0,04 - 0,07 \text{ м}^3/\text{м}^3$, сопровождаемого скачкообразным изменением энергии взаимодействия молекул воды с поверхностью минерала, необходимо учитывать в теории сорбции паров воды на твердой поверхности.

4. Полученная в 4-м защищаемом положении формула обладает универсальностью по отношению к типам глинистых минералов, имеющим значе-

ния удельной площади поверхности от $5 \text{ м}^2/\text{г}$ до $70 \text{ м}^2/\text{г}$, и может быть использована в почвоведении, геофизике и материаловедении.

Практическая значимость работы заключается в создании нового способа измерения ϵ^* , обладающего следующими преимуществами: широкополосностью (диапазон частот от десятков герц до единиц гигагерц) и низкой погрешностью измерения (менее 3 %). С использованием этого способа стало возможным получение непрерывных спектров диэлектрической проницаемости в диапазоне частот от 42 Гц до 8,5 ГГц, которые позволяют создавать и тестировать спектроскопические модели почв и горных пород, исследовать многочастотные релаксационные процессы.

Подобные измерения необходимы при контроле качества продукции в промышленности, для диагностического применения в области биомедицины, в дистанционном радиозондировании и в диэлектрическом каротаже. Практическая значимость подтверждается работами, при выполнении которых был использован данный способ измерений (Бобров и др., 2015а, 2015б).

Положение 2 и связанные с ним результаты указывают на необходимость длительного выдерживания исследуемых пород после увлажнения для достижения стабильного значения комплексной диэлектрической проницаемости перед ее измерением.

Результаты по положению 4 позволяют оценивать удельную поверхность пород путем измерения их диэлектрических характеристик в состоянии полного насыщения дистиллированной водой. В отличие от метода определения удельной поверхности по изотерме адсорбции паров воды диэлектрический метод требует существенно меньших затрат времени.

Включенные в диссертацию результаты получены автором при выполнении работ в рамках следующих НИР: «Исследование радиофизических характеристик почв, загрязненных промышленными выбросами, в микроволновом и оптическом диапазонах длин волн», 2002-2007 гг., рег. № 01.20.00 01819, включенной в темплан Минобразования; по гранту РФФИ «Диэлектрическая релаксация в газо – нефте-водонасыщенных породах» 2014-2016 гг.,

рег. № 01201453396 (проект № 14-05-00151a) и теме, включенной в базовую часть госзадания Минобрнауки РФ «Исследование влияния удельной поверхности и структуры порового пространства нефте-водонасыщенных пород на диэлектрическую проницаемость и удельную эквивалентную проводимость», 2014-2016 гг., рег. № 114120370138 (проект № 3460).

Достоверность полученных результатов.

Достоверность первого научного положения подтверждается согласованием экспериментальных данных о диэлектрической проницаемости трансформаторного масла с данными, приведенными в работе (Folgero, 1986), в перекрывающемся частотном диапазоне.

Достоверность второго и третьего научных положений опирается на данные авторских экспериментальных исследований комплексной диэлектрической проницаемости сыпучих и жидких веществ. Результаты подтверждаются совпадением с точностью до погрешности (не выше 3 %) измеренных значений комплексной диэлектрической проницаемости одного и того же образца тремя методами и двумя приборами; анализом погрешностей. Результаты по положению 3 не противоречат представлениям о состоянии связанной воды в породах при низкой влажности, когда воды недостаточно для образования мономолекулярных пленок на поверхности минеральных частиц (Дерягин и др., 1984).

Достоверность четвертого научного положения подтверждается анализом погрешности определения времени релаксации, основанном на погрешности экспериментального измерения комплексной диэлектрической проницаемости водонасыщенных пород.

Измерения проведены с использованием сертифицированных поверенных измерительных приборов – измерителя импеданса 3532-50 Hioki HiTESTER и векторных анализаторов цепей ZVRE и ZNB8 производства фирмы Rohde&Schwarz.

В первой главе «**Методы измерения комплексной диэлектрической проницаемости в различных частотных диапазонах**» приведен литературный обзор современных методов измерения комплексной диэлектрической

проницаемости различных сред. Сделан анализ публикаций, посвященных вопросам широкополосной диэлектрической спектроскопии.

В разделе 1.1 приведен обзор современных методов измерения комплексной диэлектрической проницаемости сред в диапазоне частот от 100 Гц до 1 МГц.

В разделе 1.2 рассмотрены волноводные методы измерения ϵ^* различных сред. На основе литературных данных сделаны выводы о преимуществах и недостатках использования прямоугольных и круглых волноводов, а также микрополосковых линий.

В разделе 1.3 приведен обзор способов реализации бесконтактных методов измерения КДП различных сред.

В разделе 1.4 рассмотрены диэлектрические модели многокомпонентных смесей и релаксационные модели комплексной диэлектрической проницаемости воды.

В разделе 1.5 проанализированы диэлектрические свойства глинистых почв.

В разделе 1.6 на основе проведенного анализа литературных данных сделаны выводы и сформулированы задачи исследования.

Вторая глава **«Методы измерения комплексной диэлектрической проницаемости жидких и сыпучих пород в широком диапазоне частот в одной ячейке»** посвящена созданию и тестированию устройства с целью определения условий для минимизации погрешностей измерения диэлектрической проницаемости.

В разделе 2.1 выполнен анализ метода измерения комплексной диэлектрической проницаемости сред, предложенный Folgero. Приведен расчет погрешности ϵ^* гипотетической среды.

В разделе 2.2 описана конструкция устройства, способ подключения и методика расчета ϵ^* среды в широком диапазоне частот с использованием одной ячейки.

В разделе 2.3 приведено обоснование выбора измерительной аппаратуры и типов измерительных ячеек для решения поставленных задач.

В разделе 2.4 приведены результаты тестирования метода. Определены электрофизические параметры сред в широком диапазоне частот с использованием коаксиальных ячеек различной длины. Приведен расчет погрешности измерений, основанный на паспортных значениях погрешности приборов.

В третьей главе **«Применение широкополосного метода для измерения диэлектрической проницаемости почв и горных пород»** приведены результаты исследования естественных почв и искусственных смесей различного гранулометрического состава в диапазоне частот от 10 кГц – 8,5 ГГц.

Методика подготовки почвенных образцов и определение их объемной влажности подробно описаны в разделе 3.1.

В разделе 3.2 приведены результаты исследований комплексной диэлектрической проницаемости бентонита с содержанием монтмориллонита 70 % и естественной лугово-черноземной почвы из горизонта А (глубина взятия 0-20 см) с содержанием гумуса 6,6% и глины 36% по массе. Показано, что ϵ^* исследуемых образцов изменяется в течение нескольких суток после увлажнения сухой почвы.

В разделе 3.3 приведены экспериментальные данные по измерению ϵ^* бентонита. С использованием рефракционной модели смеси исследованы диэлектрические свойства связанной воды в бентоните. Показано, что ϵ^* связанной воды зависит от ее количества. Создана модель зависимости ϵ^* связанной воды от частоты, температуры и влажности, включающая три частотные области релаксации. Найдены регрессионные уравнения, связывающие параметры модели с температурой и влажностью.

В разделе 3.4 приведены результаты исследований искусственных смесей речного песка или кварцевых гранул с различными типами глин. Выполнено моделирование дисперсии ϵ^* образцов с помощью релаксационной модели Коула-Коула, учитывающей ионную проводимость образцов. Показано, что между

значениями времени релаксации и удельной площади поверхности полностью насыщенных смесей имеется тесная корреляционная связь

В Заключении описаны основные результаты, полученные в работе, и сформулированы выводы.

Апробация результатов и публикации.

Основные результаты исследований по теме диссертации докладывались и обсуждались на конференциях и симпозиумах различного уровня: Всероссийские конференции «Современные проблемы дистанционного зондирования Земли из космоса» (Москва 2008, 2010, 2012), Международные конференции Progress in Electromagnetics Research Symposium (PIERS) (Moscow, 2009; Prague, 2015), Международные студенческие конференции «Студент и научно-технический прогресс» (Новосибирск, 2009, 2011), Всероссийские научные конференции студентов-физиков и молодых ученых (Кемерово, 2009; Красноярск, 2012), Международные научно-практические конференции «Актуальные проблемы радиофизики» (Томск 2010, 2012, 2015), Российская научная конференция «Зондирование земных покровов радаром с синтезированной апертурой» (Улан-Удэ, 2010), International Geoscience and Remote Sensing Symposium (IGARSS'10, Honolulu, USA, 2010), Международные конференции «Физика диэлектриков» (Санкт-Петербург, 2011, 2014), Всероссийская молодежная научная конференции с участием иностранных ученых «Трофимуковские чтения – 2013» (Новосибирск), VII Международная научно-практическая конференция «Научные перспективы XXI века. Достижения и перспективы нового столетия» (Новосибирск, 2014), XIX Международный научный симпозиум студентов и молодых ученых имени академика М. А. Усова «Проблемы геологии и освоения недр» (Томск, 2015).

Личный вклад автора.

Автор в составе коллектива «Лаборатории микроволновой радиометрии» отдела организации и планирования НИР ФГБОУ ВО «ОмГПУ» принимал непосредственное участие в создании и тестировании широкополосного метода измерения ϵ^* и измерительной установки. Автором выполнен большой объем

измерений диэлектрической проницаемости глинистых пород различного гранулометрического состава и нефте- и водонасыщенных пород. Основная часть расчетов и моделирования процессов диэлектрической проницаемости была выполнена соискателем самостоятельно.

Благодарности.

Автор выражает благодарность своим учителям, коллегам и всему коллективу лаборатории микроволновой радиометрии отдела организации и планирования НИР ФГБОУ ВО «ОмГПУ» за многочисленные советы, помощь и сотрудничество, в том числе к. ф.-м. н., доценту Беляевой Татьяне Алексеевне, к. ф.-м. н. Репину Андрею Владимировичу, д. ф.-м. н., проф., член-корр. РАН Миронову Валерию Леонидовичу.

Автор выражает особую благодарность своему научному руководителю доктору физико-математических наук, профессору Боброву Павлу Петровичу за помощь в выполнении диссертации, за постановку интересных научных задач и энтузиазм.

Объем и структура работы.

Диссертация состоит из введения, трех глав, заключения и списка литературы из 126 наименований; содержит 136 страниц, 71 рисунок и 11 таблиц.

Глава 1. Методы измерения комплексной диэлектрической проницаемости в различных частотных диапазонах и диэлектрическая проницаемость глинистых пород

1.1 Метод измерения комплексной диэлектрической проницаемости сред в диапазоне 100 Гц – 1 МГц

1.1.1 Конденсаторный метод измерения диэлектрической проницаемости

Выбор методов измерений комплексной диэлектрической проницаемости (КДП) определяется частотным диапазоном, а также механическими свойствами материала, влияющими на возможности его обработки и достижение необходимой точности измерений. Так, на частотах от 100 Гц до 1 МГц применяют конденсаторный метод с использованием измерителей импеданса, а исследуемый материал позволяет подготовить образец в виде дисков, пластин или цилиндров.

Данный метод измерения КДП наиболее подробно описан в работе Брандта А. А. «Исследование диэлектриков на сверхвысоких частотах» (Брандт, 1963). Автором были рассмотрены следующие способы измерения КДП:

- с использованием плоского конденсатора, состоящего из двух плоскопараллельных обкладок в форме дисков, между которыми размещается образец. Радиус обкладок конденсатора R определяется с учетом значений длины волны λ и диэлектрической проницаемости ϵ :

$$R \leq \frac{0,24 \lambda}{2\pi\sqrt{\epsilon}} \quad (1.1)$$

Также необходимо учитывать паразитную емкость, которая складывается из краевой емкости и емкости зазоров между диэлектриком и обкладкой конденсатора.

- С использованием плоского конденсатора, частично заполненного образцом. Образец между обкладками конденсатора занимает лишь центральную часть пространства, что позволяет уменьшить влияние паразитных емкостей.
- С использованием конденсаторов сферической или цилиндрической формы. У данных конденсаторов обкладки представляют собой сферические либо цилиндрические поверхности, внутри которых расположен исследуемый образец.

Исследования в низкочастотной области с применением конденсаторного метода проводились многими авторами. Так, в работе (Knight et al., 1987) авторы использовали плоский конденсатор, обкладки которого покрывали слоем платины толщиной 100 нм. Это позволило устранить влияние электродной поляризации. Помимо этого изменение геометрических параметров конденсатора позволяет менять его рабочую емкость в 10 раз.

В работе (Mehran et al., 1977) также применялся конденсатор с плоскими обкладками, покрытыми слоем платины. Рабочая область ограничивалась обкладками и кольцом из плексигласа. Конструкция конденсатора позволяла проводить измерения при двух фиксированных размерах рабочей области.

Для измерений органических жидкостей автор (Боровиков, 1987) предлагает применять коаксиальный конденсатор, ввиду простоты использования и меньшей погрешности измерений.

В работе (Эпов и др., 2011, Репин, 2010) для измерения нижней части частотного диапазона предлагается использовать конденсаторную ячейку, включаемую в разрыв центрального проводника коаксиальной линии большого сечения (рисунок 1.1а), эквивалентная схема внутренней части измерительного конденсатора изображена на рисунке 1.1б. Измерение импеданса производится с помощью LCR – измерителя по трехзажимной схеме.

Комплексная проводимость заполненной ячейки (см. рис. 1.1б) равна:

$$\dot{Y}_C = G + i\omega(C_P + \epsilon' C_0). \quad (1.2)$$

Здесь C_0 – рабочая емкость конденсаторной ячейки, зависящая от ее геометрических размеров и конструкции, C_P – паразитная емкость, которая образована емкостью изолирующего кольца и краевой емкостью; ϵ' – действительная часть КДП исследуемого вещества; ω – циклическая частота, i – мнимая единица; $G = \text{Re}(\dot{Y}_C)$ – активная проводимость рабочей части ячейки, определяемая выражением:

$$G = \frac{\sigma C_0}{\epsilon_0}, \quad (1.3)$$

где σ – эквивалентная удельная проводимость исследуемого вещества,

$$\sigma = \omega \epsilon_0 \epsilon'', \quad (1.4)$$

где ϵ'' – мнимая часть КДП исследуемого вещества, $\epsilon_0 = 8.854 \cdot 10^{-12}$ Ф/м – диэлектрическая постоянная.

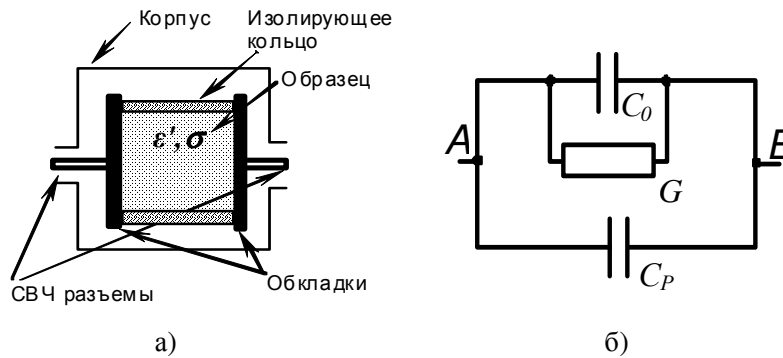


Рисунок 1.1 - Измерительный конденсатор (а) и его эквивалентная схема (б)

Таким образом, используя конденсатор с известными параметрами и измерив комплексную проводимость на определенной частоте, можно определить действительную и мнимую части КДП исследуемого образца на этой частоте.

Измерение диэлектрических свойств почв с применением конденсаторного метода позволяет изучать релаксационные процессы (Dudley et al., 2003), а также процессы переноса зарядов (Saltas et al., 2013).

1.1.2 Электродная поляризация. Учет электродной поляризации

При изучении проводящих сред, когда имеется прямой контакт образца с измерительными электродами, на частотах ниже 10^4 – 10^5 Гц необходимо учитывать электродную поляризацию. В исследованиях некоторых авторов (Tarkhov, 1948, 1956; Valeev et al., 1965; Sus et al., 1971; Chelidze et al., 1977) было показано ее влияние на измеряемое значение действительной части КДП образцов.

На границе раздела твердое тело – электролит возникает избыточная поверхностная энергия. Стремление двухфазной системы к равновесию приводит либо к сокращению контактирующей поверхности, либо к образованию двойного электрического слоя (Челидзе, 1977). Выделяют несколько механизмов образования двойного электрического слоя.

- Под действием тех или иных причин ионы твердого тела переходят в жидкость или же ионы раствора притягиваются к поверхности металла, в результате чего возникает ионный двойной электрический слой.

- Избирательная адсорбция поверхностью металла ионов жидкости.
- Адсорбция поверхностью металла полярных молекул жидкости.

Разделение двойного электрического слоя на адсорбционную (слой Гельмгольца) и диффузную (слой Гуи) части позволяет объяснить причины и особенности процессов на границе раздела фаз, а также может оказаться полезным при определении величины ДП.

В литературе описаны различные приемы устранения либо ослабления влияния электродной поляризации. Так, авторы работы (Levitskaya et al., 1996) предлагают следующие приемы:

- отделять образец от электрода с помощью тонкой полипропиленовой пленки. Данная пленка имеет постоянное значение КДП во всем диапазоне частот и позволяет получить хороший контакт с образцом, далее к пленке с помощью вазелина прикрепляется алюминиевая фольга, а затем подготовленный образец помещается в измерительную ячейку. Таким образом, получается двухслойный конденсатор, содержащий образец и два слоя пленки. Проведенные измерения и расчеты показали, что применение данной методики позволяет

значительно уменьшить влияние электродной поляризации в случае, если емкость образца меньше емкости пленки. На надежность измерений также влияет толщина пленки.

- Разделять образец от электрода с помощью воздушного зазора. В таком конденсаторе измеряется значение емкости ячейки с образцом и выбранным воздушным зазором, затем образец извлекается, и толщина воздушного зазора изменяется до тех пор, пока не получится то же значение емкости. Применение конденсатора с различным расстоянием между пластинами позволяет исключить из рассмотрения приэлектродные слои и определить КДП средней части образца. Этот прием удобен при изучении жидкостей. При изучении твердых образцов увеличение расстояния приводит к устранению одного электродного слоя.

В работе авторов (Gomez-Sanchez et al., 2012) влияние электродной поляризации при проведении измерений биологических тканей на низкой частоте было уменьшено за счет тетраполярной конфигурации электродов. В исследовании были использованы две тетраполярные системы:

- со смежной формой, состоящей из четырех кольцевых электродов 12,7 мм в диаметре, каждый электрод помещается в вершине квадрата со стороной 25 мм, расстояние между электродами 18,44 мм;
- с осевой концентрической формой, состоящей из четырех колец из нержавеющей стали с радиусом 7,94, 14,26, 22,23 и 31,75 мм и толщиной 1,4 мм.

Для обеих тетраполярных конфигураций зондов свободное пространство было заполнено жидким акрилом. Сравнивая результаты измерений электрических свойств биологических тканей, авторы отдают предпочтение второй тетраполярной системе электродов.

Минимизировать влияние электродной поляризации возможно также с использованием в качестве электродов платинированных пластин, а в качестве прокладки – промокательную бумагу, насыщенную слабым электролитом (Scott et al., 1967). Прокладки, насыщенные суспензией серебра и хлорида серебра,

минимизируют накопление ионов на электродах, так как ионы серебра в растворе могут войти в прокладку, разрядиться и стать атомами металлического серебра; или атомы серебра могут покинуть другую прокладку и войти в раствор хлорида серебра в образце породы как заряженные ионы серебра. Так как химическая реакция между раствором электролита в образце и прокладкой почти обратима, то этот комбинированный электрод-электролит может рассматриваться как обратимый. С помощью двухэлектродной установки от 100 Гц до 1 МГц было измерено и рассчитано значение КДП более 67 частично насыщенных образцов горных пород.

Для устранения поляризации электродов, при изучении солевых растворов, в работе (Wakamatsu, 1997) авторами предложен индукционный метод измерения. Для реализации данного метода был разработан датчик, состоящий из двух тороидальных катушек и электростатических экранов, которые покрыты эпоксидной смолой. Датчик работает в диапазоне частот от 75 кГц до 30 МГц с использованием измерителя LCR высокой точности HP 4285A и HP VEE программного обеспечения на HP Vectra. В ходе проведения экспериментальных исследований значение проводимости эталонного образца отличалось на 30-50 % от его истинного значения. Ошибка измерений связана: с наличием нежелательных связей между первичной и вторичной обмотками, с акустическими связями, с асимметричным электрическим полем, в случае, если есть контур заземления. Для устранения ошибки в измерениях автором предложена методика калибровки датчика, после применения которой погрешность снизилась до 2 %.

Одним из способов устранения электродного эффекта является применение 4-контактных методов измерения.

Наиболее подробно применение 2-контактных и 4-контактных методов измерений КДП было рассмотрено в работе (Bona et al., 2008), где авторы приводят результаты экспериментальных исследований солевого раствора KCl различной концентрации и 100 % насыщенного карбонатного образца с пористостью 6 %. Для проведения исследований применялась измерительная ячейка, в

которой с образцом контактируют и токовые электроды, и электроды напряжения. Измерения проводились с использованием обоих методов. На основе полученных данных можно сделать вывод, что 4-контактные измерения предпочтительнее на частотах ниже 10 кГц, но 2-контактные, как правило, работают лучше на более высоких частотах. Если измерительная ячейка сделана правильно, ошибка, связанная с поляризацией электродов, становится весьма небольшой на частотах выше 100 Гц. Представленный анализ показывает взаимодополняемость между 2- и 4-контактными методами измерений в низкочастотном диапазоне.

В литературе предоставлены данные измерений четырехэлектродным методом, а именно: Lockner и Byerlee (Lockner et al., 1985) измеряли комплексное сопротивление уплотненных пород от 10^{-3} Гц до 100 Гц; Майерс и Сэвилл (Myers et al., 1989) измеряли комплексное сопротивление коллоидных суспензий на частотах ниже 1 кГц и Хойер и Rumble (Hoyer et al., 1976) в своих измерениях использовали мостовую схему с четырьмя электродами для измерения комплексного сопротивления песчаника и водно-глинистых суспензий от 10 Гц до 0,1 МГц.

Краткие выводы: для измерения КДП сред в диапазоне частот от 100 Гц до 1 МГц применяют конденсаторы. Конструкция конденсаторов предусматривает возможность измерения размеров рабочей области, в связи с чем наиболее часто используют конденсаторы с плоскими и цилиндрическими обкладками. Анализ научной литературы показал необходимость учета влияния электродной поляризации на значение величины ДП при исследовании образцов на низких частотах. Авторами некоторых работ предложены методы устранения либо ослабления электродной поляризации.

1.2 Волноводные методы

На частотах выше 50-100 МГц, где размеры ячеек становятся сопоставимы с длиной волны и конденсаторные методы неприменимы, используются цепи с распределенными параметрами (волноводы). Суть волноводных методов

измерения КДП, основаны на использовании отрезков линий передачи, достаточно подробно описана в работах (Брандт, 1963, Воробьев и др., 1977). В качестве проводящих линий могут использоваться прямоугольные и круглые волноводы, коаксиальные и полосковые линии. В зависимости от задач экспериментальных исследований применяется та, либо иная волноводная структура.

1.2.1 Прямоугольные волноводы

Прямоугольные волноводы представляют собой полые трубы прямоугольного сечения, удобные для заполнения исследуемым веществом. Однако, коэффициент перекрытия по частоте (отношение максимальной частоты к минимальной) у одного волновода около 1,5 (см. таблицу 1.1) (Фельдштейн, 1967), поэтому для перекрытия широкого диапазона частот необходимо использовать волноводы разного поперечного сечения. Из-за неприемлемо больших размеров их неудобно использовать на частотах ниже 1 ГГц. Кроме того, их практически невозможно использовать для измерения больших значений диэлектрической проницаемости, так как при этом в заполненном волноводе возникают высшие типы волн. При этом вычисление КДП становится невозможным.

Таблица 1.1 Параметры прямоугольных волноводов

Обозначение диапазона	Размеры поперечного сечения волновода, a (см) x b (см)	Рабочий диапазон при воздушном заполнении, ГГц
L	16,510 x 8,255	1,12 – 1,70
W	10,922 x 5,461	1,70 – 2,60
S	7,710 x 3,403	2,60 – 3,95
C	4,754 x 2,214	3,95 – 5,85
X	2,286 x 1,016	8,20 – 12,4
K	1,067 x 0,432	18,0 – 26,5
Q	0,569 x 0,284	33,0 – 50,0

В обзоре (Алексеева и др., 1975) предлагаются следующие теоретически возможные методы измерения с использованием прямоугольного волновода:

- метод стоячих волн с реализацией на выходе режимов холостого хода и короткого замыкания;

- метод стоячих волн с реализацией на выходе режима согласованной нагрузки;
- помещение образца в виде пленки вдоль и поперек осей волновода.

Расширение диапазона измеряемых значений диэлектрической проницаемости возможно при частичном заполнении волноводов исследуемым веществом. По вопросам использования в экспериментальных исследованиях прямоугольных волноводов, частично заполненных изотропным диэлектрическим материалом, был сделан обширный теоретический обзор (Бергер и др, 1973). В данной работе представлены теоретические расчеты для различных волноводных структур, частично заполненных диэлектриком. Проведенные исследования позволили дополнить и систематизировать основные характеристики частично заполненных волноводов в широких пределах изменения их геометрии.

Приведем некоторые примеры использования прямоугольных волноводов для измерения КДП. В работе (Kuang-Fu Han et al., 1991) описана методика измерения солевого раствора на частоте 1,1 ГГц в диапазоне температур от 20 °С до 80 °С с использованием позолоченных прямоугольного и плоскопараллельного радиального волноводов. Полученные экспериментальные данные хорошо согласуются с эмпирическими формулами.

В работе (Belrhiti et al., 2011) представлены результаты измерений сухого бетона и древесного образца в диапазоне частот от 12 до 18 ГГц с применением волновода прямоугольной формы. Параметры матрицы рассеяния измерялись с помощью векторного анализатора цепей, к которому присоединялся волновод при помощи коаксиальных адаптеров. Расчет КДП исследуемых образцов был сделан с использованием двух формул: Ньютона-Рафсона и Никольсона-Росса. По результатам измерений можно сделать вывод о хорошем согласовании этих двух способов расчета. Средняя погрешность измерений 10,4 % по мнимой части и 4,06 % по действительной части КДП. Предлагаемый метод определения диэлектрических характеристик является надежным для измерений образцов с малыми потерями.

Сравнительный анализ методов измерений диэлектрических свойств образцов приведен в работе (Sheen, 2004). Авторами рассмотрены метод определения КДП с использованием прямоугольного волновода, закороченного с одного конца.

Краткие выводы: прямоугольные волноводы могут использоваться для измерения КДП на частотах выше 1 ГГц, причем в каждом волноводе определенного сечения только в ограниченном диапазоне частот. При измерении диэлектриков с большой действительной частью КДП и невысоким затуханием необходимо учитывать возможность возникновения высших типов волн. Однако, волноводы незаменимы на частотах выше 10-15 ГГц, где коаксиальные линии имеют малые размеры поперечного сечения и обладают более высокими потерями.

1.2.2 Круглые волноводы

Волноводы круглого сечения по перекрываемому диапазону частот не имеют преимуществ перед прямоугольными волноводами. Диапазон длин волн, при которых волна H_{11} является единственным распространяющимся типом, ограничен значениями $(1,31-1,71)\lambda/D$, где D – диаметр волновода (Мейнке и др., 1956). Однако, короткие отрезки круглых запердельных волноводов, заполненных диэлектриком, удобно присоединять к коаксиальным линиям. Лишь в небольшом числе работ приведены результаты измерений с использованием круглых волноводов. К отрезку круглого волновода с одной или двух сторон подключается коаксиальная линия, диаметр внешнего проводника которой равен диаметру круглого волновода. Комплексная диэлектрическая проницаемость вычисляется через измеренные значения комплексного коэффициента отражения (параметра S_{11}), либо комплексного коэффициента передачи (параметра S_{12}).

В работе (Taherian et al., 1991) использовалась ячейка с диаметром 0,83 дюйма (2,1 см). По данным авторов, полученные результаты измерений комплексной диэлектрической проницаемости с использованием такого волно-

вода неплохо согласуются с результатами измерений тех же веществ в коаксиальной ячейке на частотах 10 МГц – 1,3 ГГц. Измеренные значения параметров S_{11} и S_{12} не приведены и расчет погрешностей не выполнен.

В работе (Seleznev et al., 2004) приведены результаты измерений комплексной диэлектрической проницаемости солевого раствора, глицерина и частично насыщенного солевым раствором и нефтью песчаника. Произведен расчет погрешностей, из которого следует, что нижняя граничная частота, на которой погрешность измерения действительной части комплексной диэлектрической проницаемости ϵ' не превышает 10 %, зависит от значений ϵ' . Так, при измерении комплексной диэлектрической проницаемости глицерина при $\epsilon' \approx 40$ приемлемая погрешность достигается в диапазоне частот 20 МГц – 1 ГГц, а при измерении песчаника, насыщенного нефтью, при $\epsilon' \approx 6$ – в диапазоне частот 100 МГц – 1 ГГц.

Авторы работы (Siggins et al., 2011) использовали отрезки волноводов диаметром 38 мм и длиной от 2 до 150 мм. Приведены результаты измерений песчаника и глины в диапазоне частот 0,1– 600 МГц. Однако, из приведенных результатов измерений параметров S_{11} и S_{12} следует, что надежные данные о комплексной диэлектрической проницаемости образцов можно получать на частотах выше 10–30 МГц, на которых начинает проявляться зависимость этих параметров от частоты.

Предлагают применять круглые волноводы в режиме отсечки для исследования диэлектриков с невысокими значениями действительной (менее 10 единиц) и мнимой (порядка 10^{-4} См/м) частей комплексной диэлектрической проницаемости и авторы работы (Воропаев, 2004, Матвейчук и др., 2004), при этом погрешность определения ϵ' составляет 0,2 %. В работе (Завьялов и др., 2008) приведены результаты определения диэлектрической проницаемости горных пород на частоте 3 ГГц.

Краткие выводы: методы, использующие круглые волноводы в режиме отсечки, не получили широкого распространения, однако их достоинством является более простая подготовка образцов при измерении твердых веществ.

Достаточно обеспечить хорошие контакты по образующей цилиндра со стенками волновода и по основаниям – с торцами центральных проводников коаксиальной линии. При разумных значениях диаметров круглых волноводов критическая частота превышает 1 ГГц, поэтому погрешность измерения диэлектриков с небольшими значениями ϵ' на частотах ниже 50-100 МГц становится неприемлемо высокой.

1.2.2 Коаксиальные линии передачи

Значительное количество исследований диэлектрических свойств почв на частотах выше 50-100 МГц осуществляется с применением отрезков коаксиальных линий. В 60-70 гг. прошлого века использовались измерительные линии, на выходе которых были реализованы режимы холостого хода и короткого замыкания (Брандт, 1963). Измеряемым параметром являлся коэффициент стоячей волны по напряжению (КСВН). Так, в работе (Hipp, 1974) экспериментальные исследования проводились при помощи коаксиальной ячейки длиной 7,5 см в диапазоне частот от 30 МГц до 4 ГГц. Данные о погрешности измерения в работе не приведены.

С середины 70-х годов для измерения комплексных параметров матрицы рассеяния отрезков линии с исследуемым веществом стали использоваться векторные анализаторы цепей (Weir, 1974). Современный вариант метода обработки результатов таких измерений приведен в работе (Quéffélec et al., 2002).

В работах (Wagner et al., 2011, Lauer et al., 2012, Baker-Jarvis et al., 1990, Миронов и др., 2010) рассмотрены различные алгоритмы вычисления комплексной диэлектрической проницаемости. Показано, что на частотах выше 100 МГц алгоритмы, использующие только комплексный коэффициент передачи, обеспечивают для однородных материалов наиболее точные результаты.

В работе (Wagner et al., 2011) для получения частотной и температурной зависимости комплексной диэлектрической проницаемости илистого суглинка проводились измерения в диапазоне частот от 10 кГц до 4 ГГц с помощью векторного анализатора цепей ZVR, в диапазоне частот от 10 МГц до 40 ГГц при-

менялся векторный анализатор PNA E8363B и от 50 МГц до 20 ГГц – HP8720D. Экспериментальные исследования были выполнены с использованием сочетания коаксиальной ячейки и открытого конца коаксиальной линии (диэлектрический зонд HP85070B из комплекта электронной калибровки N4691B). Диэлектрические спектры для почв с различным содержанием воды (от 0 % до 46 %) и пористости (от 0,37 до 0,73) в диапазоне температур от 5 °С до 40 °С были получены с помощью разных моделей смеси: модель смеси на основе известной модели Лихтенекера-Ротера, модель Looyenga-Ландау-Лифшица, модель Бруггемана-Ханаи-Сена и модель Максвелла-Гарнетта. В работе приведен сравнительный анализ моделей на частоте 1 ГГц.

В работе (Миронов и др., 2010) предложена методика измерений, требующая калибровки, предполагающей измерение S-параметров матрицы рассеяния для двух незаполненных коаксиальных ячеек разной длины. Проведен анализ погрешностей измерений. Приведены данные измерений спектра комплексной диэлектрической проницаемости влажной суглинистой почвы при положительной и отрицательной температурах.

Для разных веществ в разных диапазонах частот используются отрезки линий различных размеров. Когда диаметр внешнего проводника коаксиальной линии равен примерно 5 см, то верхний предел частоты основной моды равен 3 ГГц.

Повышение измерений по частоте (до 26 ГГц) возможно при уменьшении поперечных размеров ячеек (Curtis, 2001). В этой работе приведены результаты исследования диэлектрических свойств почв в диапазоне частот от 45 МГц до 26,5 ГГц. Применялись коаксиальные ячейки длиной 1,5, 5 и 10 см. Измерения проводились с помощью векторного анализатора цепей HP8510C, значения мнимой и действительной частей ϵ^* определялись через коэффициенты матрицы рассеяния. Калибровка установки осуществлялась по воздуху и по дистиллированной воде. Расхождение экспериментальных данных воды с эталонными значениями составляет не более чем 6-7 %. В работе также приведены результаты измерений комплексной диэлектрической проницаемости песка влажно-

стью 4,3 % и глины влажностью 50 %, показано, что действительная часть комплексной диэлектрической постоянной для этих двух почв отличается в 10 раз, в то время как мнимая часть отличается в 100 раз.

Расчет погрешностей измерений, подтверждаемый экспериментальными измерениями (Gorriti et al., 2005, Chew et al., 1991), показывает, что погрешности измерений действительной части ϵ^* не превышают 1 %, когда длина волны в образце не превышает длину ячейки более чем в 5 раз. На низких частотах, когда отношение длины волны к длине образца равно 12, ошибка возрастает до 5 %.

При отсутствии векторных анализаторов приемлемой точности определения комплексной диэлектрической проницаемости возможно достичь при измерении только модулей коэффициентов прохождения и отражения, если выбирать длину ячейки так, чтобы наблюдалась интерференция сигналов, отраженных от границ образца (Бобров и др., 2001).

В обзоре (Фельдман, 1979) расчет комплексной диэлектрической проницаемости исследуемых образцов производится с использованием коэффициентов матрицы рассеяния отрезка линии. Авторами предложены следующие методы измерения ϵ^* :

- метод однократного отражения. Линия заполнена образцом частично, для расчета КДП используется коэффициент матрицы рассеяния S_{11} .
- Метод полного отражения. Линия заполнена образцом полностью, для расчета КДП используется коэффициент матрицы рассеяния S_{11} .
- Модифицированный метод. Исследуемый образец помещают в ячейки различной длины, для расчета ϵ^* используется коэффициент передачи S_{12} .
- Использование сосредоточенной емкости в торце волновода. Используется коэффициент матрицы рассеяния S_{11} .
- Метод многократных отражений. Исследуемый образец помещается в линию между двумя диэлектриками, для расчета ϵ^* используются коэффициенты матрицы рассеяния S_{11} и S_{12} .

По мнению авторов, наиболее эффективными является метод многократных отражений и модифицированный метод.

Применение коаксиальных линий в диэлектрических исследованиях продуктов позволяет решить некоторые задачи сельскохозяйственной отрасли. Так, в работе (Nelson, 2003) описаны результаты измерений комплексной диэлектрической проницаемости свежих фруктов (яблоко, банан, манго) в частотном диапазоне от 10 МГц до 1,8 ГГц, при температурах от 5 °С до 95 °С. Исследуемый образец помещался в отрезок коаксиальной линии с открытым концом. Электрические измерения, необходимые для определения диэлектрической проницаемости, были получены с помощью анализатора Hewlett-Packard 85070В. Из представленных графических зависимостей видно, что мнимая часть комплексной диэлектрической проницаемости увеличивается с ростом температуры, а действительная часть возрастает с температурой на более низких частотах, что обусловлено ионной проводимостью, но уменьшается с температурой на более высоких частотах. В диапазоне частот от 10 до 100 МГц температурная зависимость ϵ' минимальна.

Диэлектрические свойства сельскохозяйственных культур в зависимости от физических характеристик изучены в частотном диапазоне от 250 Гц до 10 ГГц. Исследование, описанное в работе (Nelson, 2010), позволило выявить зависимость диэлектрических свойств семян пшеницы от содержания влаги. Экспериментальные исследования проводились с применением различных методик измерений комплексной диэлектрической проницаемости. В качестве держателя для образцов применялись коаксиальные линии разных линейных размеров, что в свою очередь позволяет уменьшить значение погрешности определения ϵ^* .

В работе (Кулешов, 2014) приведены данные экспериментальных исследований электромагнитных параметров композиционных материалов на основе углеродных наноструктур. Образцы изготавливались в форме шайб и помещались в коаксиальную ячейку. С помощью векторного анализатора цепей Agilent Technologies E8363В измерялись коэффициенты матрицы рассеяния в диапазо-

не частот 0,01 – 2 ГГц, затем, используя метод Никольсона-Росса, рассчитывалось значение комплексной диэлектрической проницаемости.

В серии работ (Folgero, 1995, 1996, 1998, Folgero et al., 1996) авторы предлагают применять одну коаксиальную ячейку, но при этом, в зависимости от выбранного диапазона частот, использовать различные измерительные схемы. Ячейка представляет собой отрезок коаксиальной линии длиной 20 см с волновым сопротивлением 50 Ом. Исследуемый образец помещался между двумя тефлоновыми шайбами с известным значением ϵ^* . В качестве измерителя использовался векторный анализатор цепей, к которому ячейка присоединялась разъемами тип N. Комплексной диэлектрической проницаемости образца рассчитывалось через измеряемый параметр в зависимости от выбранного частотного диапазона:

- 1 кГц – 10 МГц – коаксиальная ячейка рассматривается как сосредоточенный конденсатор, и измеряемым параметром является комплексный импеданс ячейки;
- 10 – 100 МГц – измеряемым параметром является коэффициент матрицы рассеяния S_{11} при разомкнутом конце линии;
- 100 МГц – 6 ГГц измеряемым параметром являются коэффициент матрицы рассеяния S_{12} .

Калибровка ячейки осуществлялась с применением эталонных жидкостей со значениями диэлектрической проницаемости от 1 до 11 единиц и малыми потерями.

Авторы отмечают, что наибольшее значение погрешности наблюдается в максимумах коэффициента матрицы рассеяния S_{11} , либо в минимумах коэффициента матрицы рассеяния S_{12} . Авторы не сообщают о значениях погрешности измерений, но можно предположить, что она является высокой, во-первых, в диапазоне частот 1 – 10 МГц, так как погрешности современных измерителей импеданса на этих частотах могут достигать 10 % (URL: <http://literature.cdn.keysight.com/litweb/pdf/5991-3890EN.pdf?id=2459964>); во-

вторых, в диапазоне частот 10 – 50 МГц, где длина ячейки составляет лишь малую долю длины волны.

Краткие выводы: применение отрезков коаксиальных линий разной длины и разного поперечного сечения в качестве измерительных ячеек позволяет производить измерения комплексной диэлектрической проницаемости с низкой погрешностью в диапазоне частот от 0,1 до 26 ГГц. Восстановление значений ϵ^* производится через измеренные значения параметров матрицы рассеяния либо S_{12} , либо S_{11} . Достижимая погрешность измерения незасоленных почв не превышает по действительной части комплексной диэлектрической проницаемости 1-2 %, а по мнимой 2-3 %. Недостатком метода, как и других, описанных выше, является неизбежное изменение почвенной структуры при заполнении ячеек. Метод технологично весьма неудобен для измерений твердых веществ, так как сложно добиться надежного прилегания образца как к внешнему, так и внутреннему проводникам по всей длине ячейки.

1.2.3 Микрополосковые линии

Для определения диэлектрических свойств различных веществ помимо волноводов и коаксиальных ячеек применяются полосовые линии.

В работе (Беляев и др., 1995) для исследования жидких кристаллов в высокочастотном диапазоне авторами предложено использовать миниатюрные СВЧ датчики, построенные на основе микрополосковых структур. Применение микрополосковых измерительных ячеек позволяет фиксировать малые изменения КДП жидкого кристалла под действием внешних полей. Толщина слоя образца определяется зазором между измерительными пластинами и составляет примерно 100 мкм. Это сравнимо с толщиной реальных жидкокристаллических ячеек.

В дальнейшем авторами была усовершенствована конструкция СВЧ датчика, в которой микрополосковый измерительный резонатор включен в качестве задающего контура в автогенераторную СВЧ схему (Беляев и др., 1998). Задающим контуром является микрополосковой резонатор «кольцевого» типа с

вертикальными измерительными позолоченными пластинами. В качестве исследуемых образцов выступили два типичных нематогена: 4-н-пентил-4-цианобифенил (5ЦБФ) и 4-метоксибензилиден-4-бутиланилин (МББА). Методика проведения эксперимента заключается в следующем: в зазор измерительных пластин СВЧ датчика автогенератора помещался жидкий кристалл и выдерживался в течение часа для достижения равновесия. Затем для каждого образца при наложении магнитного поля снимались зависимости относительного изменения частоты и амплитуды. Аналогичные зависимости были сняты при приложении к измерительным пластинам датчика электрического напряжения. Также было исследовано совместное воздействие магнитного и электрического полей на жидкие кристаллы. СВЧ датчик размещался в миниатюрном термостате, который располагался между полюсами электромагнита. Корпус автогенератора мог вращаться между полюсами магнита так, что направление магнитного поля могло быть как параллельно, так и перпендикулярно сверхвысоко-частотному электрическому полю.

В работе (Кочеткова, 2003) предложена методика измерения температурной зависимости спектров диэлектрической проницаемости полярных жидкостей с использованием нерегулярного микрополоскового резонатора.

В работе (Миронов и др., 2006) предложена конструкция микрополоскового резонатора и метод его калибровки. В качестве исследуемого образца был выбран песок, увлажненный солевым раствором различной концентрации. По рефракционной модели рассчитывалась КДП данной смеси. Для проверки данной методики были проведены измерения КДП эталонной жидкости. Из полученных результатов видно, что по сравнению со справочными данными ошибка измерения составляет около 4,5 % для ϵ' и около 3 % для ϵ'' .

Для измерения жидкостей в диапазоне частот от 50 МГц до 1,4 ГГц в работе (Kozhevnikov, 2010) предложено устройство, состоящее из двух идентичных бесконтактных проводящих ячеек. Данные ячейки образованы путем сплавления капилляров из диоксида кремния с обернутыми вокруг них металлическими электродами, которые присоединены к микрополоскам. Одна из

ячеек заполняется исследуемой жидкостью, а другая – эталонной. Объем образца составляет 200 нл. Для расчета КДП применялся коэффициент передачи S_{21} . По результатам исследований видно, что устройство обладает высокой чувствительностью в широком диапазоне частот, это в свою очередь приводит к малому значению величины погрешности измерений.

Применение микрополоскового кольцевого резонатора позволяет определить мнимую часть КДП почв с небольшой погрешностью (Sarabandi et al., 1997). Авторами проведен сравнительный анализ четырех методов измерения КДП почв (микрополосковый кольцевой резонатор, коаксиальный зонд с открытым концом, резонатор и заполненная воздухом коаксиальная линия). Показано хорошее согласование по всем четырем методам измерений при определении действительной части КДП. Однако при определении мнимой части КДП резонансный метод и коаксиальный зонд с открытым концом можно применять лишь для почв с объемной влажностью от 0 – 5 %, так как во влажных образцах значение ε'' значительно возрастает. Применение заполненной воздухом коаксиальной линии сильно зависит от длины исследуемого образца.

Использование микрополосковых линий в технике позволило создать СВЧ датчики, которые можно использовать в системах оперативного контроля параметров жидкостей в разного рода технологических процессах (Патент № 2222024, РФ).

Краткие выводы: методы позволяют измерять КДП веществ при весьма малых его объемах, однако в случае использования резонаторов они не обладают достаточной широкополосностью.

1.3 Неразрушающие методы

Применение конденсаторных и коаксиальных ячеек и волноводов различной конфигурации в диэлектрических измерениях требует некоторой подготовки исследуемых образцов. При заполнении измерительных ячеек нарушается естественная структура почв. Кроме того, не все материалы позволяют изго-

товить образец, точно повторяющий конфигурацию ячейки. В некоторых применениях возможны только неразрушающие методы измерений.

Рассмотрим вначале методы, при которых исследуемая среда подвергается минимальным изменениям. К таким средам относятся биологические ткани. Так, в работе (Burdette et al., 1980) была создана и протестирована установка для исследований биологических тканей в диапазоне частот от 0,1 до 10 ГГц. Для проведения исследований животные были усыплены. Конструктивно датчик представляет собой штырь диаметром 0,085 см. Для устранения ошибки измерений применялась дополнительная коррекция, полученная после калибровки путем использования комбинации коэффициентов матрицы рассеяния, полученных при реализации на выходе линии режимов короткого замыкания, холостого хода и согласования. Исследования эталонных жидкостей показали, что наибольшая ошибка измерения действительной части КДП наблюдается при измерении сред с высокой проводимостью, но при этом погрешность определения мнимой части КДП минимальна. Исследования живых тканей показали, что значение действительной части КДП, а также погрешность ее определения с понижением частоты увеличивается, при этом проводимость остается практически неизменной, а погрешность определения проводимости уменьшается.

В работе (Skierucha et al., 2010) предлагается вводить в почву короткий отрезок двухпроводной линии, образованной двумя тонкими стальными штырями. КДП определяется через комплексный коэффициент отражения. Однако, внедрение в почву штырей приводит к небольшому увеличению объемной плотности вокруг каждого штыря и изменению ее структуры

В работе (Lauer et al., 2012) описана коаксиальная измерительная ячейка, при заполнении которой, по мнению авторов, почвенная структура не нарушается. Ячейка поперечного сечения 38,8/6,9 мм длиной 50 мм имеет тонкие стенки наружного и внутреннего проводников линии (внутренний является полым). Это сделано для того, чтобы при внедрении ячейки в естественную почву достигать минимального смещения почвенных частиц. Вырезанный таким образом

образец почвы вставлялся в измерительную ячейку с двумя переходниками на разъёмы типа *N*. Для перекрытия частотного диапазона 1 МГц – 10 ГГц использовались два векторных анализатора цепей – Rohde & Schwarz ZVR (1 МГц – 4 ГГц) и Agilent PNA E8363B (10 МГц – 10 ГГц). Измерялись все 4 параметра матрицы рассеяния. Для восстановления частотной зависимости КДП использовались разные алгоритмы, описанные в (Wagner et al., 2010). Судя по тому, что приведенные в статье значения коэффициентов отражения S_{11} и S_{22} на частотах выше 1 ГГц заметно различаются, при отборе образца не удалось полностью сохранить структуру и однородность плотности почвы по вдоль оси ячейки за счет влияния сил трения о стенки. Кроме того, применение ячейки одной длины на частотах, различающихся в 1000 раз, приводит к большим погрешностям измерения на границах диапазона. Собственно, это и подтверждается приведенными результатами экспериментальных измерений. Погрешность измерения действительной и мнимой частей КДП сухой почвы на частоте 1 МГц по данным авторов составляет около 20 %, а на частотах выше 1 ГГц данные о погрешности не приводятся. При таких больших размерах поперечного сечения линии длина волны, на которой возможно появление волноводного типа колебаний H_{11} , даже при воздушном заполнении составляет 87,4 мм (частота 3,4 ГГц) (Варламов, 1972).

В настоящее время широко применяется метод измерения КДП с применением датчика в виде открытого конца коаксиальной линии. Метод был описан в серии работ (Stuchly et al., 1980), (Stuchly et al., 1982).

В многочисленных последующих работах приведены способы улучшения калибровки и повышения точности метода, а также результаты его применения для измерения КДП разных объектов. Отмечается, что при измерении твердых образцов существует проблема осуществления надежного контакта между концом линии и поверхностью диэлектрика.

Лучшие результаты получаются при измерении КДП жидкостей. В работе (Iglesias et al., 2006) приведены результаты измерений в диапазоне частот от 0,01 ГГц до 10 ГГц. Для перекрытия частотного диапазона использовались два

прибора: НР 8407 (0,001-0,11 ГГц) и НР 8410А (0,1-12 ГГц). Внешний диаметр коаксиальной линии составлял 8,3 мм, внутренний 0,325 мм. Авторы приводят результаты тестирования установки на эталонных жидкостях: дистиллированная вода, водные растворы поваренной соли концентрацией 2,8 % и 25 %, метанол. Погрешности измерений действительной части КДП на частоте 0,01 МГц составляют для метанола 60 %, для дистиллированной воды – 20 %, для солевых растворов изменяются от 20 до 7 % с увеличением концентрации. На частоте 0,1 ГГц погрешности для всех тестируемых материалов имеют значения 2-3 %. На частоте 1 ГГц погрешность составляет 1,2-1,3 %. Погрешность измерения мнимой части КДП на частотах 0,01 и 0,1 ГГц для дистиллированной воды и метанола имеет значения больше 100 %, оно снижается с повышением частоты. Для солевых растворов погрешность на этих частотах составляет 1,2-3 %. На частоте 1 ГГц значения погрешности лежат в диапазоне значений 1,3-3 %, кроме значений для дистиллированной воды, погрешность для которой составляет 8 %.

В работе (Verube et al., 1996) приведены результаты измерений КДП растворов поваренной соли концентрацией 0,5 моль/л и 1 моль/л. Измерения проводились в диапазоне частот от 1 до 20 ГГц с использованием векторного анализатора цепей НР 8510 и датчика в виде открытого конца коаксиальной линии. Для интерпретации результатов авторами были исследованы конденсаторная модель, антенная модель, модель виртуальной линии и модель с использованием рациональных функций.

По итогам тестирования наилучшие результаты дает модель виртуальных линий. Так, для исследуемых растворов погрешность по ϵ' составляет 5-10 %, а по ϵ'' – 2-5 % для раствора 0,5 моль/л и 1-5 % для раствора 1 моль/л. Также авторами показано, что для калибровки необходимо использовать материалы, диэлектрические характеристики которых близки к характеристикам исследуемых веществ.

Аналогичные исследования с использованием данного типа датчика описаны в работах (Blackham et al., 1997, Boughriet et al., 1999, Bringham et al., 1996).

Часто метод открытого конца коаксиальной линии применяется совместно с другими методами для расширения частотного диапазона. Так, в упомянутой выше работе (Wagner et al., 2011) этот метод сочетается с измерениями в коаксиальной ячейке.

Описанные выше неразрушающие методы определения КДП с использованием коаксиального зонда или открытого конца волновода требуют хорошего контакта между датчиком и измеряемым объектом. Одним из существующих методов для измерения диэлектрической проницаемости, отвечающей требованиям для неразрушающего бесконтактного зондирования, является измерение коэффициента передачи в свободном пространстве с использованием антенн.

Одним из преимуществ этого метода является его применимость для измерения материалов с высокими потерями. Погрешности метода обусловлены в основном дифракцией на краях образца, нежелательными отражениями от окружающих объектов и многократными переотражениями между антенной и образцом. Влияние этих причин может быть ослаблено как инструментальными методами, например применением короткофокусных линзовых антенн (Ghodgaonkar et al., 1989), так и учетом при обработке результатов измерений (Nakhkash et al., 2001).

Различные варианты экспериментальной установки исследованы в работе (Bogosanovich et al., 2003). В работе рассмотрены три системы, используемые для измерения коэффициента передачи в свободном пространстве.

1. Система с рупорными антеннами (состоит из двух антенн, расположенных на противоположных сторонах от исследуемого объекта).
2. Система с линзами (состоит из двух рупорных антенн и двояковыпуклой линзы, расположенной между передающей антенной и исследуемым объектом).

3. Система с антенной решеткой (состоит из антенной решетки и приемной рупорной антенны).

Авторами протестированы предложенные системы с целью выявления наилучшего варианта для промышленного применения. Был измерен коэффициент передачи и рассчитана КДП семи образцов (пена ПВХ), фторопласт, акрил и др., размер которых не превышал 10 см. Измерения проводились в диапазоне частот от 10 до 12 ГГц. Полученные значения КДП сравнивались с данными, опубликованными в литературе. Анализ полученных данных позволил сделать вывод о том, что система с антенной решеткой имеет ряд преимуществ по сравнению с двумя другими системами.

Авторы работы (Santos et al., 2009), используя систему антенн, провели экспериментальные исследования торфяных почв с изменяющимся во времени составом. Значение КДП было рассчитано с использованием коэффициента матрицы рассеяния S_{21} .

В работе (Nakhkash et al., 2001) рассмотрены методы восстановления действительной части КДП, проводимости σ и толщины пластины в диапазоне частот от 550 до 1800 МГц. Для калибровки требуются два опорных сигнала антенн, которые отражаются от металлической пластинки. Стандартные отклонения составили 0,2 для ϵ' , 0,0021 для σ и для толщины пластинки – 0,1. Показано, что наиболее точные результаты могут быть достигнуты на расстояниях менее одной длины волны на данной частоте.

При определении КДП почв в диапазоне от 4 до 18 ГГц авторы работы (Hallikainen et al., 1985) использовали векторный анализатор цепей HP 8410B и применяли метод расчета КДП для волноводов, но при этом было учтено многократное отражение электромагнитной волны. Авторами показано, что значение погрешности действительной части КДП снижается с применением ячеек большей длины. Однако значение погрешности для мнимой части КДП в данном случае увеличивается.

Краткие выводы: применение датчика в виде открытого конца отрезка коаксиальной линии позволяет проводить экспериментальные исследования

веществ, не разрушая образцы. Однако из представленных в литературе данных видно, что данный тип датчика чувствителен к калибровке, а точность определения физических параметров зависит от выбора модели интерпретации данных. Помимо этого авторы работ указывают на большие значения погрешностей для сред с высокой проводимостью, а также необходимость хорошего контакта датчика с исследуемой средой. Применение антенн позволяет реализовать бесконтактный метод определения КДП веществ, не так сильно зависящий от качества поверхности образца. Однако этот метод удобно применять на частотах выше 6-8 ГГц. В мегагерцовом диапазоне длина волны составляет единицы и десятки метров, следовательно, размеры антенн должны быть соответствующими.

1.4 Диэлектрические модели влажных почв и горных пород

1.4.1 Диэлектрические модели смесей

Точных диэлектрических моделей для расчета КДП многокомпонентной смеси нет. Приближенные модели смесей работают в тех случаях, если нет электронного взаимодействия между компонентами смесей.

Существует много эмпирических и полуэмпирических моделей для определения КДП почвогрунтов. Рассмотрим наиболее употребительные из них.

Простейшими являются так называемые «конденсаторные» модели, когда компоненты смеси представляются в виде слоев, расположенных либо перпендикулярно, либо параллельно направлению вектора электрического поля. В первом случае диэлектрическая проницаемость определяется по формуле, похожей на формулу емкости системы последовательно соединенных конденсаторов:

$$\frac{1}{\epsilon} = \sum_i \frac{V_i}{\epsilon_i}, \quad (1.5)$$

где ϵ_i – КДП i -го компонента, а V_i – его объемная доля, соответственно.

Во втором случае диэлектрическая проницаемость определяется по формуле, похожей на формулу емкости системы параллельно соединенных конденсаторов:

$$\epsilon = \sum_i V_i \epsilon_i . \quad (1.6)$$

Формулы (1.5) и (1.6) называются граничными условиями Винера, поскольку реальные значения КДП смесей не выходят за эти пределы (Shivola, 2002).

В тех случаях, когда различия диэлектрических проницаемостей составляющих смесь компонент малы ($\Delta \epsilon_i < \epsilon_i$), используется формула:

$$\epsilon^{1/3} = \sum_i V_i \epsilon_i^{1/3} . \quad (1.7)$$

В случаях, когда объемная доля одного из компонентов мала $V_2 < 0,15$, для двухкомпонентных смесей используется матричная модель («дырки в сыре», «изюм в пудинге»):

$$\epsilon = \epsilon_1 + V_2 \frac{3(\epsilon_2 - \epsilon_1)\epsilon_1}{\epsilon_2 - 2\epsilon_1} . \quad (1.8)$$

При пошаговом добавлении малых включений, используя (1.7) и (1.8), Бруггманом получена формула, которую Ханай распространил на диэлектрики с потерями. Формула Бруггемана-Ханай имеет вид (Wobschall, 1977):

$$\frac{\epsilon^* - \epsilon_2^*}{\epsilon_1^* - \epsilon_2^*} \left(\frac{\epsilon_1^*}{\epsilon^*} \right)^{\frac{1}{3}} = 1 - \phi . \quad (1.9)$$

Формула (1.9) применима для сферических частиц. Модель плохо работает при $V_2 \approx V_1$.

Удовлетворительно описывает диэлектрическую проницаемость двухфазной среды формула Максвелла-Гарнетта:

$$\epsilon_{eff} = \epsilon_1 + \frac{3f_2\epsilon_1(\epsilon_2 - \epsilon_1)/(\epsilon_2 + 2\epsilon_1)}{1 - f_2(\epsilon_2 - \epsilon_1)/(\epsilon_2 + 2\epsilon_1)}. \quad (1.10)$$

В работе (Shutko et al., 1982) приводится сравнительный анализ большинства известных формул для применения к влажным почвам. Автор делает вывод о том, что все они (кроме формул Лихтенекра, Бруггемана-Ханаи и Брауна) сводятся к формулам Оделевского для матричных смесей, которая содержит две компоненты – диэлектрическую проницаемость сухого грунта и воды.

Модель Оделевского для матричных смесей:

$$\epsilon = \epsilon_w \left(1 + \frac{1 - V_w}{\frac{V_w}{3} + [\epsilon_w / (\epsilon_r - \epsilon_w)]} \right), \quad (1.11)$$

где ϵ , ϵ_w , ϵ_r – диэлектрические проницаемости смеси, воды и сухого грунта, соответственно; V_w – относительная объемная концентрация воды.

В дистанционном зондировании почв до последнего времени широко применялась модель Добсона (Dobson et al., 1985). Согласно этой модели почва состоит из четырех компонент: твердых частиц почвы, воздуха, связанной и свободной воды. Авторы предлагают КДП почвы рассчитывать с помощью следующего выражения:

$$V_v^\beta \epsilon_w^\alpha = W \epsilon_w^\alpha V_{bw} \epsilon_{bw}^\alpha, \quad (1.12)$$

где V_v^β – объем всей воды в почве, V_{bw} – объем связанной воды, β – эмпирическая постоянная, зависящая от структуры почв, $\alpha = 0,65$.

Формула (1.12) для почвы с плотностью ρ и плотностью твердых частиц почвы ρ_m принимает окончательный вид:

$$\epsilon_{eff}^\alpha = 1 + \frac{\rho}{\rho_m} (\epsilon_m^\alpha - 1) + V_v^\beta \epsilon_w^\alpha - V_v \epsilon, \quad (1.13)$$

где ϵ_m рассчитывается по формуле: $\epsilon_m = (1.01 + 0.44\rho_m)^2 - 0.062$ и составляет значение $\epsilon_m \approx 4,7$; ϵ_w рассчитывается по модели Дебая с учетом эффективной про-

водимости σ_{eff} , являющейся эмпирической функцией структуры почвы. Используя значения $\alpha = 0,65$ при оптимизации выражения (1.12) для каждого типа почвы, авторами были получены следующие значения β :

$$\beta' = (127,48 - 0,519 S - 0,152 C)/100,$$

$$\beta'' = (1,33797 - 0,603 S - 0,166 C)/100,$$

где S и C – процентное содержание песка и глины в почве. Под глиной понимаются частицы размерами менее 2 мкм.

Для многофазных смесей применяется также формула Бирчака (Birchak et al., 1974):

$$\epsilon^\alpha = \sum_i V_i \epsilon_i^\alpha, \quad (1.14)$$

где ϵ_i – это КДП i -го компонента смеси (связанная и свободная вода, воздух и твердые частицы), α – экспериментально подбираемый параметр. При $\alpha = 0,5$ модель называется рефракционной.

В рефракционной модели КДП определяется как сумма показателей преломления компонентов смеси, умноженных на соответствующие объемные доли компонентов. Эта модель получила название обобщенной рефракционной диэлектрической модели смеси (Mironov et al., 2004).

Согласно этой модели комплексный показатель преломления влажных почв

$n_s^* = n_s - i\kappa_s = \sqrt{\epsilon_s^*}$ как функция объемной влажности W может быть представлен в виде:

$$n_s = \begin{cases} n_d + (n_b - 1) W, & W \leq W_t \\ n_d + (n_b - 1) W_t + (n_u - 1) (W - W_t), & W \geq W_t, \end{cases} \quad (1.15)$$

$$\kappa_s = \begin{cases} \kappa_d + \kappa_b W, & W \leq W_t \\ \kappa_d + \kappa_b W_t + \kappa_u (W - W_t), & W \geq W_t, \end{cases} \quad (1.16)$$

где n_s , n_d , n_b , n_u и κ_s , κ_d , κ_b , κ_u значения действительной и мнимой частей показателей преломления. Индексы s , d , b , и u в (1.15) и (1.16) и далее относятся к

влажной почве, сухой почве, связанной и свободной влаги в почве, соответственно, а W_t обозначает предельное содержание связанной влаги в данном типе почвы.

В работах Миронова В.Л. и соавторов (Миронов и др., 2010, 2012) найдены параметры рефракционной модели почв в зависимости от минерального состава и температуры. На низких частотах наблюдается резкое возрастание значений КДП почв как ϵ' , так и ϵ'' . Причиной возрастания является межповерхностная поляризация на границе вода–твердая фаза. При не очень высокой влажности, когда вся почвенная вода находится в связанной форме, возрастание КДП почв в рамках диэлектрической модели смеси, состоящей из связанной воды, твердых частиц и воздуха, можно описать возрастанием КДП связанной воды.

Учет межповерхностной поляризации позволил создать модель, удовлетворительно совпадающую с экспериментом в диапазоне частот 0,04–26,5 ГГц (Миронов и др., 2013), (Mironov et al., 2013).

В этих работах используются многорелаксационные модели связанной и свободной воды.

1.4.1 Релаксационные модели КДП воды

Вода является важнейшим компонентом, определяющим КДП почв, горных пород и растительности. Вода, находящаяся в почвенных порах, отличается по своим физическим свойствам от свободной воды в больших объемах (Злочевская, 1988). Диэлектрические свойства воды, адсорбированной на поверхности почвенных частиц, воды в порах и капиллярах, очень сильно зависят от размеров частиц, пор и капилляров и от минералогического состава твердой фракции.

Свойства воды, находящейся в крупных порах и капиллярах, близки к свойствам свободной воды. Частотная зависимость КДП свободной воды обусловлена ориентационной поляризацией молекул. Обширный обзор моделей приведен в работах (Ахадов, 1972, Арамян, 1992, Челидзе, 1977).

Описывая диэлектрические свойства жидких сред, Дебаем (Дебай, 1931) предложено рассматривать молекулы жидкости в виде шарообразных структур, вращающихся под действием электрического поля в вязкой среде. Молекулы обладают одинаковыми временами жизни и постоянными дипольными моментами. Для определения значений комплексной диэлектрической проницаемости жидкого диэлектрика используется эмпирическая функция отклика материала на воздействие внешнего электрического поля:

$$\epsilon^* = \epsilon_{\infty} + \frac{\epsilon_s - \epsilon_{\infty}}{1 + i\omega\tau}. \quad (1.17)$$

Здесь ϵ^* – диэлектрическая проницаемость, ω – циклическая частота, ϵ_s – предельная низкочастотная диэлектрическая проницаемость, ϵ_{∞} – предельная высокочастотная диэлектрическая проницаемость, τ – время релаксации, i – мнимая единица.

Применимость уравнения Дебая к жидкостям можно проверить с помощью зависимости ϵ'' от ϵ' на разных частотах (Ахадов, 1972). В случае, когда эта зависимость описывается полуокружностью, пересечение которой с осью абсцисс при $\omega = 0$ дает значение ϵ_s , а при $\omega \rightarrow \infty$ дает значение ϵ_{∞} . При $\omega\tau = 1$ значения ϵ'' и ϵ' достигают максимума.

Для воды и большего числа моногидратных спиртов наблюдается хорошее совпадение экспериментально полученных спектров с результатами моделирования. Однако в большинстве полярных жидкостей имеется широкая область дисперсии с несколькими временами релаксации, в связи с этим уравнение (1.17) применять нельзя.

Для спектров с более широкой областью дисперсии была предложена формула Коула-Коула (Cole et al., 1941):

$$\epsilon^* = \epsilon_{\infty} + \frac{\epsilon_s - \epsilon_{\infty}}{1 + (i\omega\tau)^{1-\alpha}}, \quad (1.18)$$

где α – эмпирический коэффициент распределения времен релаксации, характеризующий ширину спектра времен релаксации и изменяющийся в диапазоне $0 \leq \alpha \leq 1$, если $\alpha = 0$, то соотношение (1.18) переходит в уравнение Дебая. Пара-

метр α учитывает смещение центра круга круговой диаграммы ниже оси. Модель Коула-Коула применяется для спектров с растянутым симметричным пиком поглощения.

Для спектров с асимметричным пиком поглощения используется функция Дэвидсона-Коула (Davidson et al., 1951):

$$\epsilon^* = \epsilon_{\infty} + \frac{\epsilon_s - \epsilon_{\infty}}{(1 - i\omega\tau)^{\beta}}, \quad (1.19)$$

где β – эмпирический коэффициент распределения времен релаксации, характеризующий ширину спектра времен релаксации и изменяющийся в диапазоне $0 \leq \beta \leq 1$, если $\beta = 1$, то соотношение (1.19) переходит в уравнение Дебая. Параметр β учитывает вытягивание высокочастотной части дуги круговой диаграммы вдоль оси ϵ' .

В работе (Navriliak et al., 1966) авторы объединили уравнения Коула-Коула и Дэвидсона-Коула:

$$\epsilon^* = \epsilon_{\infty} + \frac{\epsilon_s - \epsilon_{\infty}}{(1 + (i\omega\tau)^{1-\alpha})^{\beta}}. \quad (1.20)$$

В случае, когда $\alpha = 0$, $\beta = 0$ уравнение (1.20) даёт формулу Дебая, если $\alpha > 0$, $\beta = 0$, то получается формула Коула–Коула, при $\alpha = 0$, $\beta > 0$ – уравнение Дэвидсона-Коула. Модель Гаврильяка-Негами учитывает искажение круговой диаграммы одновременно по двум осям ϵ' и ϵ'' .

Формулы Дэвидсона-Коула (1.19), Коула-Коула (1.18) и Гаврильяка-Негами (1.20) получены подгонкой формулы Дебая под эксперимент. Тем не менее эти уравнения позволяют выполнить первичную, эмпирическую обработку экспериментальных данных, а также сопоставить данные, полученные разными авторами.

Параметры описанных выше релаксационных моделей зависят от температуры и солёности воды. Обзор и анализ публикаций по этой теме приведен в работе (Шарков, 1995).

Краткие выводы: разработанные модели удовлетворительно описывают зависимость КДП почв от влажности и температуры на частотах выше 50-100 МГц. Однако эти модели плохо работают на частотах ниже 50 МГц, где межфазное взаимодействие оказывает на КДП значительное влияние. Удовлетворительных моделей построить пока не удастся.

1.5 Диэлектрическая проницаемость глинистых почв

В работах (Эпов и др., 2009), (Эпов и др., 2011) приведены результаты измерений в широком частотном диапазоне диэлектрической проницаемости и проводимости песка и глины, насыщенных флюидом нефть–солевой раствор. В первой из них для моделирования частотных спектров КДП использовалась рефракционная модель (Mironov et al., 2004), которая хорошо описывала спектры КДП смесей, составленных на основе песка, и давала значительное расхождение с экспериментальными данными для смесей, составленных на основе бентонитовой глины. Причина заключалась в сильном влиянии на частотах ниже 1 ГГц межслойной поляризации на границе вода–твердая поверхность, приводящей к значительному возрастанию действительной и мнимой частей КДП в глинистых породах с большой удельной поверхностью. Во второй работе при моделировании КДП образцов межслойная поляризация в образце учитывалась двумя областями диэлектрической релаксации, описываемой моделью Коула-Коула.

В работе (Бобров и др., 2013) приведены результаты измерения частотной и температурной зависимостей КДП нефтеводонасыщенных образцов на основе смеси бентонит – речной песок в равных массовых долях, насыщаемых флюидами пластовая вода-дизтопливо. Показано, что релаксационные свойства связанной воды в смесях, где глинистая фракция представлена бентонитом, в диапазоне частот 1–1000 МГц практически не зависят от содержания бентонита и солености раствора, а КДП образцов зависит от содержания связанной воды, т. е. от величины удельной поверхности.

Существенное влияние на КДП почв оказывает связанная вода. Однако в большинстве работ по изучению диэлектрических характеристик глинистых почв диэлектрические свойства связанной воды отдельно не исследуются (Ishida, et al., 2000), (Kelleners, et al., 2005). Такая работа в свое время была проведена авторами работы (Boyarskii et al., 2002). В этих работах для расчета КДП связанной воды использовалась модель Дебая. Параметры этой модели отличаются от параметров свободной воды лишь временем релаксации, которое зависит от количества воды. Фактически, таким образом учитывается лишь ориентационная поляризация молекул связанной воды. В рефракционных моделях, приведенных в (Mironov et al., 2004), (Бобров и др., 2008), при моделировании КДП связанной воды также учитывается только ориентационная поляризация молекул, поэтому все эти модели дают хорошее согласие с измеренными значениями КДП почв, содержащих глину, лишь на частотах выше 1–1,5 ГГц.

При не очень высокой влажности, когда вся почвенная вода находится в связанной форме, возрастание КДП почв в рамках диэлектрической модели смеси, состоящей из связанной воды, твердых частиц и воздуха, можно описать возрастанием КДП связанной воды. Учет межповерхностной поляризации позволил создать модель, удовлетворительно совпадающую с экспериментом в диапазоне частот 0,04 – 26,5 ГГц (Mironov et al., 2013). В диэлектрических моделях авторов предполагалось, что КДП связанной воды на фиксированной частоте остается неизменной при увеличении объемной доли воды в породе от нуля до максимального ее значения. В применении к суглинистым почвам с максимальной долей связанной воды не выше 0,1 – 0,15 это не приводило к большим расхождениям с экспериментом.

Следует отметить, что результаты измерения КДП пород с высоким содержанием глины, приведенные в разных работах, трудно сравнивать между собой. Так, данные о КДП бентонита, приводимые в работах (Миронов и др., 2011), (Ishida, et al., 2000), (Kelleners, et al., 2005), при близких значениях влажности различаются между собой на 20-30 %.

Первые экспериментальные исследования, показавшие зависимость КДП связанной воды от ее количества, были проведены с использованием не очень точной аппаратуры и на частотах от 0,3 до 10 ГГц (Беляева и др., 2006).

Авторы работы (Levitskaya et al., 1996) провели в частотном диапазоне от 10^3 до 10^8 Гц исследование КДП доломита и песчаника с различной пористостью, которые насыщались дистиллированной водой и растворами соли NaCl. Исследования показали, что наблюдается дисперсия, причем при увеличении солености она проявляется сильнее. Область дисперсии сдвигается при увеличении солености вверх по частоте, т. е. время релаксации возрастает. Рост времени релаксации носит нелинейный характер. Наибольшие изменения КДП наблюдаются при соленостях $C < 150$ г/л, причем особенно четко для образцов с пористостью больше 11%. Это может объясняться тем фактом, что в этом частотном интервале межслойная поляризация вызывается движением зарядов на внутренней стороне пор. С ростом солености при данной пористости или ростом пористости при данной солености наблюдается рост числа зарядов в единице объема, вызывающий рост ϵ' .

В статье (Knight et al., 1987) приведены результаты исследования водонасыщенных песчаников в диапазоне частот от 4 кГц до 4 МГц. Исследовались песчаники с различной пористостью, содержанием глины, кварца и различными примесями (карбонаты, оксид железа). В результате исследования выяснено, что в образцах с малой удельной поверхностью дисперсия КДП фактически отсутствует. У образцов с высокими значениями удельной поверхности значения ϵ' возрастают с понижением частоты, что говорит о наличии дисперсии.

1.6 Выводы. Постановка задачи

Для измерения КДП сред в диапазоне частот от 100 Гц до 1 МГц (иногда до 10 МГц) широко применяются конденсаторные ячейки. Конструкция конденсаторов предусматривает возможность измерения размеров рабочей области, в связи с чем наиболее часто используют конденсаторы с плоскими и цилиндрическими обкладками. Однако на высокочастотном краю диапазона (на

частотах 1 МГц и выше) возрастает погрешность измерения импеданса современными измерителями LCR, которая может достигать 10 %.

На частотах от 20 МГц до 1-3 ГГц чаще всего для твердых образцов применяются методы, использующие круглые волноводы в режиме отсечки. При использовании образцов в виде дисков необходимо обеспечить хорошие контакты по образующей цилиндра со стенками волновода и по основаниям – с торцами центральных проводников коаксиальной линии. При разумных значениях диаметров круглых волноводов критическая частота превышает 1 ГГц, поэтому погрешность измерения диэлектриков с небольшими значениями ϵ' на частотах ниже 50 – 100 МГц становится неприемлемо высокой.

В этом же частотном диапазоне широко применяются методы, использующие датчик в виде открытого конца отрезка коаксиальной линии. Это позволяет проводить экспериментальные исследования веществ, не разрушая образцы. Однако из представленных в литературе данных видно, что данный тип датчика чувствителен к калибровке, а точность определения физических параметров зависит от выбора модели интерпретации данных. На результат измерений сильно влияет надежность контакта датчика с исследуемой средой, кроме того, метод дает большие значения погрешностей для сред с высокими потерями.

На частотах выше 1 ГГц для измерения КДП могут использоваться прямоугольные волноводы, причем каждый волновод определенного сечения только в ограниченном диапазоне частот. При измерении диэлектриков с большой действительной частью КДП и невысоким затуханием необходимо учитывать возможность возникновения высших типов волн.

Применение отрезков коаксиальных линий разной длины и разного поперечного сечения в качестве измерительных ячеек позволяет производить измерения КДП сыпучих и жидких тел с низкой погрешностью в диапазоне частот от 0,1 до 26 ГГц. Достижимая погрешность измерения незасоленных почв не превышает по действительной части КДП 1-2 %, а по мнимой 2-3 %.

Методы с использованием микрополосковых резонаторов позволяют измерять КДП веществ при весьма малых его объемах, однако они не обладают достаточной широкополосностью.

Определения КДП веществ в свободном пространстве с применением антенн позволяет реализовать бесконтактный метод. Однако этот метод удобно применять на частотах выше 6-8 ГГц.

Таким образом, разработанные методы позволяют измерять КДП веществ в частотном диапазоне от десятков герц до десятков гигагерц. Однако в разных частотных диапазонах применяются разные методы, исследуемое вещество помещается в разные ячейки.

Для исследования релаксационных процессов необходимо проводить точное измерение КДП в широком диапазоне частот. При этом необходимо измерять один и тот же образец. В случае почв и рыхлых горных пород заполнение разных ячеек не позволяет выдерживать одинаковые физические параметры образцов, такие как плотность сухого сложения и объемную влажность. Метод, предложенный Folgero для измерения КДП жидкостей, как и другие известные методы измерений, не обеспечивает приемлемой погрешности измерений в диапазоне частот 1-50 МГц.

Требуется установить причину, по которой у разных исследователей различаются результаты измерения КДП пород с высоким содержанием глины, в частности бентонита. Особое внимание нужно уделить исследованиям КДП бентонита при малых влажностях и изменению диэлектрических свойств связанной воды при изменении ее объемной доли от 0 до 0,2 при разных температурах.

Задачи диссертационного исследования:

1. Разработать способ измерения комплексной диэлектрической проницаемости почвогрунтов в диапазоне частот 0,3 – 100 МГц и совместить его с известными методами измерения на частотах ниже 1 МГц и выше 100 МГц таким образом, чтобы во всем диапазоне частот от десятков герц до единиц гигагерц измерялся один и тот же образец.

2. Использовать разработанный метод для изучения процесса изменения во времени комплексной диэлектрической проницаемости пород после увлажнения до достижения равновесного состояния.

3. Исследовать релаксационные процессы во влажных глинистых и песчано-глинистых породах и найти зависимость параметров релаксационных процессов от влажности, содержания глины и удельной площади поверхности.

Глава 2. Методы измерения комплексной диэлектрической проницаемости жидких и сыпучих пород в широком диапазоне частот в одной ячейке

2.1 Оценка погрешности измерения КДП в методе Folgero

В значительной части работ, где приводятся результаты измерения КДП в широком диапазоне частот, нет оценки погрешностей, которая в диапазоне частот 1–100 МГц может быть очень высокой.

Только в одном методе измерения КДП в широком диапазоне частот используется одна ячейка (Folgero, 1998). Метод основан на измерении комплексного коэффициента передачи и комплексного коэффициента отражения электромагнитной волны от отрезка коаксиальной ячейки длиной 20 см. При реализации этого способа в диапазоне частот 100 – 6000 МГц КДП определяется через комплексный коэффициент передачи ячейки, измеряемый с помощью векторного анализатора цепей. На частотах ниже 100 МГц длина ячейки становится много меньше длины волны, ее влияние на проходящую волну уменьшается и резко возрастает погрешность измерения. Для уменьшения погрешности в диапазоне частот 10 МГц – 100 МГц измеряется коэффициент отражения от ячейки, когда на противоположном конце ее реализован режим холостого хода. В диапазоне частот ниже 10 МГц ячейка рассматривается как цилиндрический конденсатор, и его емкость измеряется с помощью измерителя LCR. Таким образом, для измерения КДП вещества в широком диапазоне частот используется одна ячейка и два прибора – измеритель LCR и векторный анализатор цепей.

На рисунке 2.1 показана схема установки для измерения по методу-прототипу. В диапазоне частот 100 – 6000 МГц измерительная ячейка с помощью переключателей П1 и П2 и соединительных СВЧ кабелей присоединяется к векторному анализатору цепей, и с его помощью измеряется комплексный коэффициент передачи (компонент матрицы рассеяния S_{12}). В диапазоне частот 10 МГц – 100 МГц с помощью переключателя П2 отключается правый разъем

ячейки, реализуя режим холостого хода. В этом случае с помощью векторного анализатора цепей измеряется комплексный коэффициент отражения (компонент матрицы рассеяния S_{11}) от левого края измерительной ячейки. В диапазоне частот ниже 10 МГц измерительная ячейка с помощью переключателя П1 и кабеля подключается к измерителю импеданса (измерителю LCR). В этом случае ячейка рассматривается как сосредоточенный цилиндрический конденсатор.

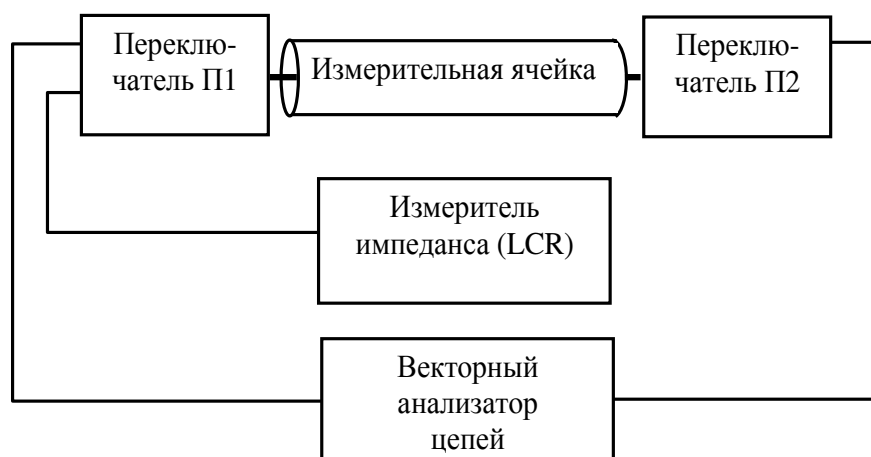


Рисунок 2.1 – Схема установки для измерения КДП (Folgero, 1998)

Недостатком способа является высокая погрешность измерения в диапазоне частот 10 МГц – 100 МГц, так как, во-первых, влияние ячейки, длина которой много меньше длины волны (на верхней частоте диапазона в 15 раз, а на нижней – в 150) на коэффициент отражения остается слабым и, во-вторых, все выпускаемые промышленностью векторные анализаторы цепей измеряют коэффициент отражения с погрешностью большей, чем погрешность измерения коэффициента передачи (R&S®ZNB Vector Network Analyzer. Specifications. Version 04.00, 2012). Высокой является также погрешность измерений в диапазоне частот 1–10 МГц, обусловленная погрешностью даже современных измерителей LCR.

Нами был проведен расчет погрешности измерения действительной части КДП метода, используемого на частотах 10 МГц – 100 МГц. Вначале рассчитывали значения комплексного коэффициента отражения (параметра S_{11}) ячейки длиной 20 см, заполненной гипотетической средой с $\epsilon' = 2,4$ и эквивалентной

удельной проводимостью $\sigma = 10^{-5}$ См/м, при режиме холостого хода на другом конце ячейки. Близкие значения ϵ' в этом частотном диапазоне имеет нефть, измеряемая в работе (Folgero, 1998).

Вначале измеренные значения модуля коэффициента отражения (коэффициента прохождения) изменили на величину, равную приборной погрешности, и нашли новые значения ϵ'_1 и σ_1 . Затем при первоначальных значениях модуля была изменена фаза коэффициента отражения на величину, равную приборной погрешности, и найдены соответствующие значения ϵ'_2 и σ_2 .

Приборная погрешность измерения модуля коэффициента отражения определялась по формуле $0,4+0,04 \cdot f(\text{ГГц})$ дБ, и фазы – по формуле $3^\circ+0,4^\circ \cdot f(\text{ГГц})$, где f (ГГц) – частота, на которой проводятся измерения, в ГГц. Эти значения приборной погрешности взяты из технического описания векторного анализатора цепей ZVRE. Погрешность измерения действительной части КДП и проводимости рассчитывались по формулам:

$$\Delta\epsilon' = 1,6 \sqrt{\sum_i (\epsilon' - \epsilon_i)^2},$$

$$\Delta\sigma = 1,6 \sqrt{\sum_i (\sigma - \sigma_i)^2}, \text{ (где } i = 1, 2).$$

Результаты расчетов, приведенные на рисунке 2.2, показывают, что относительная погрешность измерения действительной части КДП $\Delta\epsilon'/\epsilon'$ изменяется по диапазону частот от 5 % на частоте 100 МГц до 26 % на частоте 10 МГц. Абсолютная погрешность измерения эквивалентной удельной проводимости практически не изменяется в частотном диапазоне и составляет около 0,01 См/м, т. е. гораздо выше заданной удельной проводимости исследуемого диэлектрика.

Таким образом, данный метод измерения не обеспечивает необходимой точности измерения. Кроме того, далеко не все из выпускаемых промышленностью измерителей импеданса имеет верхнюю границу частотного диапазона в 10 МГц (у измерителя E7-20 она составляет 1 МГц, а у измерителя LCR 3532-50 Hioki HiTESTER – 5 МГц).

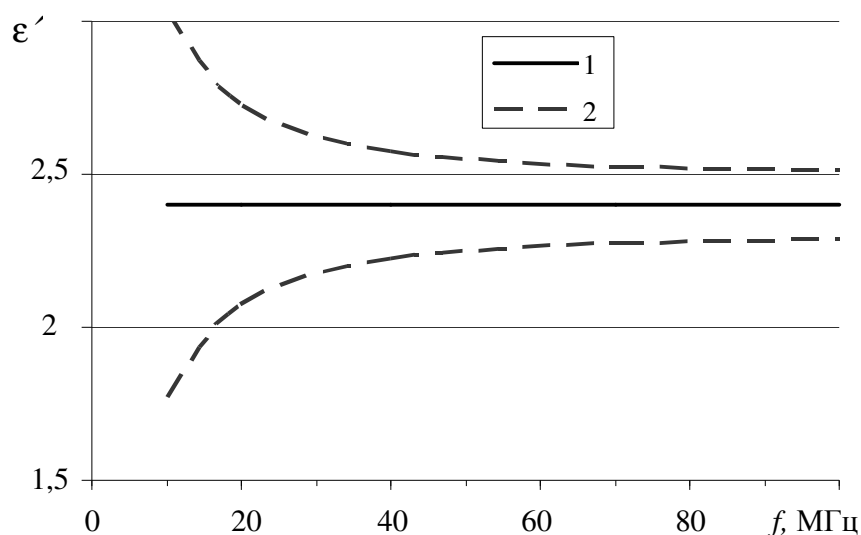


Рисунок 2.2 – Расчет погрешности измерения по методу Folgero, кривая 1 – значение действительной части КДП, равное 2,4; кривые 2 – диапазон погрешностей измерения

2.2 Метод измерения КДП жидких и сыпучих веществ в широком диапазоне частот.

2.2.1 Сущность метода

Предложенный и исследованный нами метод измерения КДП в одной ячейке обеспечивает низкую погрешность измерений в диапазоне частот от десятков герц до 8 ГГц (при использовании имеющегося в нашем распоряжении оборудования).

Исследуемое вещество помещают в ячейку, представляющую собой отрезок коаксиальной линии с волновым сопротивлением 50 Ом. Длина ячейки от 1 до 11 см выбирается в зависимости от ожидаемой диэлектрической проницаемости. В высокочастотной области (от 0,1 до 4-8 ГГц) ячейка непосредственно подключается к векторному анализатору цепей и измеряется ее комплексный коэффициент передачи (параметр матрицы рассеяния S_{12}).

Для измерения в частотном диапазоне от 0,3 до 100 МГц ячейка включается в разрыв центрального проводника отрезка линии большего сечения с волновым сопротивлением, равным импедансу векторного анализатора (50 Ом) та-

ким образом, что корпус ячейки одновременно служит центральным проводником этого отрезка (Патент № 2509315 РФ). Значения КДП рассчитываются через измеренные значения комплексного коэффициента передачи отрезка линии большого сечения.

На частотах ниже 1 МГц ячейка рассматривается как цилиндрический конденсатор, и его комплексный импеданс измеряется с помощью измерителя LCR. Верхний предел частотного диапазона определяется либо верхней измерительной частотой векторного анализатора цепей или появлением высших типов волн в заполненной коаксиальной ячейке. В заполненной ячейке с $D = 7$ мм критическая частота может составлять 10 – 12 ГГц. Низкочастотная граница диапазона измерений определяется либо граничной частотой измерителя LCR или электродной поляризацией при измерении веществ, в которых существует ионная проводимость.

Схема измерений в разных частотных диапазонах приведена на рисунке 2.3.

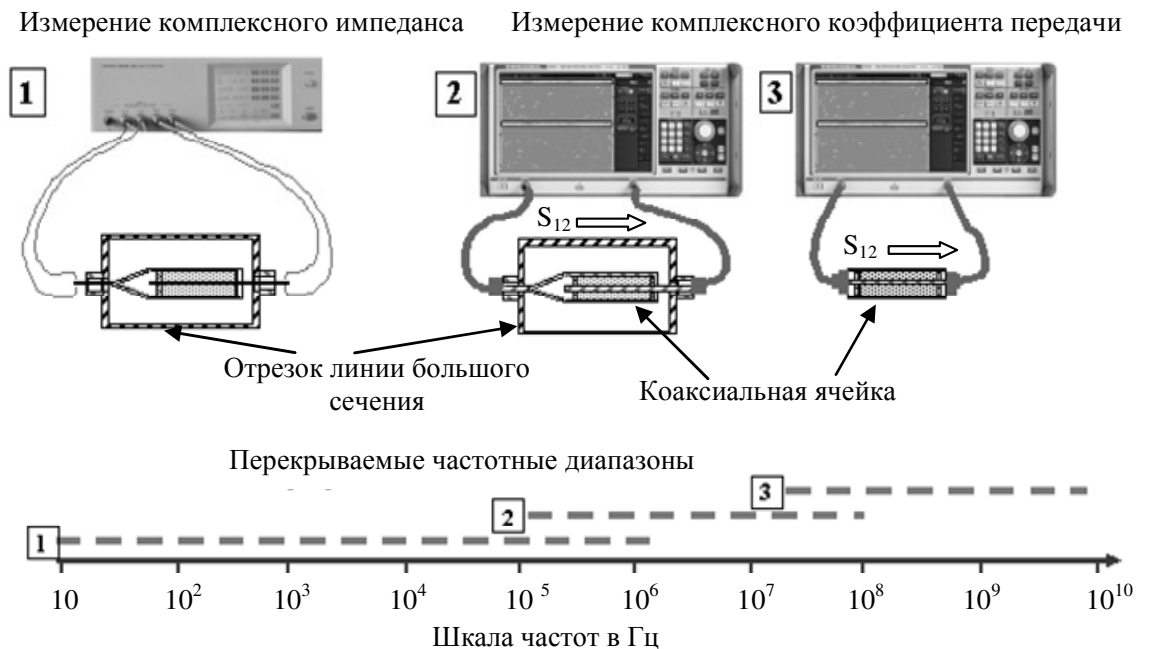


Рисунок 2.3 – Схематическое изображение экспериментальной установки для определения частотной зависимости КДП образца (вариант 1)

2.2.2 Диэлектрические измерения в диапазоне частот от 0,1 до 8,5 ГГц

Для измерения КДП жидких и сыпучих сред в диапазоне частот от 100 МГц до 8,5 ГГц используется векторный анализатор цепей ZNB8 (до 8,5 ГГц) или ZVRE (до 4 ГГц) фирмы Rohde & Schwarz. Методика измерений описана в (Бобров, 2011).

Схема измерения показана на рисунке 2.4. Образец 2 помещался в коаксиальную ячейку между двумя фторопластовыми шайбами 1 и 3. Диэлектрическая проницаемость фторопласта $\varepsilon = 2,05 \pm 0,05 - i \cdot 6 \cdot 10^{-4}$. Среды 0 и 4 – воздух, значение диэлектрической проницаемости которого $\varepsilon = 1 - i \cdot 0$.

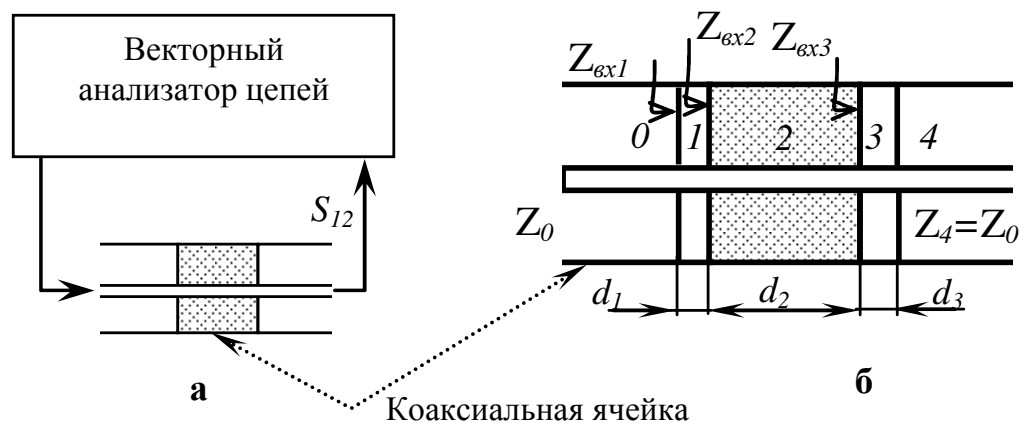


Рисунок 2.4 – Схема измерения КДП образцов (а) и схематический вид коаксиальной измерительной ячейки (б)

Коаксиальная ячейка с образцом подключается к векторному анализатору цепей, который измеряет четыре коэффициента матрицы рассеяния (параметры S). Для определения комплексной диэлектрической проницаемости сред достаточно измерить комплексный коэффициент передачи (параметр S_{12}).

Данный метод широко используется для измерений комплексной диэлектрической проницаемости в диапазоне частот от 50 МГц до 26 ГГц (см. раздел 1.2.2). Для восстановления значений КДП из измеренных значений параметров матрицы рассеяния используются различные методы, как точные, так и приближенные.

Для восстановления КДП нами используется точная формула для расчета параметра S_{12} слоистой структуры, приведенная в работе (Бреховских, 1973) и модифицированная для случая сред с потерями:

$$\frac{1}{S_{12}} = \prod_{n=0}^{n=3} \frac{Z_n + Z_{ex(n+1)}}{Z_{(n+1)} + Z_{ex(n+1)}} e^{-ik_n d_n}, \quad (2.1)$$

где Z_{ex1} , Z_{ex2} и Z_{ex3} – комплексные входные сопротивления, определяемые по формуле:

$$Z_{exn} = \frac{Z_{ex(n+1)} + Z_n \operatorname{th}(ik_n d_n)}{Z_n + Z_{ex(n+1)} \operatorname{th}(ik_n d_n)} Z_n, \quad (2.2)$$

где $n = 1, 2, 3$ – индекс слоя; $Z_{вх4}=Z_4=Z_0$; Z_0 – волновое сопротивление линии (50 Ом); i – мнимая единица; $k_n = k_0 \sqrt{\epsilon_n}$ – комплексное волновое число i -го слоя, где ϵ_n – КДП n -го слоя, $k_0 = 2\pi f / c$ – волновое число в вакууме (f – частота, c – скорость света); d_n – толщина n -го слоя; $Z_n = Z_0 \sqrt{\epsilon_n}$; $d_0 = 0$.

Поскольку диэлектрическая проницаемость не выражается формулой (2.1) в явном виде, для ее нахождения использовались математические методы поиска минимума целевой функции (разности между измеренными и рассчитанными значениями). Поскольку зависимость S_{12} от диэлектрической проницаемости носит периодический характер, поиск может дать неверное решение. Поэтому в процедуре поиска минимума в качестве начальных значений действительной и мнимой частей КДП использовались либо значения, близкие к истинным, либо заведомо низкие значения.

2.2.3 Измерение КДП на частотах от 0,3 до 100 МГц через комплексный коэффициент передачи.

На частотах ниже 100 МГц коаксиальная ячейка с диэлектрическим образцом оказывает незначительное влияние на амплитуду и фазу прошедшей электромагнитной волны, так что погрешности КДП значительно увеличиваются.

Для повышения точности определения КДП с помощью векторного анализатора цепей в диапазоне частот от 0,3 до 100 МГц измеряется коэффициент передачи этой же ячейки, помещенной в отрезок коаксиальной линии, имеющей размеры поперечного сечения большие, чем у ячейки. Центральный проводник ячейки и ее корпус подключаются к разрыву центрального проводника этой коаксиальной линии таким образом, что разрыв центрального проводника линии замыкается ячейкой как цилиндрическим конденсатором, при этом корпус ячейки одновременно служит центральным проводником коаксиальной линии большего сечения. Эскиз устройства для реализации заявляемого метода показан на рисунке 2.5. Диаметр корпуса коаксиальной ячейки $d_l = 15,8$ мм. Внутренний диаметр D_l внешнего проводника коаксиальной линии большего сечения выбирается равным 38,36 мм для получения импеданса этой линии равным импедансу векторного анализатора цепей (50 Ом) (Bobrov, 2011, Bobrov, 2012.).

Для согласования отрезка линии большого сечения с линией стандартного сечения 7/3 мм с разъемом типа *N* используется короткий отрезок конической линии с волновым сопротивлением, также равным 50 Ом. В целях уменьшения общей длины устройства для возможности его помещения в климатическую камеру согласующая коническая линия подключена только с одной стороны ячейки.

На рисунке 2.6 представлена эквивалентная электрическая схема устройства, в котором реализуется предлагаемый способ измерения КДП. Здесь E_g и $R_0 = 50$ Ом – ЭДС и внутреннее сопротивление выхода векторного анализатора цепей, соответственно; отрезок длиной l замещает линию передачи, центральным проводником которой является корпус коаксиальной ячейки. В правой части этой линии центральный проводник присоединен к входу анализатора цепей (с внутренним сопротивлением R_0) через импеданс $Z_{я}$ ячейки как цилиндрического конденсатора.

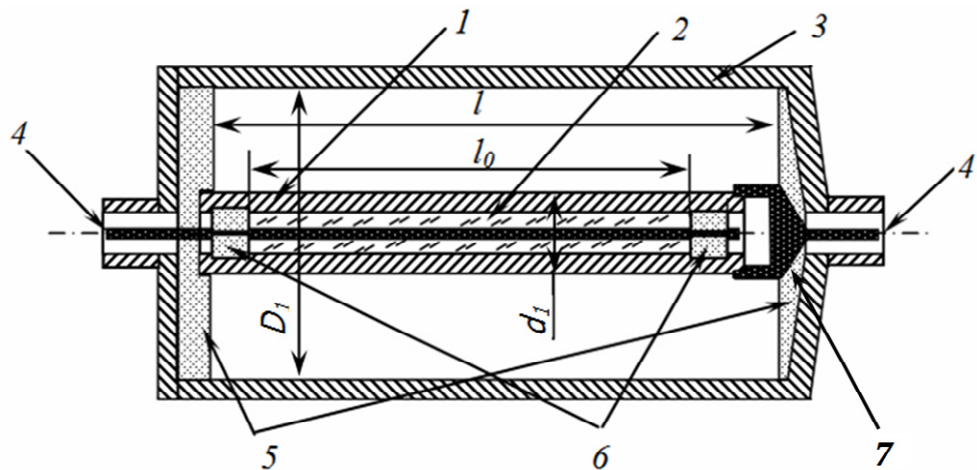


Рисунок 2.5 – Эскиз устройства для измерения КДП вещества, заполняющего ячейку в диапазоне 0.3 – 100 МГц. 1 – коаксиальная ячейка; 2 – исследуемое вещество; 3 – корпус устройства (наружный проводник внешней коаксиальной линии); 4 – разъемы N-типа; 5 – опорные диэлектрические шайбы внешней коаксиальной линии; 6 – опорные диэлектрические шайбы коаксиальной ячейки; 7 – отрезок конической линии; l_0 – расстояние между шайбами 6; l – расстояние между шайбами 5

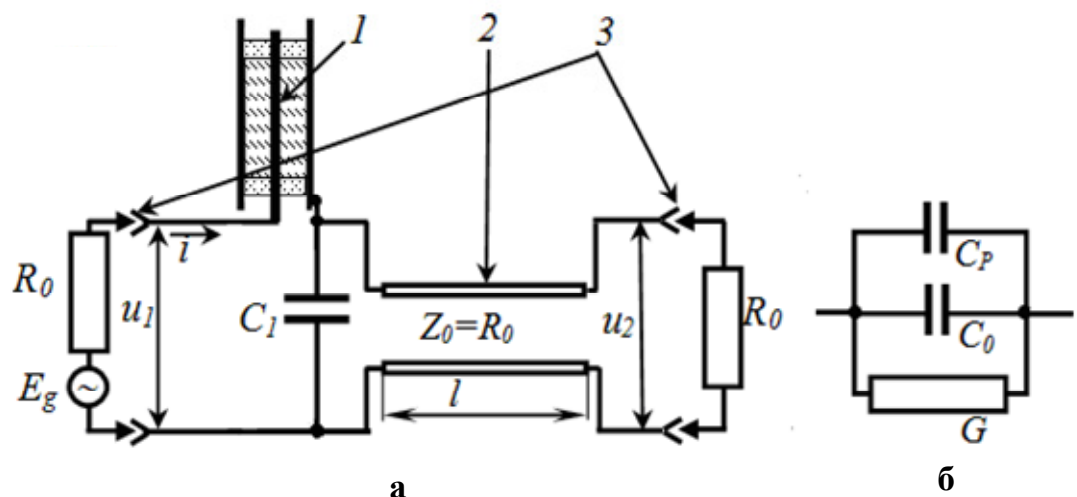


Рисунок 2.6 – Эквивалентная схема электрической цепи устройства (а) и коаксиальной ячейки (б). 1 – коаксиальная ячейка с образцом; 2 – отрезок коаксиальной линии большого сечения; 3 – разъемы N-типа

Емкость C_1 образована концом корпуса коаксиальной ячейки 1 (см. рисунок 2.5) и левой стенкой корпуса коаксиальной линии большого сечения. Ее значение составляет около 0,7 пФ. При измерении параметра S_{12} ее влиянием на модуль S_{12} на частотах ниже 100 МГц можно пренебречь, а изменение фазы прошедшей волны учитывается при калибровке (Bobrov, 2015).

Коаксиальную ячейку можно представить в виде схемы с сосредоточенными параметрами (см. рисунок 2.6 (б)). Здесь C_0 – рабочая емкость (емкость отрезка ячейки между внутренними опорными шайбами).

$$C_0 = \frac{2\pi\epsilon_0}{\ln(D/d)} l_0, \quad (2.3)$$

где l_0 – длина образца (расстояние между опорными шайбами), D/d – отношение диаметров внешнего и внутреннего проводников ячейки, C_p – паразитная емкость, которая формируется частями коаксиальной ячейки за пределами исследуемого образца, в том числе опорными шайбами 6 (см рисунок 2.5).

В диапазоне частот 0,3 – 100 МГц отрезок линии длиной l (см. рисунок 2.5) согласован с внутренним сопротивлением генератора и лишь изменяет фазу проходящей волны на величину $\Delta\varphi = k_0 l + \Delta\varphi_x$, где $\Delta\varphi_x$ – фазовый набег в элементах переходников со стандартного сечения 7/3 мм на увеличенное сечение. С учетом этого измеряемый комплексный коэффициент передачи можно представить в виде

$$S_{12} = S'_{12} e^{i\Delta\varphi}, \quad (2.4)$$

где $S'_{12} = S_{12} e^{-i\Delta\varphi}$ – коэффициент передачи за вычетом набег фаз $\Delta\varphi$, i – мнимая единица. Этот фазовый набег определяют при начальной калибровке.

Комплексный коэффициент передачи цепи, показанной на рисунке 2.6 (а), равен (Маттей, 1971)

$$S'_{12} = 2 \frac{u_2}{E_g} = 2 \frac{u_2}{u_1 + iR_0}, \quad (2.5)$$

где u_1 и u_2 – напряжения, i – ток на участках цепи (см. рисунок 2.5).

Используя правила Кирхгофа, выразим S'_{12} через элементы схемы, приведенной на рисунке 2.6:

$$S'_{12} = \frac{2R_0}{2R_0 + Z_{я}}, \quad (2.6)$$

где $Z_{я}$ – импеданс ячейки, эквивалентная схема которой приведена на рисунке 2.6 (б).

Из (2.6) получаем:

$$Z_{\text{я}} = \frac{2R_0(1 - S'_{12})}{S'_{12}} = \frac{1}{Y_{\text{я}}}, \quad (2.7)$$

где $Y_{\text{я}}$ – комплексная проводимость, образованная параллельно соединенными емкостной проводимостью и активной проводимостью:

$$Y_{\text{я}} = G + i\omega(C_p + \epsilon' C_0), \quad (2.8)$$

где $G = \text{Re}(Y_{\text{я}})$ – активная проводимость, ϵ' – действительная часть КДП вещества, заполняющего ячейку, i – мнимая единица.

Разделив измеренное значение комплексной проводимости на действительную и мнимую части, можно определить значение действительной части КДП и эквивалентную удельную проводимость исследуемого вещества $\sigma = 2\pi f \epsilon_0 \epsilon''$.

$$\text{Re}(Y_{\text{я}}) = \sigma C_0 / \epsilon_0, \quad (2.9)$$

где ϵ'' – мнимая часть КДП.

$$\text{Im}(Y_{\text{я}}) = \omega(C_p + \epsilon' C_0). \quad (2.10)$$

Здесь C_p – паразитная емкость, образованная частями ячейки за пределами исследуемого образца (включающими опорные шайбы и детали СВЧ разъемов).

Для определения фазового набег $\Delta\phi$ и паразитной емкости C_p перед измерениями необходимо произвести калибровку. Для этого пустую ячейку с известным расстоянием между внутренними опорными шайбами (исследуемое вещество – воздух с $\epsilon' = 1$) помещаем в отрезке коаксиальной линии большего сечения; с помощью векторного анализатора цепей измеряем в диапазоне частот 0,3 – 100 МГц комплексный коэффициент передачи S_{12} , далее приняв длину l равной физической длине цилиндрического корпуса ячейки и вначале пренебрегая величиной $\Delta\phi_x$, с помощью формулы (2.4) определяем S'_{12} , затем с помощью формул (2.7) и (2.10) определяем суммарную емкость $C = C_p + \epsilon' C_0$. Поскольку величина $\Delta\phi_x$ не была задана, величина суммарной емкости на час-

тотах выше 50 МГц отклоняется от постоянного значения. Методом поиска решения подбираем такое значение $\Delta\varphi_x$, при котором суммарная емкость остается постоянной во всем диапазоне 0,3 – 100 МГц. Далее также методом поиска решения подбираем такое значение C_p , при котором ϵ' наилучшим образом приближается к единице. В результате подбора значений полученное значение диэлектрической проницаемости воздуха в ячейках длиной 5 – 10 см в диапазоне частот 0,3 – 100 МГц отличается от единицы не более чем на 1,5 %.

2.2.4 Измерение КДП на частотах от 0,3 до 100 МГц через комплексный коэффициент отражения

Возможна модификация описанного выше метода, когда измеряется коэффициент отражения отрезка линии большого сечения, если к другому концу этой линии присоединен короткозамыкатель переменной длины (см. рисунок 2.7). Как будет показано ниже, такая модификация позволяет получить меньшую погрешность на частотах 20-100 МГц, особенно для веществ с большими потерями. Были исследованы также режимы холостого хода и согласования на правом разьеме линии большого сечения, но достигаемая погрешность измерения была выше.

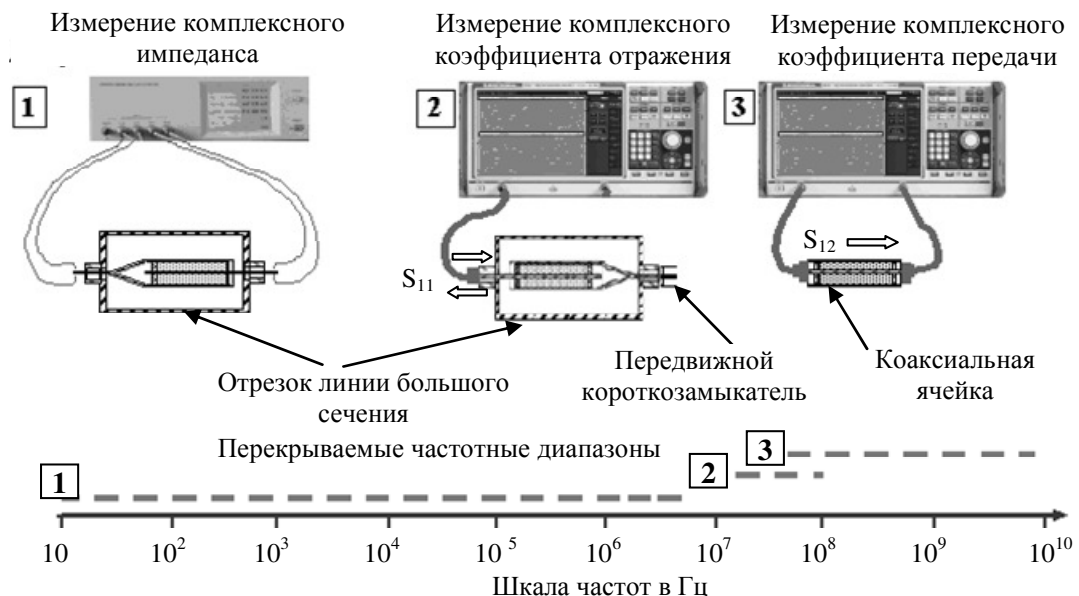


Рисунок 2.7 – Схематическое изображение экспериментальной установки для определения частотной зависимости КДП образца (вариант 2)

Эквивалентная электрическая схема отрезка коаксиальной линии с расположенной в ней ячейкой 1, содержащей исследуемое вещество, изображена на рисунке 2.8 (а). На рис. 2.8 (б) – эквивалентная схема этого же отрезка коаксиальной линии с расположенной в ней ячейкой, представленная в виде цепи с сосредоточенными параметрами. Обозначения те же, что и на рисунке 2.6 (б).

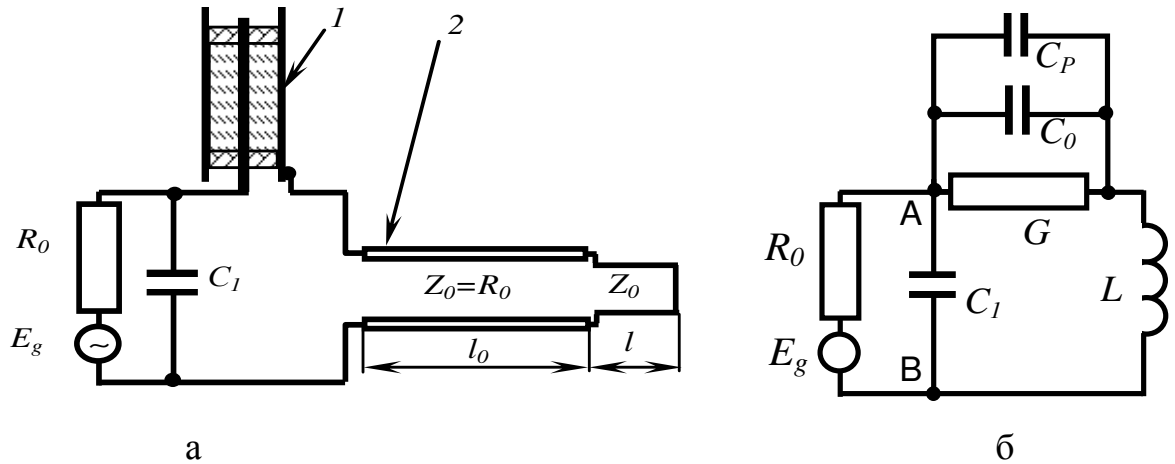


Рисунок 2.8 – Эквивалентная схема отрезка коаксиальной линии с расположенной в ней ячейкой при коротком замыкании на выходе

Здесь E_g и $R_0 = 50$ Ом – ЭДС и внутреннее сопротивление выхода векторного анализатора цепей, соответственно; отрезок длиной l_0 замещает линию передачи большого сечения, центральным проводником которой является корпус ячейки; l – длина короткозамкнутой линии, присоединенной к выходному разъему отрезка линии большого сечения. Емкость C_1 образована частью корпуса ячейки, расположенной в опорной электрической шайбе, и корпусом коаксиальной линии большого сечения.

Изменение длины l приводит к изменению импеданса и позволяет перейти в диапазон значений модуля и фазы коэффициента отражения S_{11} , где приборная погрешность является минимальной.

На частотах ниже 100 МГц длина ячейки (и, соответственно, коаксиальной линии большого сечения) много меньше длины волны, поэтому в диапазоне частот 1 – 100 МГц эквивалентную схему можно представить в виде цепи с сосредоточенными элементами. В этом случае ячейка рассматривается как ци-

линдрический конденсатор, полную проводимость которого можно определить, используя выражение (2.8).

Индуктивность L (см. рисунок 2.8 (б)) выражается через длину l короткозамкнутой коаксиальной соотношением

$$Z_0 \operatorname{tg}\left(\frac{\omega}{c} l\right) \approx Z_0 \frac{\omega}{c} l = \omega L, \quad (2.11)$$

откуда
$$L = Z_0 l / c, \quad (2.12)$$

где c – скорость света в вакууме. Выражение (2.12) справедливо при условии, если длина l много меньше длины волны, которое на частотах ниже 100 МГц всегда выполняется.

Комплексный коэффициент отражения (параметр матрицы рассеяния S_{11}) от участка AB эквивалентной схемы (см. рисунок 2.8 (б)), измеряемый с помощью векторного анализатора цепей, равен (Маттей, 1971):

$$S_{11} = \frac{Z_{AB} - R_0}{Z_{AB} + R_0}, \quad (2.13)$$

где Z_{AB} – импеданс цепи, показанной на рис. 2 (б), между точками A и B .

Из выражения (2.13) получаем

$$Z_{AB} = R_0 \left(\frac{1 + S_{11}}{1 - S_{11}} \right). \quad (2.14)$$

С другой стороны,
$$Z_{AB} = \frac{1}{i\omega C_1 + \frac{1}{i\omega L + 1/Y_J}},$$

откуда
$$Y_J = \frac{1 - i\omega C_1 Z_{AB}}{Z_{AB} (1 - \omega^2 L C_1) - i\omega L}. \quad (2.15)$$

Подставляя в (2.15) значения Z_{AB} из (2.14), определяемые через измеренные значения параметра матрицы рассеяния S_{11} , находим полную проводимость ячейки

$$Y_J = \operatorname{Re}(Y_J) + i \operatorname{Im}(Y_J). \quad (2.16).$$

Из (2.11) получаем

$$\varepsilon' = \frac{\operatorname{Im}(Y_{\text{я}}) - \omega C_P}{\omega C_0}, \quad (2.17)$$

$$\sigma = \varepsilon_0 \operatorname{Re}(Y_{\text{я}}) / C_0. \quad (2.18)$$

Определение параметров элементов эквивалентной схемы C_l , C_P , и L производится при калибровке ячейки в следующей последовательности.

1. Пустую коаксиальную ячейку (до ее помещения в отрезок линии большого сечения) присоединяют к измерителю LCR и на частоте 0,1 – 0,3 МГц измеряют мнимую часть полной проводимости ячейки $\operatorname{Im}(Y_{\text{я}})$. Емкость C_P находят с помощью формулы $C_P = \operatorname{Im}(Y_{\text{я}}) / \omega - \varepsilon'_1 C_0$, полученной из формулы (2.17), считая, что для воздуха $\varepsilon' = 1$.

2. Пустую ячейку помещают в отрезок линии большого сечения, как показано на рисунке 2.7. Перед измерением комплексного коэффициента отражения определяется плоскость отсчета фазы коэффициента отражения. Для этого между корпусом 3 (см. рисунок 2.5) и опорной шайбой 6 зажимается закоротка, выполненная из тонкой медной фольги. Затем закоротка удаляется и на частотах в диапазоне 1 – 100 МГц измеряется комплексный коэффициент отражения (параметр S_{11}) отрезка линии большого сечения с включенной пустой ячейкой.

3. Определив начальное значение L по формуле (2.12), приняв начальное значение $C_l = 0$, методом минимизации невязки между измеренными и вычисленными по формуле (2.13) значениями параметра S_{11} подбирают такие значения C_l и L , при которых ε' наилучшим образом приближается к единице, а σ – к нулю. В результате подбора значений C_l и L полученное значение диэлектрической проницаемости воздуха в диапазоне частот 2 – 100 МГц отличается от единицы не более, чем на 0,8 %, а на частоте 1 МГц отклонение составляет 3 %.

2.3 Описание экспериментальной установки

Действительная и мнимая части диэлектрической проницаемости влажных почв были измерены при температуре 25°C в диапазоне частот от 100 Гц

до 4 ГГц с помощью векторного анализатора цепей ZVRE Rohde & Schwarz (9 кГц – 4 ГГц) или с помощью векторного анализатора цепей ZNB8 Rohde & Schwarz (9 кГц – 8,5 ГГц) и измерителя LCR 3532-50 Hioki HiTESTER (42 Гц – 5 МГц). Вид экспериментальной установки показан на рисунке 2.9.

Эскиз измерительной коаксиальной ячейки приведен на рисунке 2.10. Центральный проводник фиксируется в корпусе ячейки двумя скользящими шайбами 2, между которыми помещается образец, и неотражающей шайбой 1, предотвращающей продольное смещение проводника. Обычно измеряемое вещество помещалось непосредственно между неотражающей и скользящей шайбами.

Для измерения КДП на частотах ниже 100 МГц ячейка помещается в отрезок линии большого сечения как показано на рисунке 2.11. Для включения коаксиальной ячейки в отрезок линии большого сечения с нее снимаются гайка 2 и втулка (см. рисунок 2.10). Продольные прорезы в корпусе 3 предназначены для фиксации центрального проводника 2 с разъемом 6 при использовании ячеек разной длины.

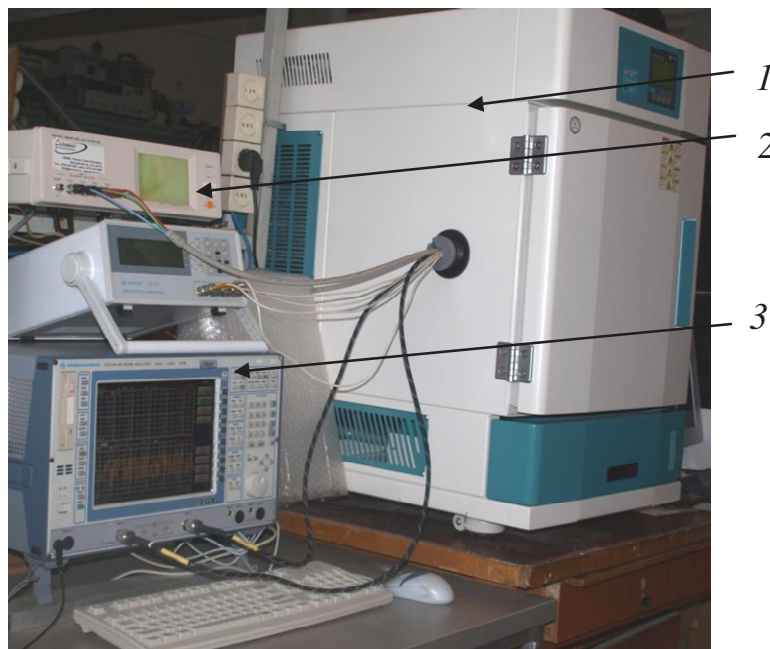


Рисунок 2.9 – Вид экспериментальной установки. 1 – климатическая камера TH-ME-25; 2 – измеритель LCR 3532-50 HiTESTER; 3 – векторный анализатор ZVRE

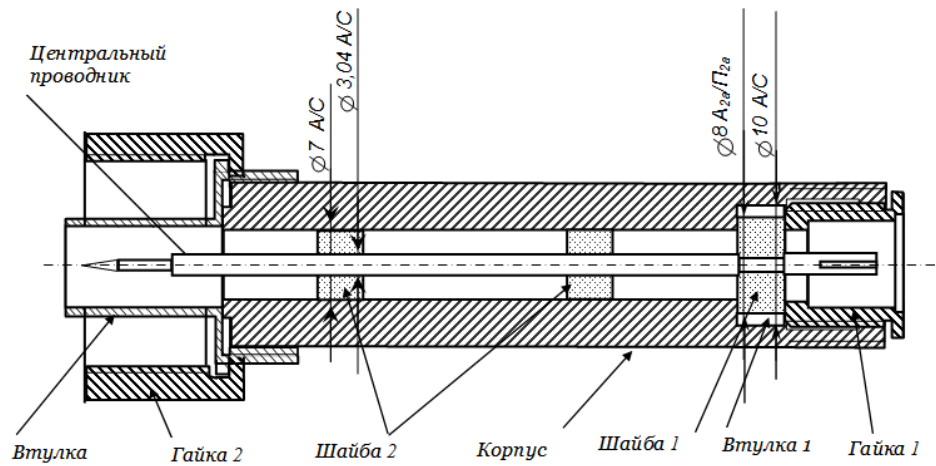


Рисунок 2.10 – Эскиз измерительной ячейки



Рисунок 2.11 – Вид устройства и ячеек для измерения КДП. 1 – коаксиальная ячейка сечением 7/3 мм с разъемами для измерения КДП волноводным методом; 2 – коаксиальная ячейка, присоединенная к центральному проводнику линии большого сечения 3; 4, 6 – СВЧ разъемы линии большого сечения; 5 – согласующий отрезок конической линии

На рисунке 2.12 показаны ячейки, используемые для измерения сыпучих и жидких веществ с разными значениями действительной и мнимой частей КДП. Короткие ячейки используются для веществ с большими значениями КДП (глины с большой влажностью, засоленные породы), длинные – для измерения сухих пород. Ячейки с поперечным сечением 16/7 мм используются для измерения крупнозернистых пород и жидкостей в диапазоне частот до 1 ГГц.

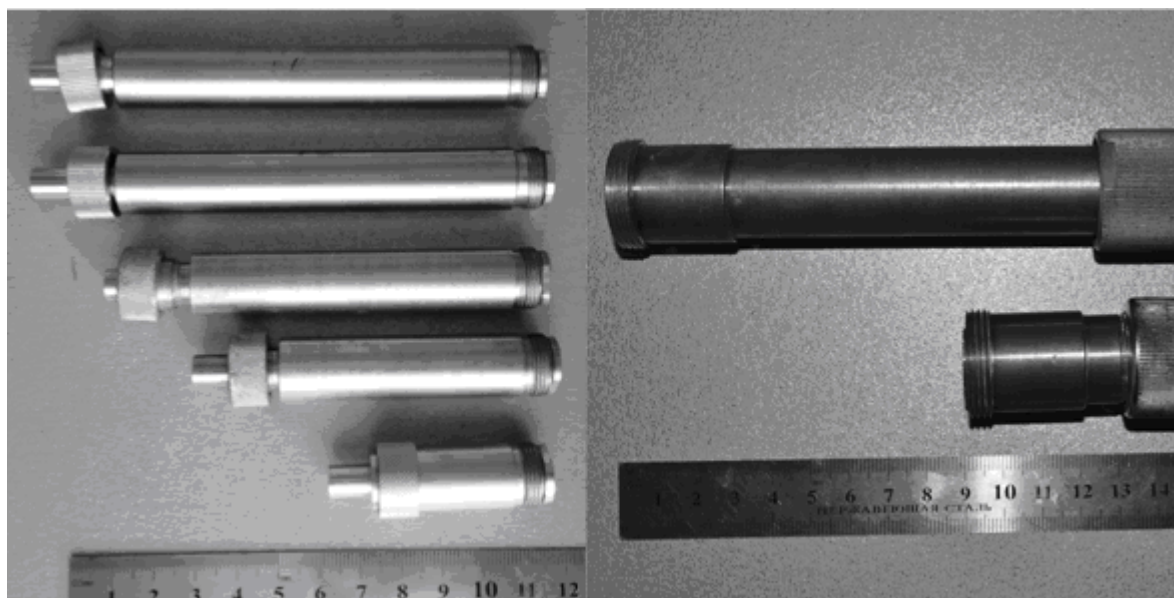


Рисунок 2.12 – Вид ячеек, используемых для измерения КДП разных веществ

2.4 Тестирование метода

Тестирование метода осуществлялось на веществах, диэлектрическая проницаемость которых была постоянной в широком частотном диапазоне, а также на образцах почв разной влажности. Критерием точности метода в этом случае являлось совпадение значения КДП, измеренных разными способами в перекрывающихся частотных диапазонах. Расчет погрешности измерений, основанный на паспортных значениях погрешности приборов, приведен в разделе 2.5.

2.4.1 Метод измерения КДП через комплексный коэффициент передачи

Тестирование проводилось после калибровки на пустой ячейке. Результаты калибровки с использованием векторного анализатора ZVRE показаны на рисунке 2.13. Погрешность измерений рассчитывалась по паспортным погрешностям измерительных приборов.

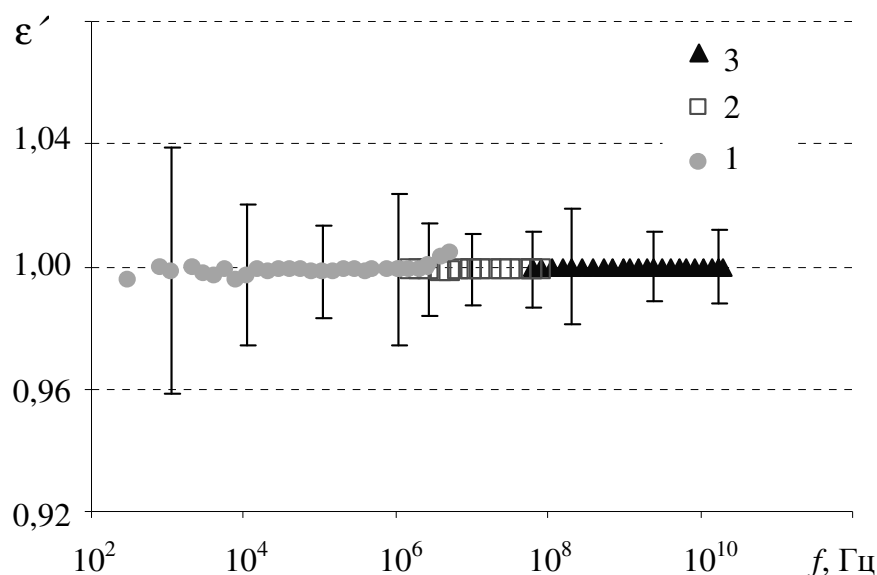


Рисунок 2.13 – Действительная часть КДП воздуха, измеренная при калибровке в ячейке длиной 4,6 см. 1 – результаты получены с помощью измерителя LCR; 2 – получены с помощью измерения параметра S_{12} коаксиальной ячейки, помещенной в отрезок коаксиальной линии большого сечения; 3 – получены с помощью измерения параметра S_{12} коаксиальной ячейки

Для исследований возможностей метода измерялись КПД трансформаторного масла и двух образцов глины и почвы разной влажности.

Физические параметры исследуемых образцов приведены в таблице 2.1. Здесь ρ_T – плотность твердой фазы, ρ_c – плотность сухого сложения, P – пористость, W – влажность, S – площадь удельной поверхности, C – содержание глины, H – содержание гумуса, НПП – нижний предел пластичности.

Таблица 2.1 – Физические параметры исследуемых почв

Образец	ρ_T , г/см ³	H , % от массы	C , % от массы	S , м ² /г	НПП, м ³ /м ³	W , м ³ /м ³	ρ_c , г/см	P
Каолин	2,63	0	84	17±2	0,43	0,009	1,20	0,54
						0,174	1,03	0,61
Суглини- стая почва	2,50	5,3±0,5	56,6	59±6	0,32	0,034	1,18	0,53
						0,131	0,94	0,62
						0,424	1,32	0,47
						0,429	1,34	0,46

На рисунке 2.14 приведены результаты измерения 4-х параметров матрицы рассеяния ячеек, заполненных трансформаторным маслом и каолином с влажностью 0,174. Длина ячейки, заполненной трансформаторным маслом, составила 7,5 см, а заполненной каолином – 5 см. При измерении на частотах выше 10^8 Гц ячейки были подключены к векторному анализатору цепей непосредственно, а на частотах ниже 10^8 Гц включались в отрезок линии большого сечения.

Параметры матрицы рассеяния S_{12} и S_{21} (коэффициенты передачи слева и справа) совпадают с точностью до погрешности измерения этих величин, что свидетельствует об идентичности каналов векторного анализатора цепей.

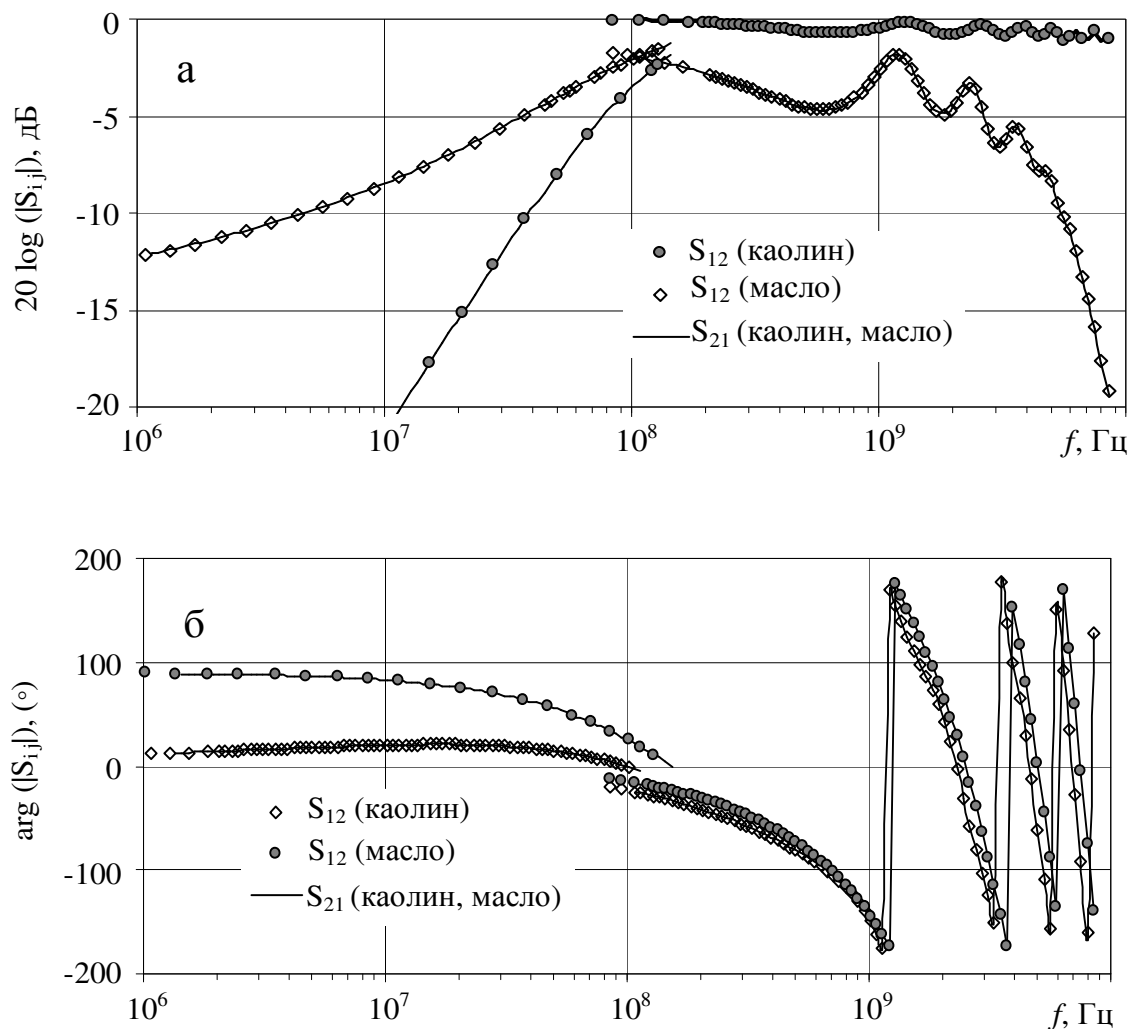


Рисунок 2.14 – Частотная зависимость модуля (а) и фазы (б) комплексного коэффициента передачи

Параметры матрицы рассеяния S_{11} и S_{22} (коэффициенты отражения слева и справа) совпадают с меньшей точностью. Однако заметное расхождение этих значений наблюдается лишь в острых минимумах модуля коэффициента отражения (см. рисунок 2.15). В целом можно считать, что совпадение является достаточно хорошим. Заполнение ячеек каолином и почвой производилось малыми порциями при уплотнении постоянной силой, поэтому образцы были почти однородны по плотности. Это позволяет при вычислении КДП считать образец однородным.

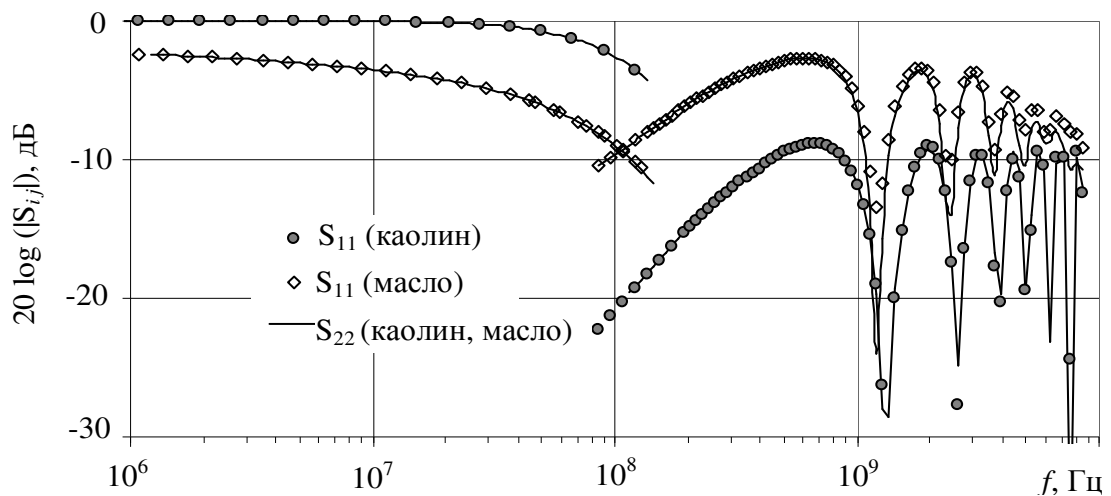


Рисунок 2.15 – Модули коэффициентов отражения слева и справа от ячейки (на частотах выше 100 МГц) и отрезка линии большого сечения (на частотах ниже 100 МГц)

На частотах ниже 1 МГц измерялся импеданс заполненных ячеек. Значения модуля и фазы импедансов, измеренных с помощью измерителя LCR, мы сравнили с вычисленными по формуле (2.7) через измеренные на частотах от 0,3 до 100 МГц параметры S_{12} (см. рисунок 2.16). В этих случаях ячейки находились в линии большого сечения. В перекрывающемся диапазоне частот от 0,3 до 1 МГц различия значений не превышают 2 % по модулю и по фазе.

Результаты измерения ϵ' и σ трансформаторного масла приведены на рисунке 2.17. Были получены следующие значения ϵ' в разных частотных диапазонах. При измерении методом 1 (с помощью измерителя LCR на частотах от 100 Гц до 1 МГц) среднее значение ϵ' составило 2,28 при стандартном отклонении, равном 0,01; при измерении методом 2 (с помощью векторного анализато-

ра цепей в отрезке линии большого сечения на частотах от 0,3 до 100 МГц) $\epsilon' = 2,273 \pm 0,005$; при измерении методом 3 (непосредственно с помощью векторного анализатора цепей на частотах от 100 МГц до 8,5 ГГц) $\epsilon' = 2,28 \pm 0,01$.

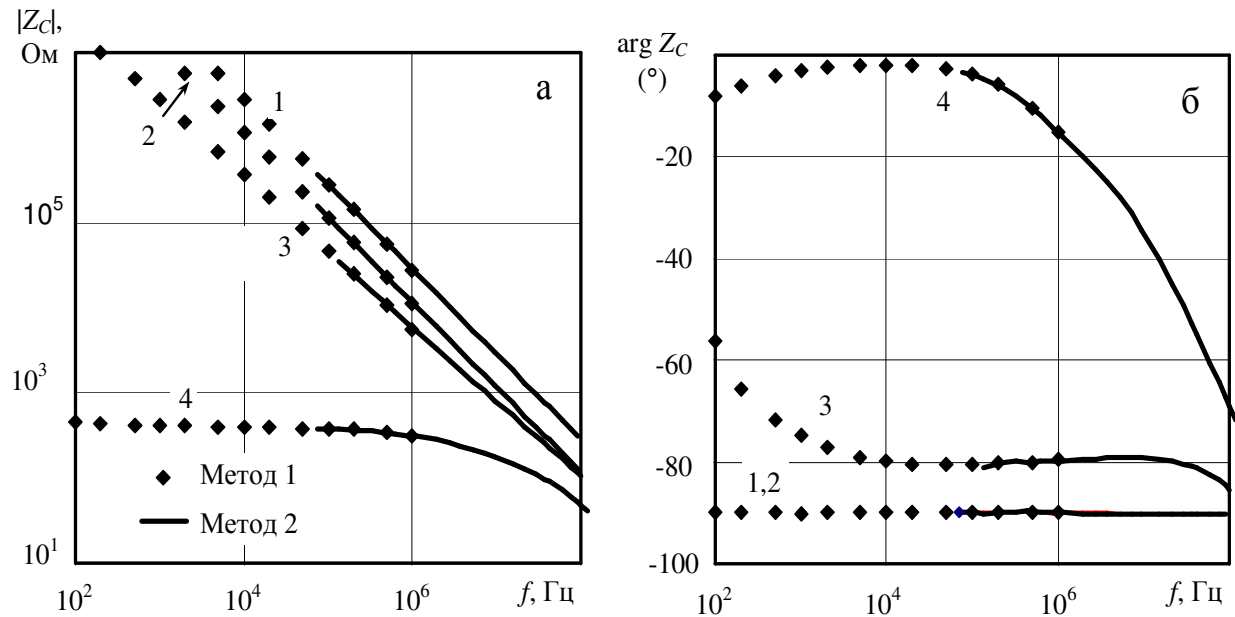


Рисунок 2.16 – Частотные зависимости модуля (а) и фазы (б) комплексных импедансов заполненных ячеек. 1 – воздух в ячейке длиной 5 см, 2 – трансформаторное масло в ячейке длиной 7,5 см, 3 – каолин с влажностью $0,009 \text{ см}^3/\text{см}^3$ в ячейке длиной 7,5 см, 4 – каолин с влажностью $0,174 \text{ см}^3/\text{см}^3$ в ячейке длиной 5 см

Из данных, приведенных на рисунке 2.17, следует, что в частотном диапазоне от 0,3 до 1 МГц расчетная погрешность измерения величины ϵ' , достигаемая при методе 2, значительно ниже, чем при измерении КДП методом 1 с помощью измерителя LCR. Однако результаты измерения эквивалентной удельной проводимости показывают, что с помощью метода 1 лучше измеряются малые значения проводимости. Метод 2 дает на этих частотах отрицательные значения. Следует отметить, что этот недостаток метода проявляется лишь при измерении сред с весьма малыми потерями, а при измерении реальных почв этот недостаток не сказывается.

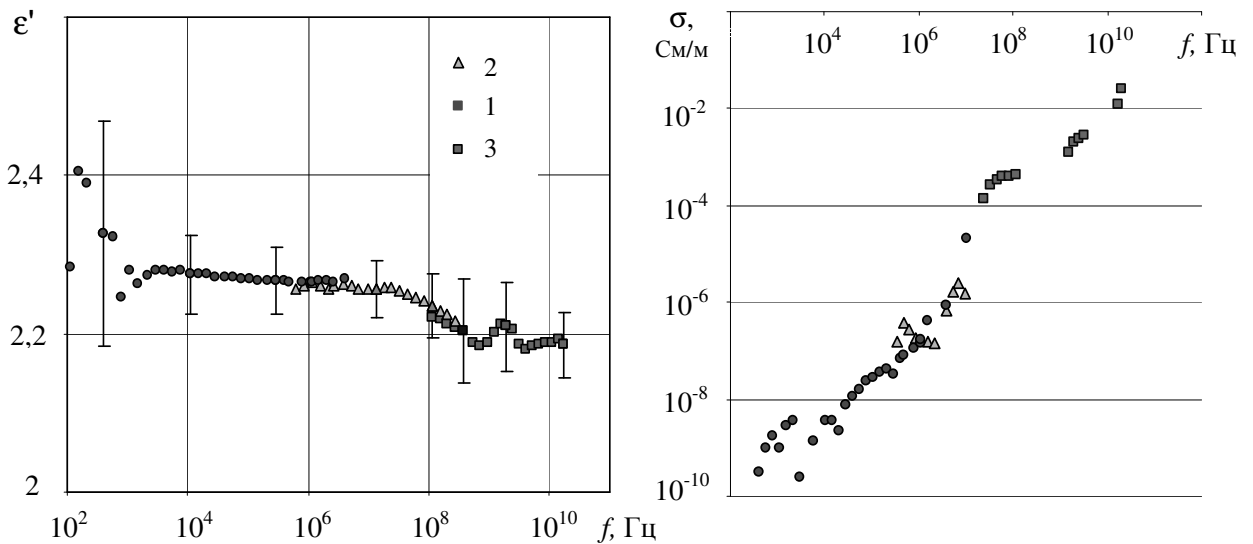


Рисунок 2.17 – Частотные зависимости действительной части КДП (ϵ') и эквивалентной удельной проводимости (σ) трансформаторного масла, измеренные в ячейке длиной 4,6 см. 1 – результаты получены с помощью измерителя LCR; 2 – получены с помощью измерения параметра S_{12} коаксиальной ячейки, помещенной в отрезок коаксиальной линии большого сечения; 3 – получены с помощью измерения параметра S_{12} коаксиальной ячейки.

Частотные зависимости действительной и мнимой частей КДП образцов каолина и суглинистой почвы показаны на рисунках 2.18 и 2.19.

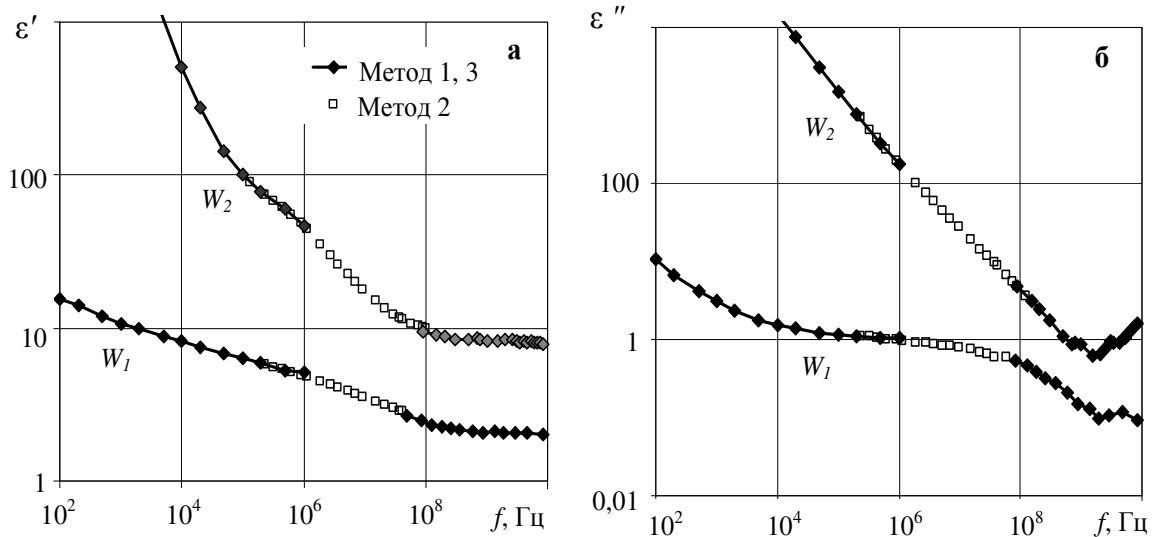


Рисунок 2.18 – Измеренные спектры действительной (а) и мнимой (б) частей КДП каолина с $W_1 = 0,009 \text{ м}^3/\text{м}^3$ в ячейке длиной 7,5 см и $W_2 = 0,174 \text{ м}^3/\text{м}^3$, в ячейке длиной 5 см

Образцы влажностью $W_1 = 0,009 \text{ м}^3/\text{м}^3$ и $W_2 = 0,130 \text{ м}^3/\text{м}^3$ измерялись в коаксиальной ячейке длиной 7,5 см, образец влажностью $W_3 = 0,424 \text{ м}^3/\text{м}^3$ – в

ячейке длиной 2,9 см. В перекрывающихся диапазонах частот результаты измерений разными методами отличаются на величину, не превышающую погрешности измерения измерителя LCR и векторного анализатора цепей. Действительная и мнимая части КДП влажного каолина и почвы возрастают на низких частотах вследствие межслойной поляризации на границе твердая фаза/вода.

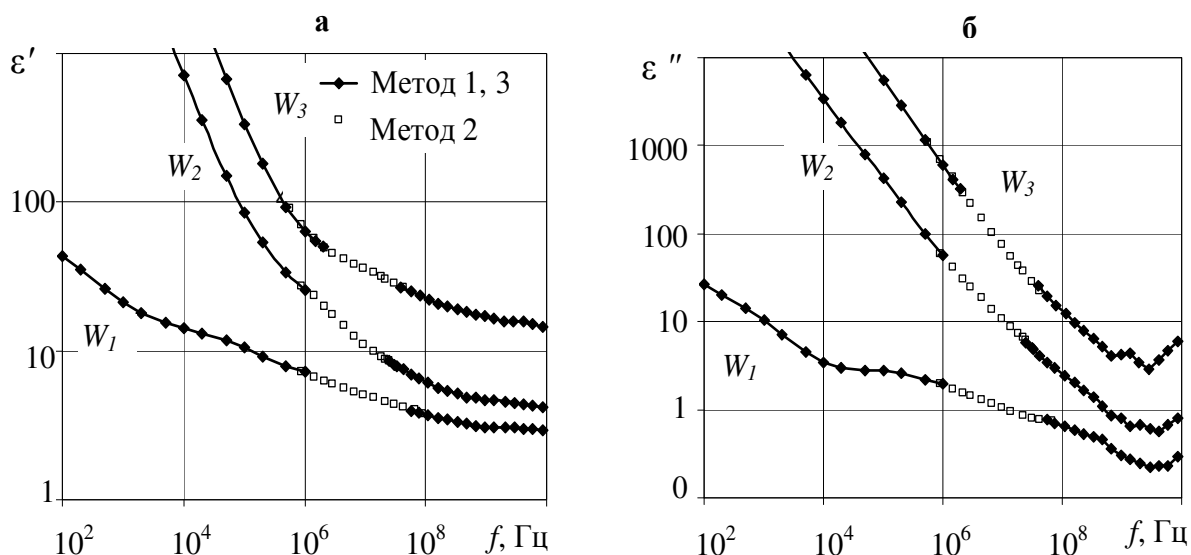


Рисунок 2.19 – Частная зависимость действительной (а) и мнимой (б) частей КДП суглинистой почвы влажностью $W_1 = 0,009 \text{ м}^3/\text{м}^3$, $W_2 = 0,130 \text{ м}^3/\text{м}^3$, $W_3 = 0,424 \text{ м}^3/\text{м}^3$

2.4.2 Метод измерения КДП через комплексный коэффициент отражения

На рисунке 2.20 представлены результаты измерений действительной части КДП (ϵ') трансформаторного масла в ячейке длиной 10,5 см при температуре 25°C. Использовались измеритель LCR E7-20 и векторный анализатор параметров цепей ZVRE. В диапазоне частот 1 – 100 МГц измерялся комплексный коэффициент отражения отрезка линии большого сечения с включенной ячейкой. Видно, что расчетная погрешность измерения этим методом возрастает при уменьшении частоты.

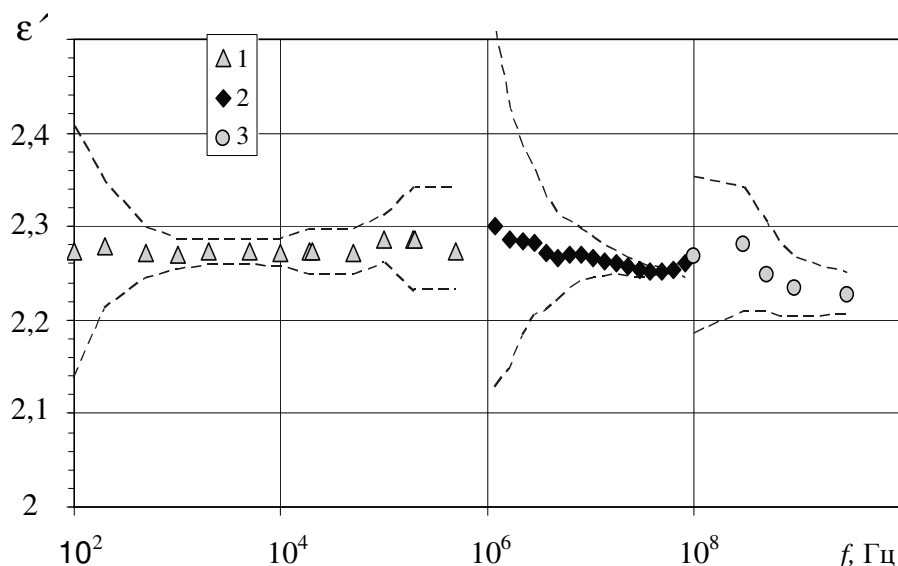


Рисунок 2.20 – Частотная зависимость КДП трансформаторного масла, измеренная в ячейке длиной 10 см. 1 – результаты получены с помощью измерителя LCR; 2 – получены с помощью измерения параметра S_{11} коаксиальной ячейки, помещенной в отрезок коаксиальной линии большого сечения; 3 – получены с помощью измерения параметра S_{12} коаксиальной ячейки. Штриховыми линиями показаны границы диапазона возможных значений ϵ' с учетом приборной погрешности.

2.4.3 Анализ погрешности измерений

Расчет приборной погрешности был проведен следующим образом. Вначале измеренные значения модулей коэффициента передачи, коэффициента отражения или модуля импеданса (в зависимости от исследуемого метода) изменили на величину, равную приборной погрешности, и нашли новые значения ϵ'_1 и ϵ''_1 . После этого при первоначальных значениях модулей были изменены фазы коэффициента передачи, коэффициента отражения или импеданса на величину, равную погрешности, и найдены соответствующие значения ϵ'_2 и ϵ''_2 . Затем при первоначальных значениях модулей и фаз измеряемых величин была изменена длина исследуемого образца на величину, равную погрешности, и найдены соответствующие значения ϵ'_3 и ϵ''_3 .

Погрешность измерения действительной части КДП и проводимости рассчитывались по формулам, приведенным в разделе 2.1.

Погрешности измерения приборов приведены в технической документации (Instruction Manual: Rohde & Schwarz ZNB8 Vector Network Analyzer. Specifications. Version 04.00, 2012, Instruction Manual: LCR HiTESTER 3532-50 Hioki, 2012).

Погрешность параметра S_{12} , измеренного с помощью векторного анализатора цепей ZNB8 (производство фирмы Rohde & Schwarz), не превышает 0,05 дБ по модулю и $0,5^\circ$ по фазе, если абсолютное значение $|S_{12}| > -35$ дБ. В случае, когда значение $|S_{12}|$ изменяется в пределах от -35 дБ до -50 дБ, то погрешность может достигать значений 0,1 дБ по модулю и 1° – по фазе. Минимальная погрешность достигается при условиях, если $|S_{12}| = -20$ дБ и $S_{11}=S_{22}=0$, тогда погрешность по модулю составляет 0,02 дБ, а по фазе – $0,2^\circ$. Погрешность измерения параметра матрицы рассеяния S_{11} составляет 0,3 дБ по модулю и 2° – по фазе, если $0 > |S_{11}| > -15$ дБ.

Погрешность измерителя 3532-50 Hioki HiTESTER зависит от частоты и измеряемого импеданса. Минимальные значения погрешности достигаются в диапазоне частот 100 Гц – 10 кГц при значениях модуля импеданса 100 Ом – 100 кОм и составляют 0,08% по модулю и 0,05% по фазе. Максимальные значения достигаются на частотах 42 Гц – 100 Гц и 1 – 5 МГц при значениях модуля импеданса 1 мОм – 10 Ом и 1 МОм – 100 МОм и составляют 1,5-2 % по модулю и 1-2 % по фазе.

Вариант 1. Оценим погрешности измерения при измерении коэффициента передачи линии большого сечения (метод 2) и сопоставим результаты с измерениями на частотах ниже 1 МГц (метод 1 – с помощью измерителя LCR) и на частотах выше 100 МГц (метод 3). Схема установки показана на рисунке 2.3.

На рисунке 2.21 приведены частотные зависимости относительной погрешности измерения КДП суглинистой почвы с высокой влажностью в ячейках различной длины. Из графиков видно, что значение относительной погрешности измерения ϵ' и ϵ'' на частотах выше 100 МГц (при использовании метода 3) в коаксиальной ячейке длиной 4,9 см ниже, чем в ячейке длиной 2,6 см. Однако, в диапазоне частот от 0,3 МГц до 100 МГц (при использовании метода 2)

относительная погрешность существенно ниже в случае использования более короткой коаксиальной ячейки. Уменьшение погрешности связано с уменьшением модулей импеданса и параметра S_{12} и соответствующим уменьшением приборной погрешности. Таким образом, чем больше влажность почвы, тем меньше должна быть длина ячейки.

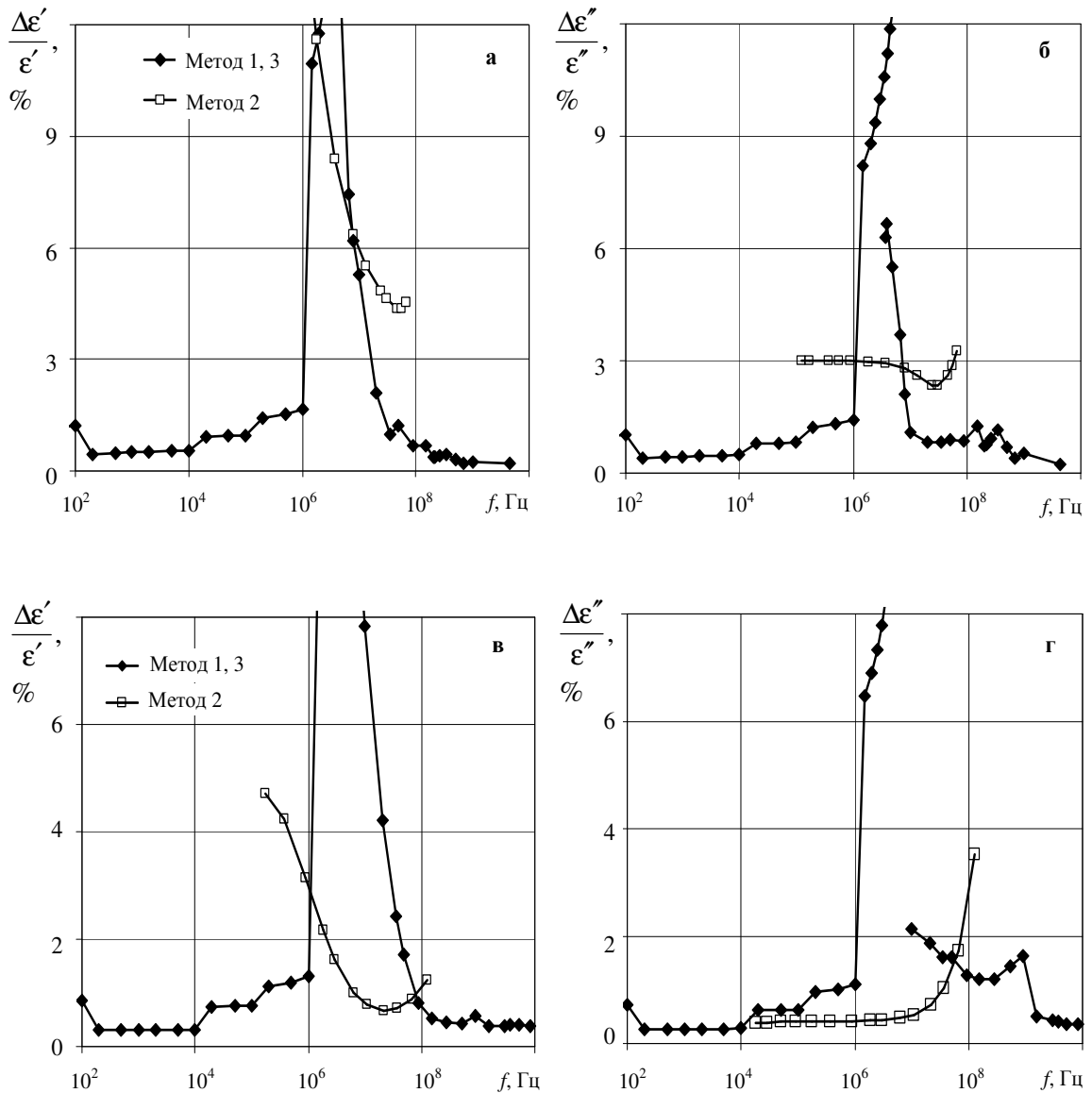


Рисунок 2.21 – Относительная погрешность измерения суглинистой почвы в ячейках длиной 4,9 см (а, б) и 2,6 см (в, г). Влажность: $0,424 \text{ м}^3/\text{м}^3$ (а, б) и $0,429 \text{ м}^3/\text{м}^3$ (в, г)

На рисунке 2.22 приведены результаты расчета относительной погрешности измерений КДП разных типов почв с малой влажностью в коаксиальной ячейке длиной 7,5 см.

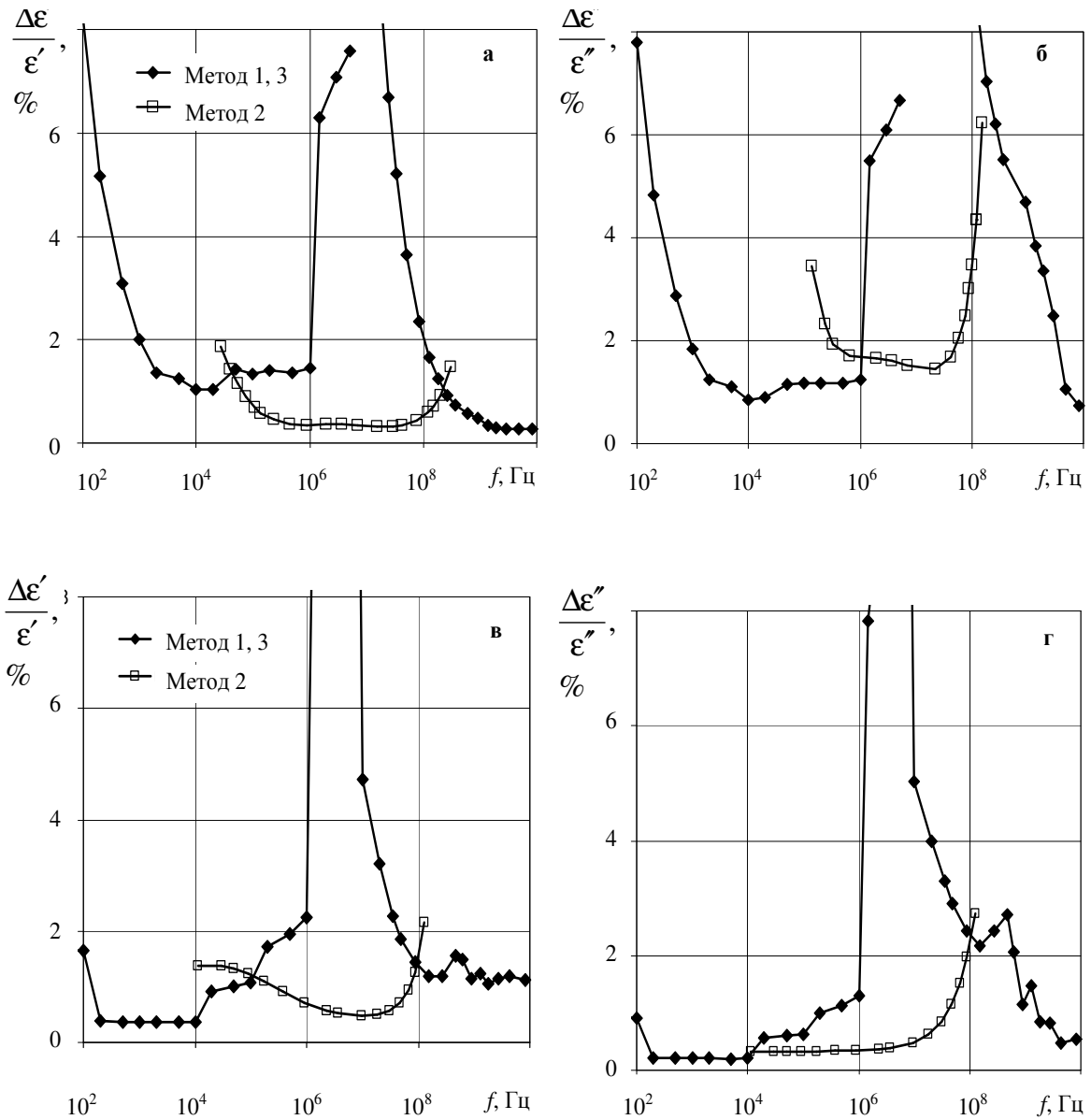


Рисунок 2.22 – Относительная погрешность измерения в ячейках длиной 7,5 см.

Каолин влажностью $0,009 \text{ м}^3/\text{м}^3$ (а, б); суглинистая почва влажностью $0,131 \text{ м}^3/\text{м}^3$ (в, г)

При малых значениях влажности образца (рис. 2.22 (а, б)) оптическая длина пути на частоте 100 МГц составляет 11,5 см или $1/26$ длины волны. Это приводит к низкой точности измерений ϵ'' в высокочастотной области. Увеличение погрешности на частотах ниже 1 кГц связано с повышением модуля импеданса ячейки с сухим образцом. Чтобы повысить точность измерения КДП сухих образцов, необходимо увеличить длину коаксиальной ячейки до 15-20см.

При значении влажности почвы $0,13 \text{ м}^3/\text{м}^3$ оптическая длина пути на частоте 100 МГц составляет 26,2 см или 1/11 длины волны, а модуль импеданса на частотах ниже 30 МГц изменяется в диапазоне от 100 до 2000 Ом.

В таблице 2.2 приведены расчетные значения относительной погрешности измерения действительной части КДП и эквивалентной удельной проводимости при разных их значениях на разных частотах при использовании ячеек с другими значениями длины. Серым цветом выделены более высокие значения погрешности в перекрывающихся частотных диапазонах.

Таблица 2.2 – Погрешность измерения КДП почв с разной влажностью в широком диапазоне частот

Параметр	Измерительный прибор 3532-50 Hioki HiTESTER			Измерительный прибор ZVRE или ZNB8				
	Метод 1			Метод 2			Метод 3	
f, Гц	10^3	$5 \cdot 10^5$	10^6	10^6	10^7	10^8	10^8	10^9
Длина ячейки $l = 11,6 \text{ см}$; $W=0,031 \%$								
ε'	178,0	9,2	8,5	8,3	5,5	4,5	4,5	4,2
$\Delta\varepsilon'/\varepsilon', \%$	0,2	0,7	4,0	4,0	3,0	2,0	4,0	1,0
$\sigma, \text{ См/м}$	$6,1 \cdot 10^{-4}$	$6,7 \cdot 10^{-4}$	$7,3 \cdot 10^{-4}$	$2,1 \cdot 10^{-3}$	$1,3 \cdot 10^{-3}$	$4,3 \cdot 10^{-3}$	$3,4 \cdot 10^{-3}$	$9,6 \cdot 10^{-3}$
$\Delta\sigma/\sigma, \%$	0,2	0,6	3,0	2,7	6,0	4,0	15,1	4,5
Длина ячейки $l = 4 \text{ см}$; $W=16,6\%$								
ε'	2296,3	28,8	25,7	25,7	12,8	9,4	9,5	8,8
$\Delta\varepsilon'/\varepsilon', \%$	0,2	0,7	4,9	2,3	1,1	5,1	5,0	2,3
$\sigma, \text{ См/м}$	$3,4 \cdot 10^{-3}$	$3,7 \cdot 10^{-3}$	$4,0 \cdot 10^{-3}$	$3,9 \cdot 10^{-3}$	$6,6 \cdot 10^{-3}$	$9,9 \cdot 10^{-3}$	$8,8 \cdot 10^{-3}$	$2,6 \cdot 10^{-2}$
$\Delta\sigma/\sigma, \%$	0,2	0,6	3,8	$0,7 \cdot 10^{-2}$	$1,2 \cdot 10^{-2}$	0,3	0,4	0,2
Длина ячейки $l = 6 \text{ см}$; $W=0,1\%$								
ε'	3,5	3,4	3,5	3,4	3,4	3,4	3,3	3,3
$\Delta\varepsilon'/\varepsilon', \%$	4,3	1,6	4,6	0,7	0,7	3,3	8,6	2,0
$\sigma, \text{ См/м}$	$6,4 \cdot 10^{-9}$	$7,7 \cdot 10^{-7}$	$1,7 \cdot 10^{-6}$	$1,1 \cdot 10^{-6}$	$7,2 \cdot 10^{-6}$	$9,6 \cdot 10^{-4}$	$1,5 \cdot 10^{-4}$	$5,3 \cdot 10^{-4}$
$\Delta\sigma/\sigma, \%$	1,1	2,6	4,4	1,5	2,3	0,6	4,0	1,1

Из приведенных данных следует, что для измерения сухих почв нужно применять ячейки длиной более 11,6 см. Расчет показывает, что при такой длине ячейки на частоте 1 МГц составляет 4 %. Как указывалось выше, погрешность можно уменьшить, применяя ячейки длиной 15-20 см. Таких ячеек в нашем распоряжении не было.

Таким образом, из данных, приведенных на рисунках 2.21, 2.22 и в таблице 2.2, следует, что при надлежащем выборе длины коаксиальной ячейки погрешность измерения действительной и мнимой частей КДП составляет от 0,4 % до 4 % во всем частотном диапазоне $10^2 - 8 \cdot 10^9$ Гц.

Вариант 2. Оценим погрешность измерения, когда в среднем частотном диапазоне измеряется коэффициент отражения от линии большого сечения при подключении к другому разъему передвижного короткозамыкателя. Схема установки показана на рисунке 2.7.

На рисунке 2.20 приведены результаты измерения действительной части КДП трансформаторного масла. В диапазоне частот 1–100 МГц измерения проведены по варианту 2 при длине короткозамыкателя $l = 0$. Расчет погрешностей показывает, что в диапазоне частот 20 – 100 МГц погрешность измерений не превышает 1 %, тогда как на частоте 1 МГц она возрастает до 17 %.

На рисунке 2.23 представлен результат расчета относительной погрешности измерения ϵ' гипотетической среды со значениями $\epsilon' = 78$, и $\sigma_{\epsilon} = 0,1$ См/м для ячейки с длиной рабочей части, равной 2 см. На кривой 1 показана относительная погрешность ϵ' , рассчитанная по варианту 1 (при использовании коэффициента передачи S_{12}), а на кривых 2 – 4 – рассчитанная по варианту 2 при разных значениях длины l .

Видно, что применение короткозамыкателя на конце ячейки ($l = 0$) с образцом (кривая 2) позволяет существенно снизить погрешность ϵ' . Изменение длины l приводит к незначительному снижению погрешности ϵ' в диапазоне частот от 20 до 60 МГц. Кривые 3 и 4 соответствуют длинам, равным 0,1 м и 0,25 м. Значительное возрастание погрешности на частотах ниже 20 МГц объясняется тем, что при уменьшении частоты уменьшается реактивная часть про-

водимости ячейки, которая зависит от ϵ' , а шунтирующая ее активная часть остается постоянной и достаточно высокой.

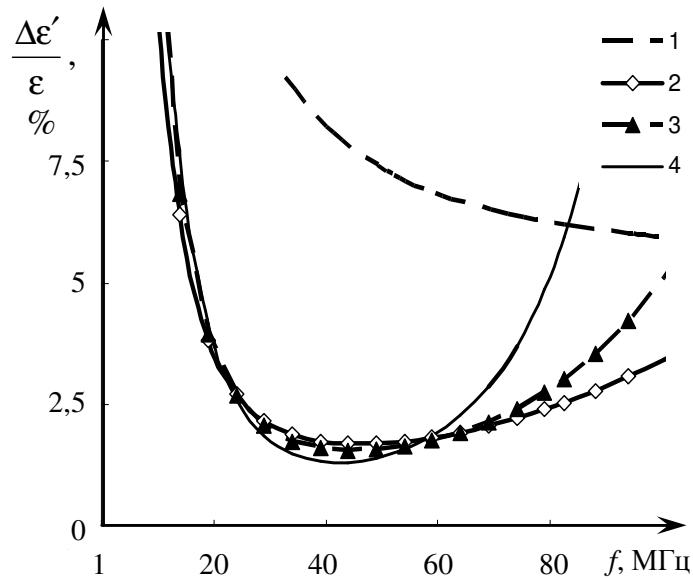


Рисунок 2.23 – Относительная погрешность измерения действительной части КДП вещества с $\epsilon' = 78$ и $\sigma_{\Sigma} = 0,1$ См/м по варианту 1 (кривая 1) и по варианту 2 при длине короткозамыкателя, равной 0 (2), 10 см (3) и 25 см (4)

Применение варианта 2 при измерении сред с высокой проводимостью позволяет снизить погрешность на частотах от 40 до 100 МГц.

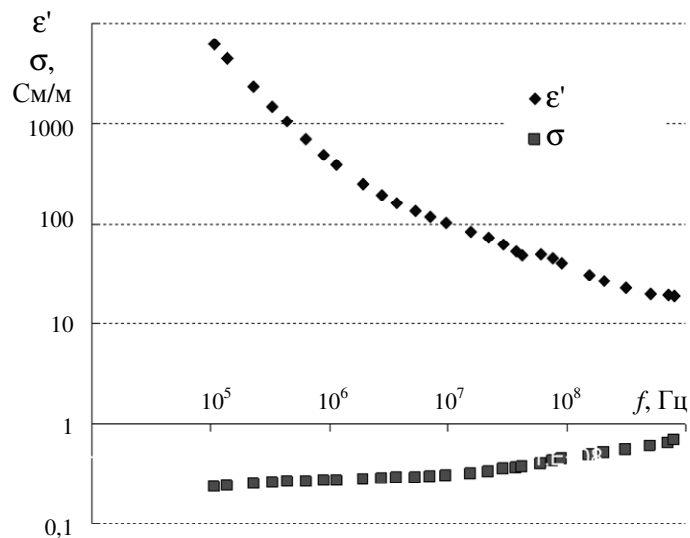


Рисунок 2.24 – Результаты измерения по варианту 1 смеси бентонита и речного песка в отношении 70/30, насыщенного эмульсией, пластовая вода (соленость 30 г/л) – дизтопливо в пропорции 2-1

На рисунке приведены результаты измерения среды с удельной эквивалентной проводимостью на частоте 100 кГц, равной 0,24 См/м, а на рисунке 2,25 – расчет погрешности измерения по вариантам 1 и 2.

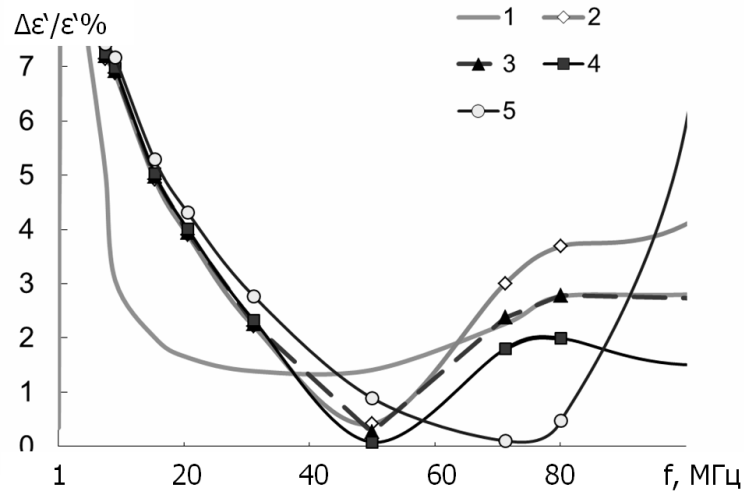


Рисунок 2.25 – Относительная погрешность измерения действительной части КДП смеси бентонита и речного песка, насыщенного эмульсией, по варианту 1 (кривая 1) и по варианту 2 при длине короткозамыкателя, равной 0 (2), 1 см (3), 2 см (4) и 5 см (5)

Подбор длины короткозамыкателя позволяет снизить погрешность измерения до долей процента, но только в частотном интервале шириной около 20 МГц.

Выводы по главе 2

В результате проведенных исследований разработаны и протестированы методы измерения комплексной диэлектрической проницаемости жидких и сыпучих пород в одной ячейке в диапазоне частот от 42 Гц до 8,5 ГГц. На частотах от десятков герц до 1 МГц используется известный способ измерения комплексного импеданса заполненной веществом коаксиальной ячейки. На частотах выше 100 МГц используется также известный способ определения КДП через измерения комплексного коэффициента передачи (параметра матрицы рассеяния S_{12}) этой же ячейки.

Для измерения в диапазоне частот от 0,3 до 100 МГц разработано устройство, представляющее собой отрезок линии большого сечения, в разрыв цен-

трального проводника которой включена та же самая ячейка. Исследованы два способа измерения комплексного импеданса ячейки и вычисления КДП. В первом способе (вариант 1) измеряется параметр S_{12} отрезка линии большого сечения с включенной в него измерительной ячейкой. Показано, что при невысоких потерях погрешность измерения КДП зависит от выбора длины ячеек. При надлежащем выборе длины погрешность измерения составляет 0,5 – 2,5 % для действительной части КДП и 0,5 – 3% – для мнимой части во всем диапазоне частот 42 Гц – 8,5 ГГц.

Во втором способе (вариант 2) измеряется параметр S_{11} отрезка линии большого сечения, когда к другому разъему этого отрезка присоединен короткозамыкатель переменной длины. Показано, что при подборе длины короткозамыкателя в диапазоне частот от 40 до 100 МГц можно получить погрешность измерения меньшую, чем в варианте 1, но только в полосе шириной около 20 МГц.

Глава 3. Применение широкополосного метода для измерения диэлектрической проницаемости почв и горных пород

Измерение диэлектрических свойств материалов в широком частотном диапазоне требуется во многих областях фундаментальных и прикладных исследований. Диэлектрические спектры служат инструментом исследования физико-химических свойств исследуемого материала. Эти измерения необходимы для контроля качества продукции в промышленности, для диагностического применения в области биомедицины, в дистанционном радиозондировании и в диэлектрическом каротаже.

Ниже представлены экспериментальные данные о комплексной диэлектрической проницаемости некоторых пород в широком частотном диапазоне, позволяющие создавать спектроскопические модели.

3.1 Методика подготовки почвенных образцов и определение их объемной влажности

Подготовка образца оказывает большое влияние на результаты экспериментальных исследований, в связи с этим необходимо провести ряд манипуляций. Предварительно из образца удаляется вода путем высушивания в печи при температуре 105 °С. Механическое измельчение образца позволяет удалить корни и другие органические остатки, а также добиться равномерного распределения составляющих его частей. Затем исследуемый образец, увлажненный дистиллированной водой, выдерживается 5-7 суток в герметичной ёмкости при постоянной температуре (22-25 °С). За сутки до измерений образец помещается в коаксиальную ячейку нужной длины с помощью специальной трамбовки. Длина ячейки выбирается в зависимости от влажности почвы в пределах от 2 см для влажной и 10 см для сухой. Масса заполненной ячейки определяется

перед началом эксперимента и после его проведения с помощью весов аналитических Госметр ВЛ-210.

Влажность образца определяется термостатно – весовым методом, который является наиболее точным. Для этого после проведения эксперимента образец извлекается из коаксиальной ячейки и помещается в бюкс с известной массой. Далее бюкс с образцом в течение не менее 6 часов выдерживается в печи при температуре 105 °С, после чего выдерживается 30 минут в эксикаторе, затем определяется его масса.

Измеренные величины позволяют рассчитать следующие характеристики, необходимые для описания физических параметров почв (Воронин, 1986):

- плотность твердой фазы:

$$\rho_T = \frac{m_T}{V_T}, \quad (3.1)$$

где m_T – масса твердой фазы, V_T – объем твердой фазы.

Значение плотности твердой фазы почвы зависит от соотношения органических и минеральных ее частей. Величина плотности твердой фазы органических веществ лежит в диапазоне от 0,2–0,5 г/см³ до 1,0–1,4 г/см³, а для минеральных соединений – от 2,1–2,5 г/см³ до 4,0–5,2 г/см³. Для минеральных горизонтов большинства почв плотность твердой фазы колеблется от 2,4 г/см³ до 2,65 г/см³, для торфяных горизонтов – от 1,4 г/см³ до 1,8 г/см³ (Кауричев, 1989). Плотность твердой фазы определялась нами только для песчаных почв. В связи с трудностью полного удаления воздуха из глинистых почв при определении плотности твердой фазы использовались справочные данные (Растворова, 1983, Шейн, 2005).

- Плотность сухого сложения:

$$\rho_C = \frac{m_T}{V}, \quad (3.2)$$

где m_T – масса твердой фазы, V – объем сухой почвы.

Плотность почвы в естественном сложении за счет наличия пор всегда ниже плотности твердой фазы и изменяется от $0,9 \text{ г/см}^3$ до $1,8 \text{ г/см}^3$ (Кауричев, 1989).

- Общая плотность почвы:

$$\epsilon = \frac{V - V_T}{V}. \quad (3.3)$$

- Коэффициент пористости:

$$e = \frac{\rho_T - \rho_C}{\rho_T}. \quad (3.4)$$

Пористостью (порозностью) принято называть суммарный объем всех пор между частицами твердой фазы, выраженный в процентах или объемных долях от общего объема почвы. (Фельдман, 1988).

Для уменьшения пористости в лабораторных условиях исследуемый образец почвы или породы формировался в виде цилиндра с коаксиальным отверстием при помощи пресса под давлением до 10 кПа.

- Весовая влажность:

$$W_{\text{вес}} = \frac{m_B}{m_C}, \quad (3.5)$$

где m_B – масса воды, m_C – масса сухой почвы. Это безразмерная величина, но для того чтобы подчеркнуть, что это отношение масс размерность записывается в г/г или в % к массе при умножении на 100.

- Объемная влажность:

$$W = \frac{V_B}{V}, \quad (3.6)$$

где V_B – объем воды в почве. Это также безразмерная величина, но в отличие от весовой массы размерность записывается как $[\text{см}^3 / \text{см}^3]$ или $[\text{м}^3 / \text{м}^3]$.

В случае проведения измерений влажных образцов в коаксиальной ячейке известной длины для определения плотности сухого сложения и объемной влажности можно воспользоваться следующими формулами:

$$\rho_c = \frac{m_B + m_C}{(1 + W_{\text{вес}}) \cdot V_{\text{яч}}}, \quad (3.7)$$

где $V_{\text{яч}}$ – объем коаксиальной ячейки, определяемый по формуле:

$$V_{\text{яч}} = L \cdot \frac{\pi}{4} (d_2^2 - d_1^2), \quad (3.8)$$

где d_2 и d_1 – диаметры внешнего и внутреннего волноводов, L – длина образца.

Объемная и весовая влажности взаимосвязаны через плотность сухого сложения почвы:

$$W = \rho'_c \cdot W_{\text{вес}}, \quad (3.9)$$

где ρ'_c – отношение плотности сухого сложения к плотности воды.

3.2 Изменение диэлектрической проницаемости во времени после увлажнения из сухого состояния

Дистанционные и контактные электромагнитные экспресс-методы измерения влажности почв опираются на зависимость диэлектрической проницаемости от влажности. В последнее время появились данные о медленном изменении гидрофизических свойств почв после сильного увлажнения или изменения температуры (Федотов и др., 2005, Dexter et al., 2010). Показано, что после добавления воды в высушенные образцы в течение нескольких суток происходит нарастание прочности почв, изменение капиллярно-сорбционного потенциала, увеличение электросопротивления почв на низких частотах. Эти свойства авторы (Федотов и др., 2005) объясняют существованием в почвах органо-минерального геля (ОМГ), который при высушивании разрушается, а после увлажнения медленно восстанавливается.

При проведении диэлектрических измерений в широком частотном диапазоне нами было установлено, что и диэлектрические характеристики изменяются в течение нескольких суток после увлажнения сухой почвы. Измерения в диапазоне частот 10 кГц – 4 ГГц производились при помощи описанного в главе 2 метода. В низкочастотной части диапазона использовался измеритель

3532-50 HiTESTER, в диапазоне частот 0,3 МГц – 100 МГц измерялся параметр матрицы рассеяния S_{12} коаксиальной ячейки, размещенной в отрезке линии большого сечения. При проведении этого эксперимента использовались векторные измерители параметров цепей ZVRE и ZNB8.

Исследовались образцы бентонита разного минералогического состава и естественной лугово-черноземной почвы из горизонта А (глубина взятия 0 – 20 см) с содержанием гумуса 6,6 % и глины 36 % по массе. По результатам рентгенофазового и ИК-спектроскопического анализов в бентоните доминирует минерал смектитовой группы – монтмориллонит ~ 70 %. В почве доминируют кварц ~ 55 %, и полевые шпаты ~ 25 %.

На рисунках 3.1 и 3.2 приведены частотные зависимости действительной и мнимой частей комплексной диэлектрической проницаемости (КДП) бентонита, вначале высушенного, а затем увлажненного до влажности $0,3 \text{ м}^3/\text{м}^3$. Измерения проведены при температуре 25 °С.

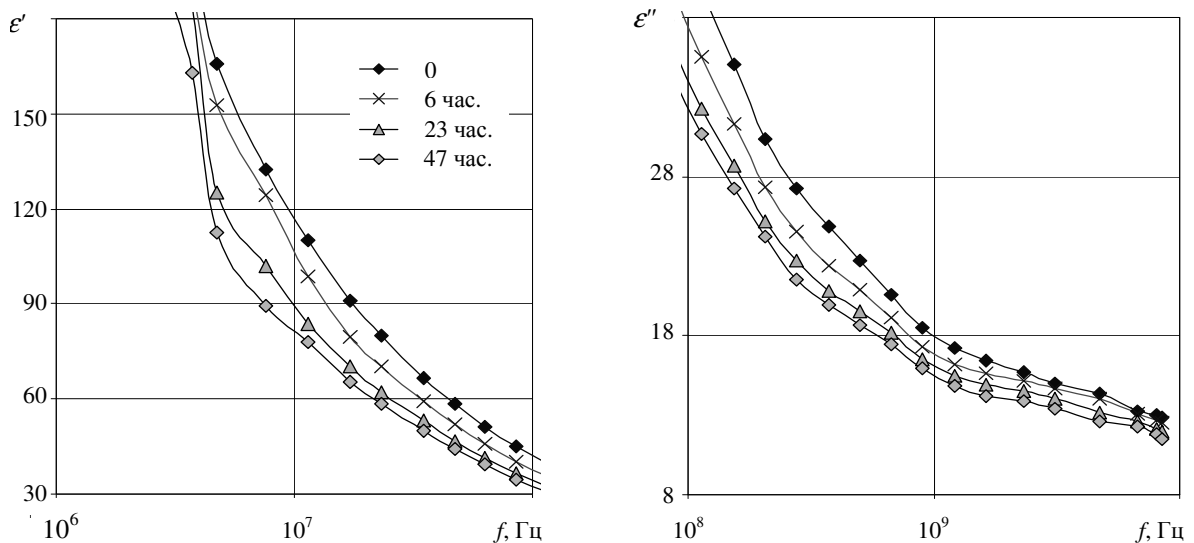


Рисунок 3.1 – Изменение во времени действительной части КДП бентонита (1-й образец) при увлажнении из сухого состояния до влажности $0,30 \text{ м}^3/\text{м}^3$

Видно, что наибольшие изменения происходили в первые сутки после увлажнения. На частотах от 5 до 35 МГц значение ϵ' за это время уменьшилось на 30 %, а значение ϵ'' – на 70–90 %. На более высоких частотах изменения менее значительны. На частоте 3 ГГц – значение ϵ' уменьшилось на 5 %, а ϵ'' – на 30 %.

Более длительные измерения проводились с образцом бентонита другого минералогического состава. На рисунке 3.3 приведены результаты измерений КДП образца бентонита с влажностью $0,34 \text{ м}^3/\text{м}^3$ в течение 9 суток.

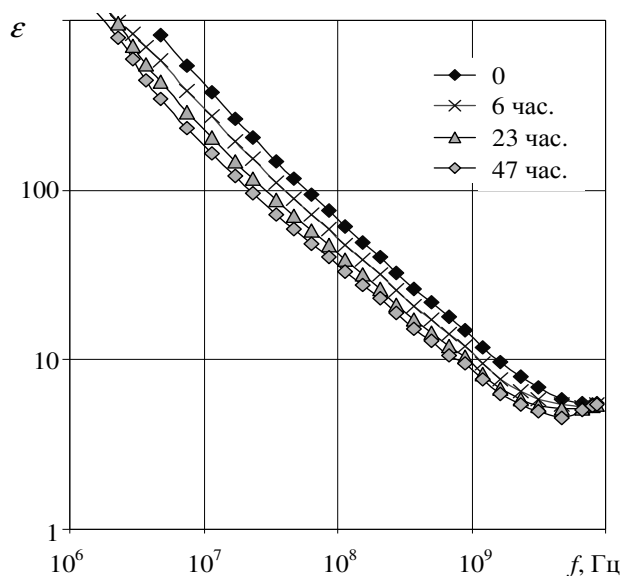


Рисунок 3.2 – Изменение во времени мнимой части КДП бентонита (1-й образец) при увлажнении из сухого состояния до влажности $0,30 \text{ м}^3/\text{м}^3$

Как видно из представленных данных, большие изменения ϵ' во времени наблюдаются в диапазоне 1–100 МГц, а величина ϵ'' на частотах ниже 10 МГц за несколько суток изменяется на порядок. При этом наблюдаются значительные изменения формы частотных зависимостей $\epsilon'(f)$ и $\epsilon''(f)$, что свидетельствует об изменении частот релаксации Максвелла-Вагнера и значений констант ϵ_0 и ϵ_∞ , характеризующих релаксацию.

Наименьшие изменения ϵ' наблюдаются на частотах 200-300 МГц, что свидетельствует о смещении преимущественного влияния релаксации Максвелла-Вагнера вверх по частоте при увеличении влажности.

В этом образце максимальная доля связанной воды составляет $0,2-0,23 \text{ м}^3/\text{м}^3$, поэтому при влажности $0,3-0,34 \text{ м}^3/\text{м}^3$ примерно третья часть всего объема воды находится в капиллярах. Были проведены измерения КДП при доле воды меньшей, чем максимальное количество связанной воды. То есть при установлении равновесия вся вода в образце должна быть в связанном состоянии. Результаты таких измерений приведены на рисунках 3.4 и 3.5.

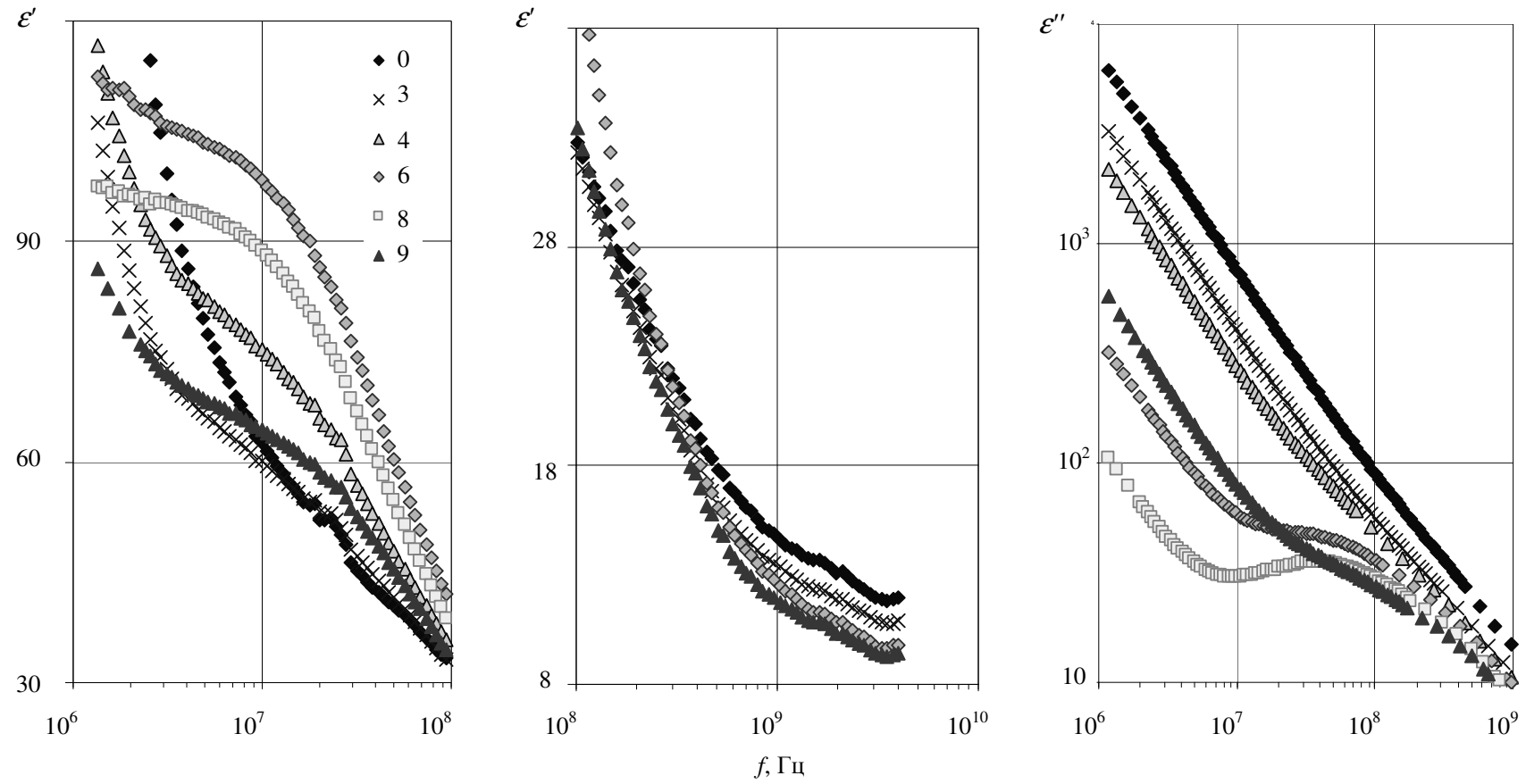


Рисунок 3.3 – Изменение во времени действительной и мнимой частей КДП бентонита после увлажнения до влажности $0,34 \text{ м}^3/\text{м}^3$

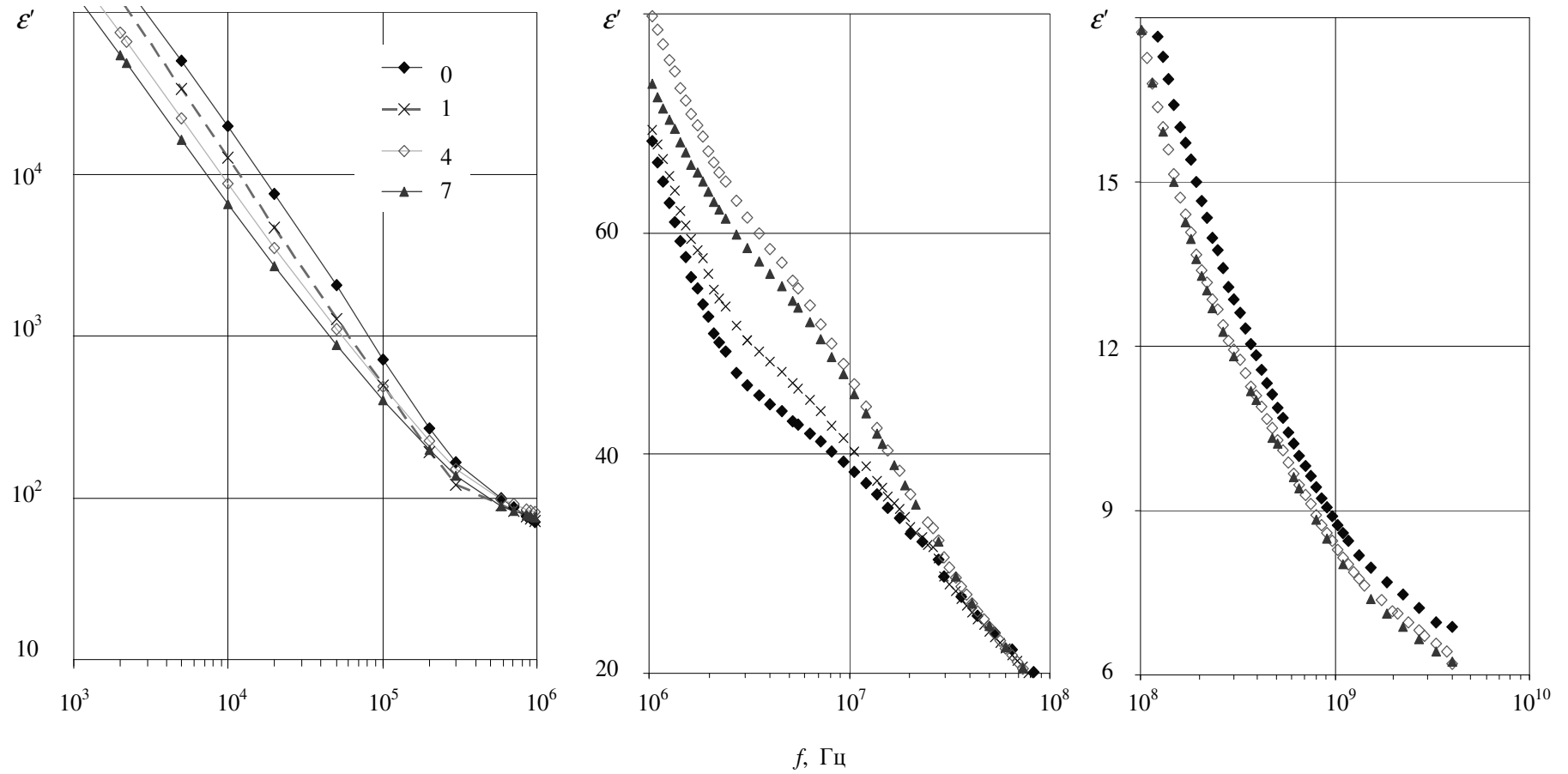


Рисунок 3.4 – Изменение во времени действительной части КДП бентонита после увлажнения до влажности $0,189 \text{ м}^3/\text{м}^3$. Нумерация кривых соответствует числу суток, прошедших после увлажнения

Видно, что установление равновесного состояния происходит также достаточно медленно, но диапазон изменения значений ϵ' и ϵ'' меньше. Измерения на частотах ниже 20-50 кГц искажаются сильным влиянием электродной поляризации, и временные изменения, по крайней мере, частично, определяются именно этим явлением. В диапазоне частот 1-20 МГц величина ϵ' вначале возрастает, достигая максимальных значений на 4-е сутки, а затем немного уменьшается. В диапазоне частот 40-70 МГц изменений практически не наблюдается, а на более высоких частотах величина ϵ' с течением времени уменьшается.

Диапазон частот выше 10^8 Гц – это область ориентационной поляризации молекул связанной воды, поэтому объяснить постепенное уменьшение ϵ' влажного образца в этом диапазоне можно постепенным переходом всей воды в образце из свободного состояния в связанное при формировании ОМГ.

В диапазоне 1– 30 МГц наблюдается межслойная поляризация Максвелла-Вагнера. Увеличение количества связанной воды приводит к увеличению площади эквивалентного конденсатора Максвелла-Вагнера и возрастанию величины ϵ' .

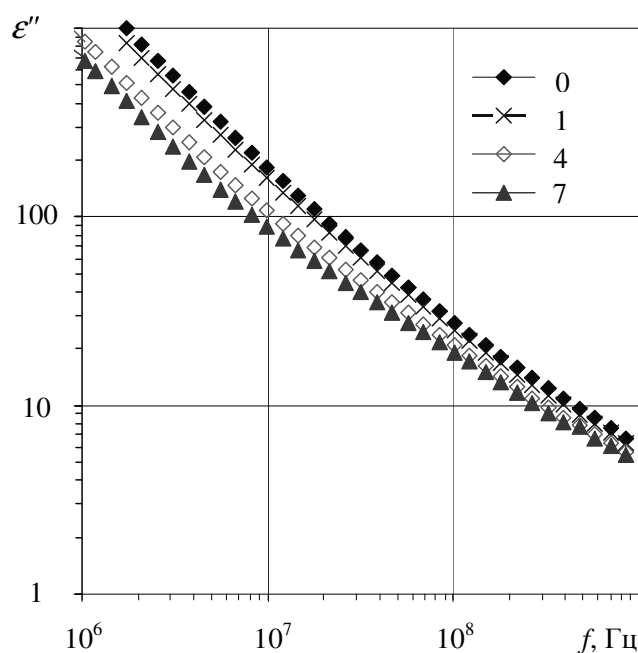


Рисунок 3.5 – Изменение во времени мнимой части КДП бентонита после увлажнения до влажности $0,189 \text{ м}^3/\text{м}^3$

Мнимая часть диэлектрической проницаемости ϵ'' с течением времени уменьшается во всем частотном диапазоне, но особенно сильно в его низкочастотной части. Это обусловлено уменьшением подвижности ионов при вхождении почвенного раствора в структуру ОМГ. На высоких частотах, где основную роль играет ориентационная поляризация, величина ϵ'' уменьшается при переходе молекул воды из свободного состояния в связанное.

На рисунке 3.6 приведены результаты аналогичных измерений КДП образца естественной почвы с влажностью $0,14 \text{ м}^3/\text{м}^3$. Эта влажность близка к влажности предельного содержания связанной воды ($0,13 \text{ м}^3/\text{м}^3$), поэтому практически вся вода также будет находиться в связанном состоянии. Изменения КДП происходили в течение 9 суток. Межслойная поляризация, при которой наблюдается возрастание ϵ' с течением времени, проявляется в диапазоне $0,1\text{--}5 \text{ МГц}$. Ориентационная поляризация молекул связанной воды проявляется на частотах выше 10^7 Гц . Следует отметить, что при сравнимых значениях ϵ' бентонита и почвы на частоте 4 ГГц действительная и мнимая части диэлектрической проницаемости почвы возрастают при уменьшении частоты менее резко, чем у бентонита.

На частоте 1 МГц у почвы ϵ' примерно в три раза меньше, чем у бентонита, а ϵ'' меньше примерно в 10 раз. Это объясняется тем, что у естественной почвы меньше удельная поверхность (содержание мелких глинистых частиц в два раза меньше, чем у бентонита). Поэтому и диапазон изменения значений ϵ' и ϵ'' в процессе установления состояния равновесия меньше, чем в бентоните. В заключение отметим, что медленность изменения КДП глинистых почв после увлажнения необходимо учитывать при измерениях КДП, а также при дистанционном определении влажности почв электромагнитными методами. При существующей практике выдерживания образцов перед измерениями в течение 12–24 часов ошибка измерения установившегося значения является высокой, особенно в диапазоне частот $10^3\text{--}10^7 \text{ Гц}$.

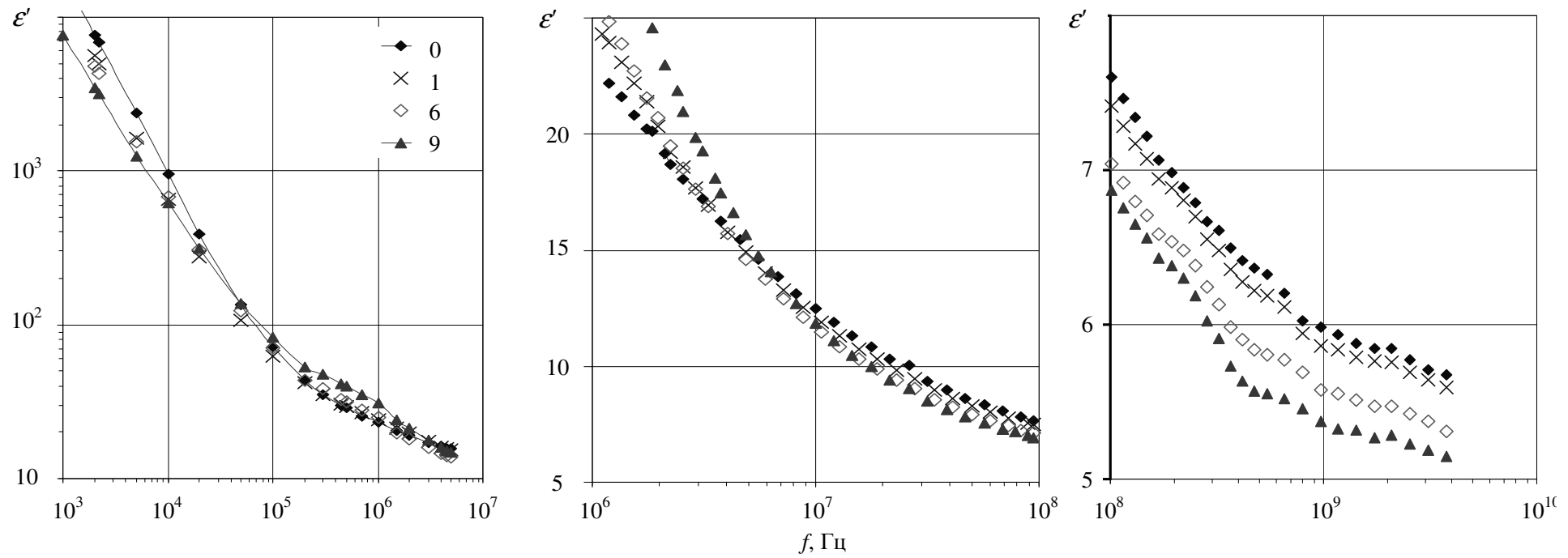


Рисунок 3.6 – Изменение во времени действительной части КДП естественной почвы после увлажнения до влажности $0.14 \text{ м}^3/\text{м}^3$. Нумерация кривых соответствует числу суток, прошедших после увлажнения

В ряде работ, где приводятся результаты измерений диэлектрической проницаемости, время выдержки образца перед измерениями вообще не приводится. По-видимому, расхождения в значениях КДП бентонита, приводимых в разных работах, в значительной мере объясняется разным временем выдержки образцов перед измерениями (Ishida et al., 2000, Kelleners et al., 2005).

Исследование изменения КДП песчаных почв во времени показало, что такие почвы достаточно выдерживать перед измерениями в течение 3-4 часов.

Поскольку изменение спектра КДП со временем является отражением происходящих в почве процессов, спектроскопия почв может послужить инструментом исследования релаксационных процессов и динамики формирования ОМГ.

На основании данных проведенного эксперимента был установлен порядок экспериментального определения диэлько-влажностных зависимостей глинистых почв и горных пород. Вначале достаточно большая масса образца увлажняется до максимальной влажности, выдерживается в течение 7-9 суток, затем при медленном высушивании из этой массы отбираются образцы для заполнения ячеек, в которых почва выдерживается еще в течение суток и только после этого измеряется их КДП. Диэлько-влажностные кривые снимаются при уменьшении влажности образца с малым шагом. При этом получаются достаточно гладкие зависимости.

3.3 Частотная зависимость КДП бентонита и связанной воды в бентоните при разных влажностях и температурах

На КДП влажных почв существенное влияние оказывает связанная вода. Однако в большинстве работ по изучению диэлектрических характеристик глинистых почв диэлектрические свойства связанной воды отдельно не исследуются (Ishida, et al., 2000, Kelleners, et al., 2005, Боярский и др., 1995, Boyarskii et al., 2002). В этих работах для расчета КДП связанной воды использовалась модель Дебая, параметры которой отличаются от параметров свободной воды

лишь временем релаксации, то есть учитывается лишь ориентационная поляризация молекул. В рефракционных моделях, приведенных в (Mironov et al., 2004, Беляева и др., 2003, Бобров и др., 2008) при моделировании КДП связанной воды также учитывается только ориентационная поляризация молекул, поэтому все эти модели дают хорошее согласие с измеренными значениями КДП почв, содержащих глину, лишь на частотах выше 1–1,5 ГГц.

На низких частотах наблюдается резкое возрастание значений КДП почв, причиной которого является межповерхностная поляризация на границе вода–твердая фаза. Учет межповерхностной поляризации позволил создать модель, удовлетворительно совпадающую с экспериментом в диапазоне частот 0,04 – 26,5 ГГц (Mironov et al., 2013).

3.3.1 Зависимость КДП бентонита от влажности и температуры

Были проведены измерения КДП бентонита, объемная доля связанной воды в котором может достигать значений 0,2 – 0,22 м³/м³. Особое внимание было уделено исследованиям КДП бентонита при малых влажностях и изменению диэлектрических свойств связанной воды при изменении ее объемной доли от 0,015 м³/м³ до 0,2 м³/м³ и температуры образцов от -18 °С до +45 °С. Методика измерений описана в главе 2.

При экспериментальных исследованиях обнаружено, что при малых влажностях (доля воды менее 0,06–0,07 м³/м³), когда воды, находящейся в породе, недостаточно для образования сплошной пленки на поверхности твердых частиц, действительная (см. рисунок 3.7 (а)) и мнимая (см. рисунок 3.7 (б)) части комплексного показателя преломления бентонита растут с возрастанием влажности быстрее, чем в диапазоне влажностей от 0,07 м³/м³ до 0,2 м³/м³.

При объемной доле, приблизительно равной 0,06 м³/м³, вода образует на поверхности минеральных частиц пленку в один мономолекулярный слой. При дальнейшем увеличении влажности возрастание действительной и мнимой частей показателя преломления замедляется. Таким образом, можно сделать вывод о том, что при возникновении на поверхности частиц сплошных пленок связан-

ной воды происходит резкое изменение ее наклонов зависимостей $n_s(W)$ и $\kappa_s(W)$.

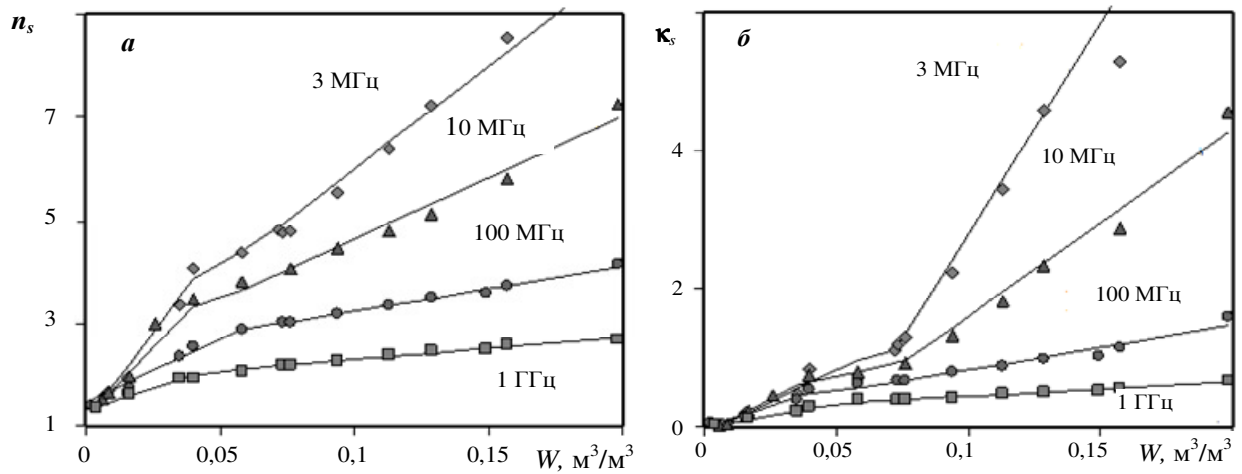


Рисунок 3.7 – Аппроксимированные зависимости действительной n_s (а) и мнимой частей κ_s (б) показателя преломления бентонита от объемной влажности при температуре 25 °С

Экспериментально исследованы температурные зависимости КДП бентонита в диапазоне температур от -18 °С до +45 °С при значениях объемной доли воды 0,016 м³/м³; 0,074 м³/м³; 0,088 м³/м³; 0,100 м³/м³. Частотные зависимости действительной и мнимой частей КДП бентонита при объемной доле воды 0,074 м³/м³ при трех температурах приведены на рисунке 3.8. Маркерами отмечены экспериментальные значения, линиями – результаты расчетов с использованием модели, приведенной ниже.

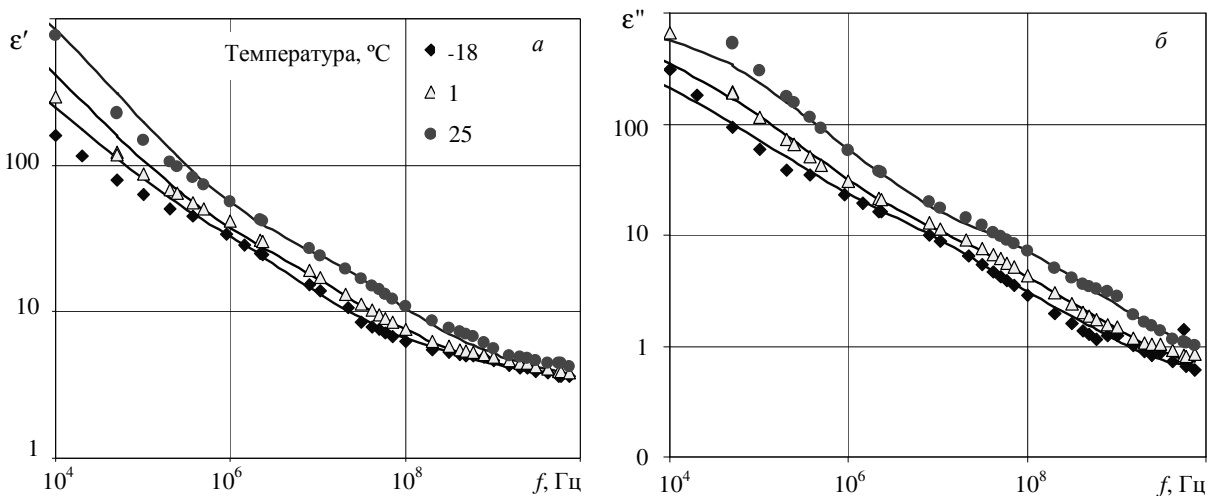


Рисунок 3.8 – Частотные зависимости действительной (а) и мнимой (б) частей КДП бентонита с объемной долей воды 0,074 при разных температурах

Экспериментальные температурные зависимости действительной и мнимой частей КДП бентонита в диапазоне частот от 1 МГц до 1 ГГц и интервале температур от -10°C до $+30^{\circ}\text{C}$ являются линейными, поэтому температурный коэффициент действительной и мнимой частей КДП не зависит от температуры, но зависит от частоты. Частотные зависимости температурных коэффициентов КДП для образцов разной влажности приведены на рисунке 3.9.

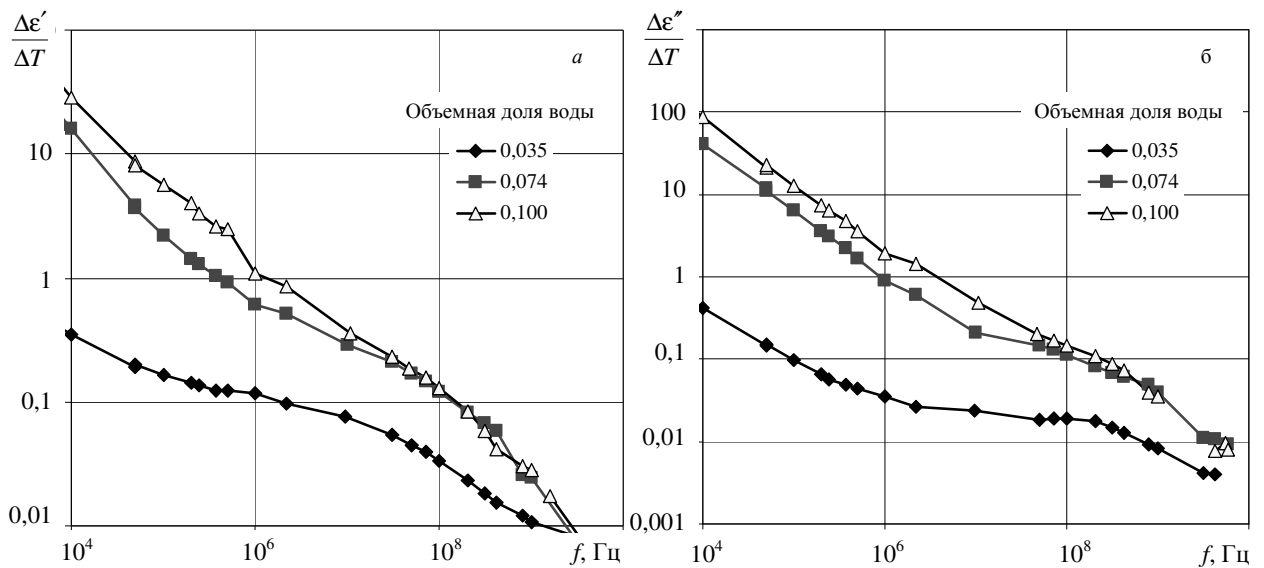


Рисунок 3.9 – Частотная зависимость температурных коэффициентов действительной (а) и мнимой (б) частей КДП бентонита при разных влажностях

Из данных, приведенных на этих рисунках, видно, что наиболее сильно температурная зависимость КДП проявляется на низких частотах, причем в диапазоне малых влажностей она слабее (на частоте 1 МГц на порядок), чем при влажностях, превышающих значение $0,07 \text{ м}^3/\text{м}^3$. Положительные значения температурного коэффициента свидетельствуют о том, что даже на высоких частотах (вплоть до 8 ГГц, а возможно, и выше) преобладающее влияние на КДП бентонита оказывает межслойная поляризация границы связанная вода–твердая фаза, а не ориентационная поляризация молекул связанной воды. Причиной этого является высокая удельная поверхность бентонита.

3.3.2 Модель КДП бентонита

Для исследования диэлектрических свойств связанной воды в бентоните

использовалась рефракционная модель смеси (Mironov et al., 2013). В применении к смеси, содержащей сухую почву и связанную воду, комплексный показатель преломления бентонита можно представить в виде:

$$n_s = n_d + (n_b - 1)M\rho, \quad (3.10)$$

$$\kappa_s = \kappa_d + \kappa_b M\rho, \quad (3.11)$$

где n_d , κ_d , n_b , κ_b – показатели преломления и поглощения сухого бентонита и связанной воды, соответственно; ρ – отношение плотности сухого сложения бентонита к плотности воды; M – влажность бентонита (массовая доля), связанная с объемной влажностью соотношением $W = M \cdot \rho$. Параметры n_d и κ_d считались частотно-независимыми. Из экспериментальных измерений КДП бентонита найдена связь последних двух параметров с плотностью сухого сложения: $n_d = 1 + 0,423 \cdot \rho$, и $\kappa_d = 0,02 \cdot \rho$.

Если имеются экспериментально измеренные спектры комплексного показателя преломления бентонита, то с помощью (3.10) и (3.11) можно найти спектры комплексного показателя преломления и КДП связанной воды. При возрастании объемной доли воды в образце будут существовать группы молекул воды, находящиеся в разной степени связи с поверхностью почвенных частиц и обладающие разной степенью «участия» в поляризационных процессах. Найденные из (3.10) и (3.11) значения диэлектрической проницаемости связанной воды будут являться некими «эффективными» значениями, описывающими свойства всего объема воды в целом.

3.3.3 Модель КДП связанной воды при 25 °C

Частотная зависимость комплексного показателя преломления связанной воды

$$n_b^* = \sqrt{\epsilon_b^*} = \sqrt{\epsilon'_b - i\epsilon''_b}, \quad (3.12)$$

рассчитывалась по модели, в которой частотная зависимость описывалась релаксационными моделями Дебая и Коула-Коула:

$$\epsilon_b^* = \epsilon_\infty + \frac{\epsilon_{s1} - \epsilon_\infty}{1 + i\omega\tau_1} + \frac{\Delta\epsilon_{s2}}{1 + (i\omega\tau_2)^{1-\alpha_2}} + \frac{\Delta\epsilon_{s3}}{1 + (i\omega\tau_3)^{1-\alpha_3}}. \quad (3.13)$$

Здесь ϵ_{∞} – высокочастотная диэлектрическая проницаемость, значение которой принималось равным 4,9; ϵ_{s1} – низкочастотная диэлектрическая проницаемость 1-й (начиная с высокочастотного края диапазона) области релаксации; $\Delta\epsilon_{s2}$, $\Delta\epsilon_{s3}$ – разности между низкочастотным и высокочастотным пределами диэлектрической проницаемости 2-й и 3-й областей релаксации, соответственно; τ_1 , τ_2 , τ_3 – времена релаксации для 1, 2, 3-й областей релаксации, соответственно; α_2 , α_3 – коэффициенты распределения времен релаксации для 2-й и 3-й областей; ω – циклическая частота.

Параметры модели (3.13) подбирались таким образом, чтобы невязка между расчетными по формулам (3.10) и (3.11) значениями n_s и κ_s бентонита и измеренными экспериментально значениями была бы минимальной.

Параметры первой области релаксации, описывающей ориентационную поляризацию, принимались неизменными во всех случаях и равными $\epsilon_{s1} = 30$; $\tau_1 = 12,5$ пс, так как в бентоните, имеющем большую удельную поверхность, межповерхностная поляризация превалирует над ориентационной вплоть до частот ~ 8 ГГц (см. раздел 3.3.1). Параметры для 2-й и 3-й областей релаксации зависят от влажности и температуры более существенно. Эти зависимости резко изменяются при объемной доле воды, превышающей значение $0,06 - 0,07 \text{ м}^3/\text{м}^3$.

Существует предположение (Дерягин и др., 1984), что при низких значениях влажности значительная доля молекул образует «гроздь» вокруг активных центров и слабо связана с поверхностью твердой фазы. Затем при дальнейшем возрастании влажности диэлектрическая проницаемость связанной воды начинает уменьшаться. Молекулы воды начинают образовывать сплошные пленки, в составе которых энергия связи молекул выше, чем в состоянии «гроздьев».

Результаты индивидуального подбора параметров модели (3.13) для всех значений влажности, при которых измерялась КДП бентонита, показаны на рисунке 3.10 маркерами. Наблюдается резкое изменение тренда зависимости этих

параметров от влажности (или обратной влажности) при доле воды 0,06-0,07 м³/м³. Эти зависимости можно описать регрессионными уравнениями в двух диапазонах значений влажности – от 0,015 м³/м³ до 0,06 м³/м³ и от 0,07 м³/м³ до 0,2 м³/м³.

В диапазоне параметры модели аппроксимировались полиномами второй степени

$$y = A \cdot \left(\frac{1}{M} \right)^2 + B \cdot \left(\frac{1}{M} \right) + C \quad (3.14)$$

где y – параметр модели, $1/M$ – обратная весовая влажность.

Значения коэффициентов полинома для влажностей в диапазоне значений 0,015 – 0,06 м³/м³ приведены в таблице 3.1, а для значений влажности от 0,07 м³/м³ до 0,2 м³/м³ приведены в таблице 3.2.

Таблица 3.1 – Коэффициенты уравнений регрессии для параметров много-релаксационной модели связанной воды в диапазоне значений влажности 0,015 – 0,06 м³/м³ ($1/M = 17 \div 61$ г/г)

y	A	B	C
$\Delta \varepsilon_{S2}$	-0,35	19,63	$2,05 \cdot 10^3$
τ_2 , с	$3,26 \cdot 10^{-11}$	$-1,48 \cdot 10^{-9}$	$2,41 \cdot 10^{-8}$
α_2	0	$1,30 \cdot 10^{-4}$	0,31
$\Delta \varepsilon_{S3}$	-29,75	229,30	$1,15 \cdot 10^5$
τ_3 , с	$2,07 \cdot 10^{-9}$	$-2,51 \cdot 10^{-7}$	$2,48 \cdot 10^{-5}$
a_3	0	$-3,02 \cdot 10^{-3}$	0,27

При вычислении параметров модели (3.13) с помощью регрессионных уравнений в каждом из выбранных образцов результаты расчетов КДП бентонита отклоняются от экспериментальных данных по действительной части КДП не более чем на 10 %, а по мнимой – на 15-20 % (см. рисунок 3.11).

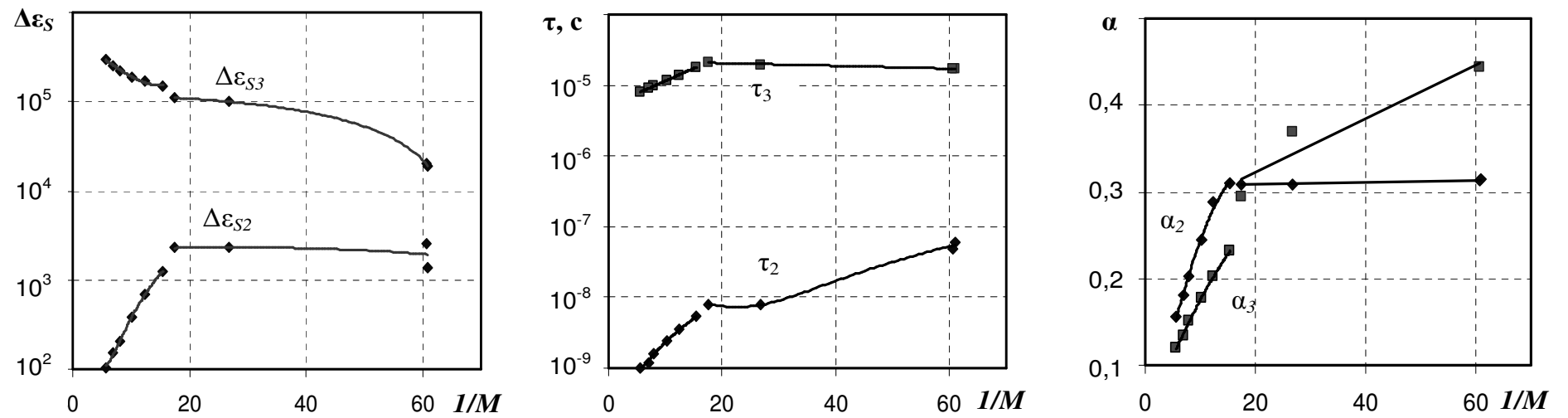


Рисунок 3.10 – Зависимость параметров второй и третьей областей релаксации модели КДП связанной воды от влажности. Маркерами отмечены значения, найденные при индивидуальном подборе, линиями – по регрессионным уравнениям

Таблица 3.2 – Коэффициенты уравнений регрессии для параметров многорелаксационной модели в диапазоне значений влажности $0,07 - 0,2 \text{ м}^3/\text{м}^3$, ($1/M = 5 \div 16 \text{ г/г}$)

y	A	B	C
$\Delta\epsilon_{S2}$	10,58	-105,20	366,40
$\tau_2, \text{с}$	$2,46 \cdot 10^{-11}$	$-7,26 \cdot 10^{-11}$	$5,87 \cdot 10^{-10}$
a_2	$8,52 \cdot 10^{-4}$	$3,44 \cdot 10^{-2}$	0,14
$\Delta\epsilon_{S3}$	$1,64 \cdot 10^3$	$-4,87 \cdot 10^4$	$5,15 \cdot 10^5$
$\tau_3, \text{с}$	$4,28 \cdot 10^{-8}$	$1,10 \cdot 10^{-7}$	$6,16 \cdot 10^{-6}$
a_3	$5,29 \cdot 10^{-4}$	$-2,14 \cdot 10^{-2}$	0,14

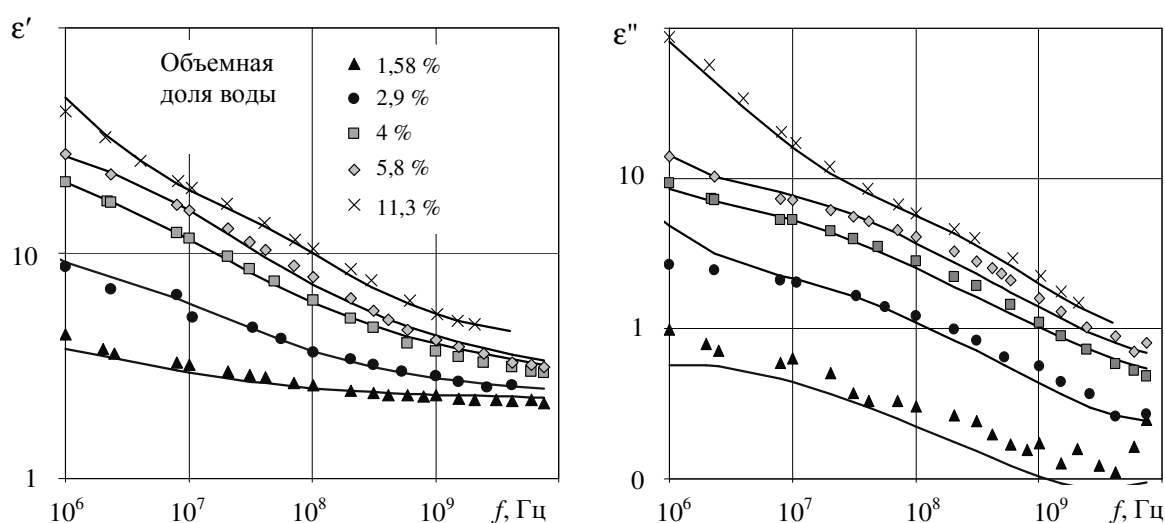


Рисунок 3.11 – Сопоставление результатов расчета КДП бентонита по модели (сплошные линии) с экспериментом (маркеры)

3.3.4 Температурная зависимость КДП связанной воды

Из температурных зависимостей КДП бентонита с помощью (3.10) и (3.11) найдены температурные зависимости КДП связанной воды и найдены зависимости от температуры параметров модели связанной воды (3.13). При возрастании температуры возрастает КДП бентонита (см. рисунок 3.8) и, следова-

тельно, комплексная диэлектрическая проницаемость связанной воды во всем исследованном диапазоне частот, что характерно для межслойной поляризации. Параметры $\Delta\epsilon_s$ для второй и третьей областей релаксации модели (3.13) в указанном температурном диапазоне приведены на рисунке 3.12. Параметры модели Дебая, описывающей ориентационную поляризацию, мы считали не зависящими от температуры по причине, указанной выше.

Из рисунка 3.12 (а) следует, что при возрастании температуры до 45 °С значения $\Delta\epsilon_{s2}$ при разных влажностях стремятся к одному пределу. Причем, чем больше влажность образца, тем при более высокой температуре наблюдается приближение к этому пределу. Этот факт можно объяснить испарением молекул связанной воды при нагревании, которое практически прекращается при уменьшении толщины пленки до одного мономолекулярного слоя (влажность 0,074 м³/м³ лишь немного выше влажности, соответствующей одному монослою).

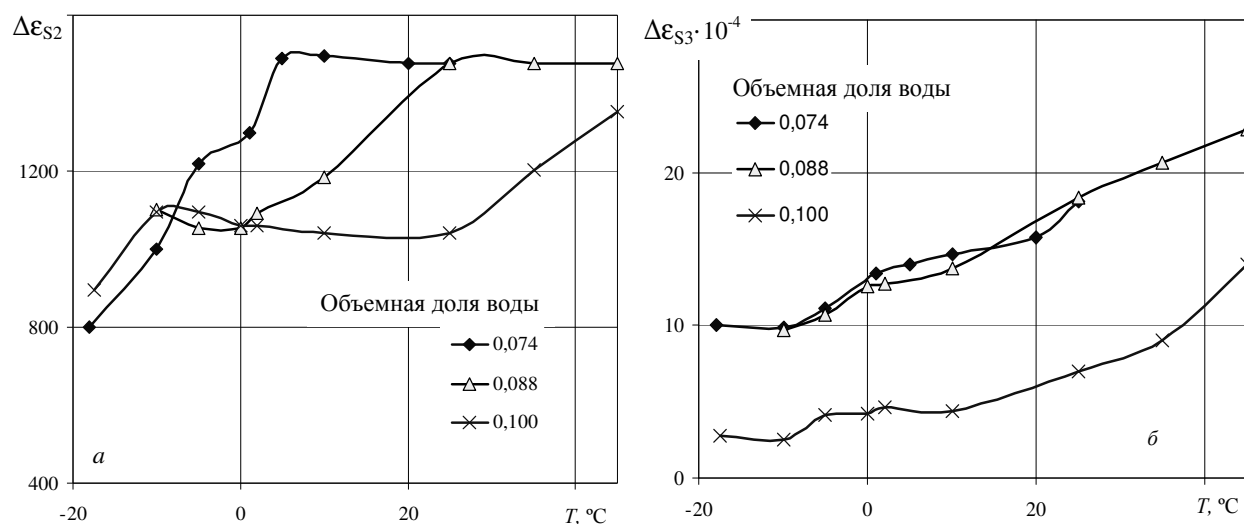


Рисунок 3.12 – Температурная зависимость параметров $\Delta\epsilon_{s2}$ (а) и $\Delta\epsilon_{s3}$ (б)

Регрессионные уравнения зависимости параметров $\Delta\epsilon_{s2}$ и $\Delta\epsilon_{s3}$ от температуры приведены в таблице 3.3. Температурные зависимости времен релаксации приведены на рис. 3.13.

Таблица 3.3 – Температурные зависимости параметров $\Delta\epsilon_{s2}$ и $\Delta\epsilon_{s3}$ в диапазоне температур от -18°C до $+45^\circ\text{C}$

$W, \text{м}^3/\text{м}^3$	Регрессионное уравнение	Квадрат коэффициента корреляции
0,074	$\Delta\epsilon_{s2} = -0,0099t^3 - 0,4959t^2 + 23,901t + 1319,6$ $\Delta\epsilon_{s3} \cdot 10^{-4} = 9 \cdot 10^{-3}t^2 + 0,1854t + 12,529$	0,9773 0,9508
0,088	$\Delta\epsilon_{s2} = -0,0137t^3 - 0,6704t^2 + 6,2531t + 1072,4$ $\Delta\epsilon_{s3} \cdot 10^{-4} = 10^{-3}t^2 + 0,2369t + 12,072$	0,9827 0,9943
0,100	$\Delta\epsilon_{s2} = 0,00093t^3 - 0,2822t^2 + 0,5091t + 10778$ $\Delta\epsilon_{s3} \cdot 10^{-4} = 2,9 \cdot 10^{-3}t^2 + 0,079t + 3,6894$	0,9149 0,9618

Время релаксации убывает с ростом температуры во второй и третьей областях в диапазоне температур от -18°C до $+45^\circ\text{C}$ по квадратичному закону. Регрессионные уравнения приведены в таблице 3.4. Уменьшение времени релаксации можно объяснить за счет частичной десорбции воды при возрастании температуры и возможными изменениями в структуре релаксаторов «связанная вода – твёрдые частицы – воздух».

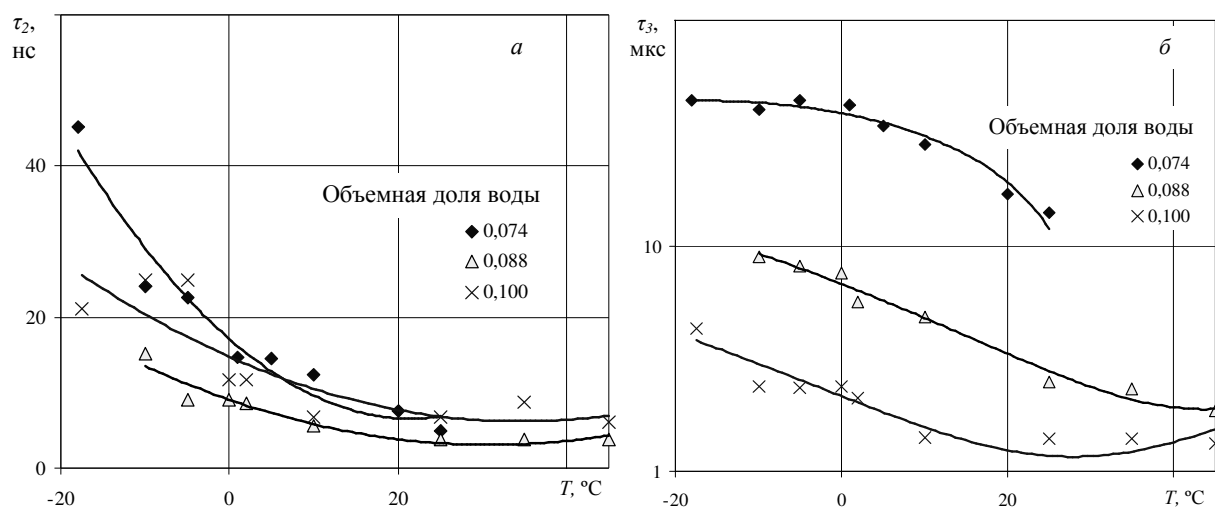


Рисунок 3.13 – Температурная зависимость параметров τ_2 (а) и τ_3 (б)

Параметры распределения времен релаксации α_2 и α_3 в зависимости от температуры изменяются в пределах от 0,15 до 0,5 в диапазоне температур от -18°C до $+45^\circ\text{C}$ при влажностях от 0,016 до 0,100. Механизм поляризации ха-

рактируется некоторой областью распределения времени релаксации. Такой характер поляризации бентонита, являющегося мелкодисперсной породой, обусловлен большим разнообразием форм, размеров и адсорбционной активностью частиц.

Таблица 3.4 – Регрессионные уравнения времени релаксации, описывающие температурные зависимости в диапазоне температур от -18 °С до +45 °С

$W, \text{м}^3/\text{м}^3$	Регрессионное уравнение	Квадрат коэффициента корреляции
0,074	$\tau_2 \cdot 10^9 = 0,0228t^2 - 0,9789t + 17,097$ $\tau_3 \cdot 10^6 = -0,0181t^2 - 0,6216t + 38,739$	0,9535 0,9500
0,088	$\tau_2 \cdot 10^9 = 0,0062t^2 - 0,3859t + 9,0597$ $\tau_3 \cdot 10^6 = 0,0025t^2 - 0,2229t + 6,758$	0,9246 0,9745
0,100	$\tau_2 \cdot 10^9 = 0,0072t^2 - 0,4948t + 14,732$ $\tau_3 \cdot 10^6 = 0,0013t^2 - 0,0713t + 2,1509$	0,7345 0,8743

Проследим, как изменяется КДП связанной воды в бентоните при изменении ее количества. На рисунке 3.14 приведены зависимости от влажности КДП связанной воды при разных температурах, рассчитанные по модели (3.13).

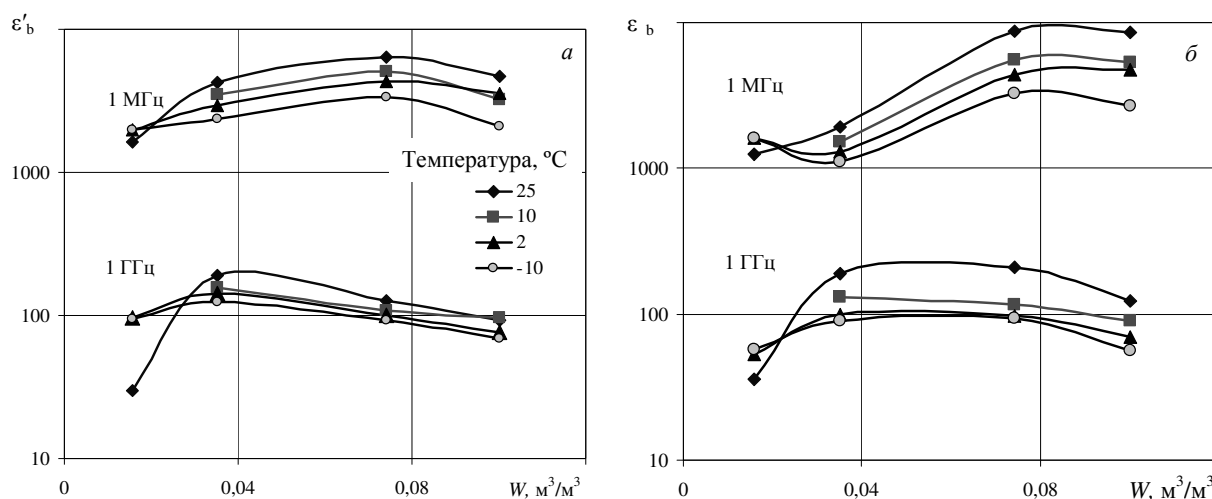


Рисунок 3.14 – Зависимость от влажности и температуры действительной (а) и мнимой (б) частей КДП связанной воды в бентоните на двух частотах

При малых влажностях диэлектрическая проницаемость низкая потому, что значительная часть молекул сильно привязана к активным центрам минерала. При возрастании влажности диэлектрическая проницаемость возрастает и дос-

тигает максимальных значений на частоте 1 ГГц при объемной доле воды около $0,04 \text{ м}^3/\text{м}^3$, а на частоте 1 МГц при доле воды около $0,07 \text{ м}^3/\text{м}^3$. Это, возможно, объясняется тем, что при влажностях ниже $0,04\text{--}0,07 \text{ м}^3/\text{м}^3$ пленки связанной воды распадаются на отдельные «гроздьки» (Дерягин и др., 1984).

При возрастании температуры действительная и мнимая части КДП возрастают. Отметим, что на частоте 1 ГГц зависимость КДП от влажности и температуры слабее, чем на частоте 1 МГц.

Экспериментальные измерения КДП образцов бентонита в диапазоне влажностей от $0,0158 \text{ м}^3/\text{м}^3$ до $0,2 \text{ м}^3/\text{м}^3$ позволяют показать, что основное влияние на КДП бентонита в диапазоне частот 10 МГц – 8,5 ГГц оказывает межповерхностная поляризация на границе вода–твердая фаза. Также обнаружено, что при малых влажностях, когда еще не образуется сплошной мономолекулярный слой воды на поверхности почвенных частиц, диэлектрические свойства воды отличаются от свойств воды, образующей мономолекулярные слои.

Полученные параметры многорелаксационной модели КДП бентонита описывают его диэлектрические свойства в зависимости от влажности, плотности и температуры. На частотах 10 МГц – 4 ГГц отклонения расчетных значений от экспериментальных в абсолютном большинстве случаев не превышают 10 % для действительной части КДП и 15-20 % для мнимой.

3.4 Влияние пористости и удельной поверхности на КДП искусственных смесей

Измерения КДП в широком частотном диапазоне позволяют изучать в глинистых породах различные поляризационные эффекты. Петрофизические свойства пород (пористость, количество глины, удельной площади поверхности и т.д.) оказывают сильное влияние на частотную дисперсию КДП. Диэлектрические измерения, сделанные в узких частотных диапазонах (Ishida et al., 2000, Garrouch et al., 1994, Revil, 2013, Schwing et al., 2013), не позволяют получить

непрерывные спектры КДП, тем самым не дают полную информацию о частотной дисперсии КДП.

Нами были исследованы искусственные смеси речного песка или кварцевых гранул с различными типами глин. Удельная площадь поверхности отдельных составляющих смеси определялась методом адсорбции азота (см. таблицу 3.5). Содержание Na^+ и K^+ , а также содержание оксидов в образцах, приведено в таблице 3.6. Содержание монтмориллонита в бентонитовой глине 1 составляет 72 %, в бентонитовых глинах 2 и 3 – 95 %. Коалиновая глина содержит 84 % коалинита.

Таблица 3.5 – Удельная площадь поверхности веществ

Вещество	Удельная площадь поверхности, ($\text{м}^2/\text{г}$)
Речной песок (200 – 400 мкм)	0,05
Сферические кварцевые гранулы (45-65 мкм)	0,08
Каолиновая глина	17
Бентонитовая глина 1	140
Бентонитовая глина 2	70
Бентонитовая глина 3	60

Таблица 3.6 – Содержание оксидов и ионов (в % от массы) в образцах бентонита и каолина

Вещество	Бентонит 1	Бентонит 2	Бентонит 3	Каолин
Na^+	1,51	–	–	–
Na_2O	2,19	1,8	0,5	не более 0,2
K^+	0,38	–	–	–
K_2O	0,49	–	–	не более 1,0
CaO	–	1,5	1,0	не более 0,4

После увлажнения дистиллированной водой до полного насыщения смеси выдерживались в течение 5 суток в закрытом контейнере. Затем образцы формировались в виде цилиндров с коаксиальным отверстием с помощью прессы под давлением до 10 кПа для уменьшения пористости и удаления воздуха, что позволило получать образцы с разной пористостью и коэффициентом водонасыщенности K_w , близким к 1. (Коэффициент водонасыщенности – отношение объемной доли воды в образце к его пористости). Физические характеристики полученных образцов приведены в таблице 3.7. Подготовленные образцы по-

мещались в измерительные ячейки, представляющие собой отрезки коаксиальной линии сечением 7/3 мм или 16/9 мм длиной от 2 до 5 см. Методика измерений изложена в главе 2. Измерения проводились в диапазоне частот от 1 МГц до 4-8,5 ГГц при температуре 25 °С.

Таблица 3.7 – Физические характеристики исследуемых образцов

№	Тип глины	Тип пес-ка	K_w	Соотношение масс песка и глины, %	Пористость, P	$S_{уд}$, м ² /г
1	Бентонит 1	кварце-вые гра-нулы	1	50-50	0,445	70,0
2			1	70-30	0,454	42,0
3	Бентонит 3	речной песок	0,99	0-100	0,67	60,0
4			1,00	30-70	0,59	42,0
5			1,00	50-50	0,47	30,0
6			0,73	70-30	0,30	18,0
7	Бентонит 2		0,80	0-100	0,64	70,0
8			0,99	30-70	0,52	49,0
9			1,00	50-50	0,45	35,0
10			0,96	70-30	0,36	21,0
11	Каолин		0,97	0-100	0,46	17,0
12			0,95	50-50	0,28	8,5
13			0,93	70-30	0,23	5,1

После окончания эксперимента образец вынимался из ячейки и высушивался в течение суток при температуре 105 °С для уточнения значения его водонасыщенности и определения плотности сухого сложения. Удельную площадь поверхности $S_{уд}$ рассчитывали по количеству и типу глины в образце.

Действительная и мнимая части КПД образцов с одинаковым содержанием (50 % по массе), но разных типов глины приведены на рисунке 3.15. Видно, что при меньшей доле бентонита в смесях рост действительной и мнимой частей КДП, обусловленный межповерхностной поляризацией, наблюдается на частотах ниже 1 ГГц. Слабое возрастание этих значений в образце, содержащем

каолиновую глину, объясняется малой удельной поверхностью каолина. Подобные зависимости наблюдаются для всех образцов, содержащих различные типы глины. Результаты измерений смесей с другими размерами песчаных гранул показали, что размер гранул очень слабо влияет на КДП смесей.

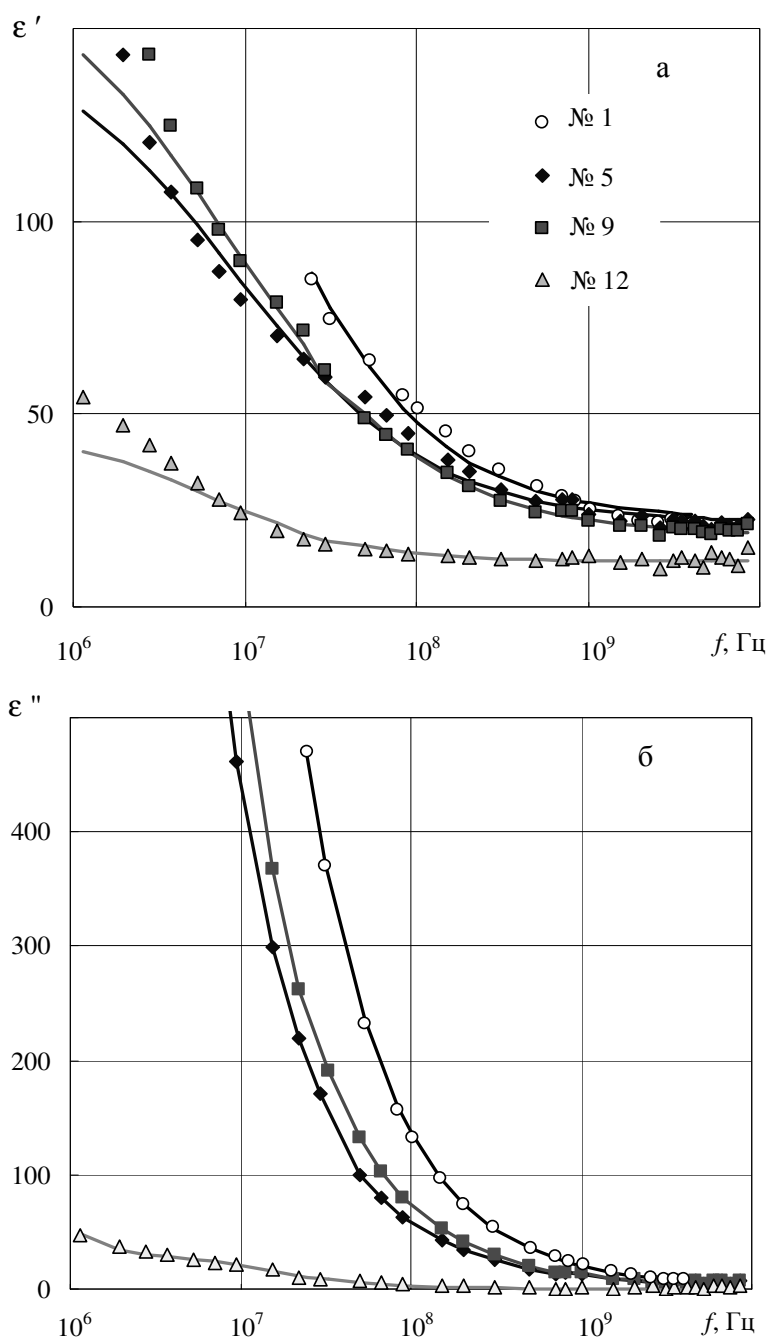


Рисунок 3.15 – Частотная зависимость комплексной диэлектрической проницаемости образцов № 1, № 5, №9 и №12, (а) – действительная часть, (б) – мнимая часть.

Сплошными линиями показаны результаты расчетов по модели

Исследования показали, что как и для песчаников (Arulanandan, 1991), так и в образцах, содержащих до 70 % глины, насыщаемых дистиллированной водой, на частоте 1 ГГц наблюдается почти линейная зависимость действительной части КДП ϵ' от пористости P (см. рисунок 3.16). Чем выше пористость, тем больше в образце содержание воды W , тем выше значения ϵ' . Влияние межповерхностной поляризации на частотах ниже 1 ГГц тем сильнее, чем больше удельная поверхность. Можно подобрать частоту, на которой зависимость ϵ' ($S_{уд}$) наиболее близка к линейной. На рисунке 3.17 приведена такая зависимость на частоте 50 МГц.

Для моделирования дисперсии КДП образцов использовалась релаксационная модель Коула-Коула с одной областью релаксации, учитывающая ионную проводимость образцов:

$$\epsilon^* = \epsilon_\infty + \frac{\epsilon_s - \epsilon_\infty}{1 + (i\omega\tau)^{1-\alpha}} - i \frac{\sigma}{\omega\epsilon_0}, \quad (3.15)$$

где ϵ_∞ – высокочастотная диэлектрическая константа; ϵ_s – статическая диэлектрическая константа; ω – циклическая частота; τ – время релаксации; σ – ионная проводимость; i – мнимая единица; α – коэффициент распределения времен релаксации.

Модель (3.15) отличается от модели (3.13), рассмотренной в предыдущем разделе. Здесь включена только одна область релаксации, соответствующая второй области в формуле (3.13). Третья область релаксации не рассматривается, так как моделирование производится на частотах выше 1 МГц. Влияние этого релаксационного процесса на мнимую часть КДП, а также влияние ионной проводимости насыщающей воды учитывается членом, включающем проводимость σ . Влияние ориентационной поляризации молекул воды учитывается параметром ϵ_∞ .

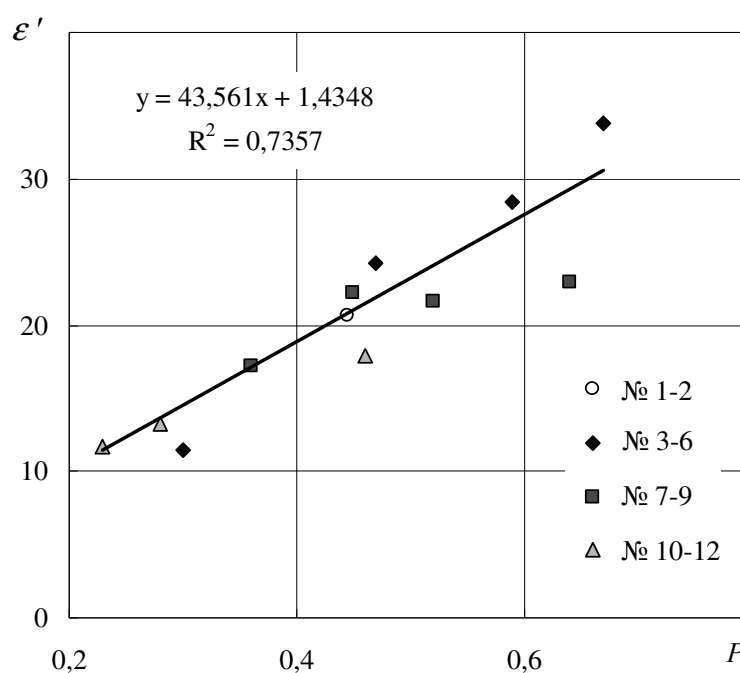


Рисунок 3.16 – Зависимость действительной части комплексной диэлектрической проницаемости образцов № 1-12 от пористости P на частоте 1 ГГц

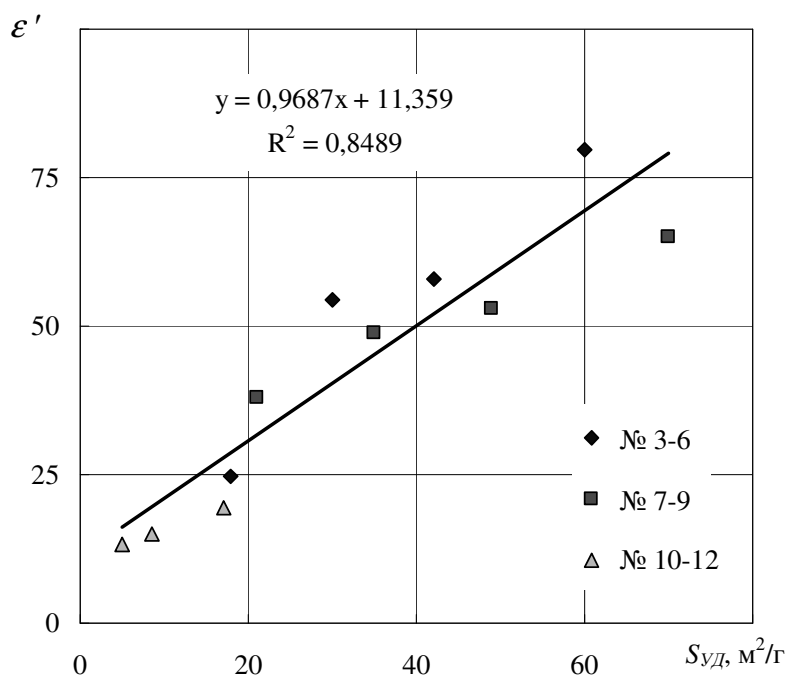


Рисунок 3.17 – Зависимость действительной части КДП образцов № 3-12 от удельной площади поверхности $S_{уд}$ на частоте 50 МГц

Константы модели Коула-Коула подбирались путем минимизации невязки с экспериментальными данными методом наименьших квадратов. При этом

после многократного решения задачи оставлялось решение, в котором значения ϵ_s и τ были наименьшими. Значения σ подбирались для согласования мнимой части КДП в низкочастотной части диапазона. Расхождение результатов моделирования с экспериментальными данными составляли 7-15 % для ϵ' и до 20 % для ϵ'' . Результаты моделирования приведены в таблице 3.8.

Таблица 3.8 – Константы модели Коула-Коула

Образец №	ϵ_∞	ϵ_s	τ , нс	α	σ , См/м
1	16,7	101,5	4,57	0,134	0,452
2	24,6	130,6	7,73	0,218	0,359
3	26,1	132,1	4,07	0,246	0,230
4	24,4	179,4	14,3	0,228	0,075
5	20,6	170,4	19,8	0,272	0,161
6	9,1	142,7	43,2	0,205	0,003
7	18,7	123,2	4,2	0,172	0,335
8	17,1	125,2	7,5	0,189	0,229
9	19,2	162,4	15,7	0,184	0,235
10	14,5	151,0	26,6	0,223	0,114
11	16,1	45,9	372,7	0,183	0,002
12	12,1	49,5	63,9	0,191	0,002
13	10,5	49,2	79,6	0,208	0,004

Найденные из формулы (3.15) значения времени релаксации в разных образцах, насыщаемых дистиллированной водой, убывают при увеличении удельной поверхности по экспоненциальному закону. На рисунке 3.18 сплошной линией показана аппроксимация значений времен релаксации всех образцов, имеющая следующий вид:

$$\tau = \tau_0 e^{\beta_0 S_{уд}}, \quad (3.16)$$

где $\tau_0 = (83,7 \pm 6,6)$ нс, $\beta_0 = (-0,046 \pm 0,001)$ г/м², $S_{уд}$ в м²/г.

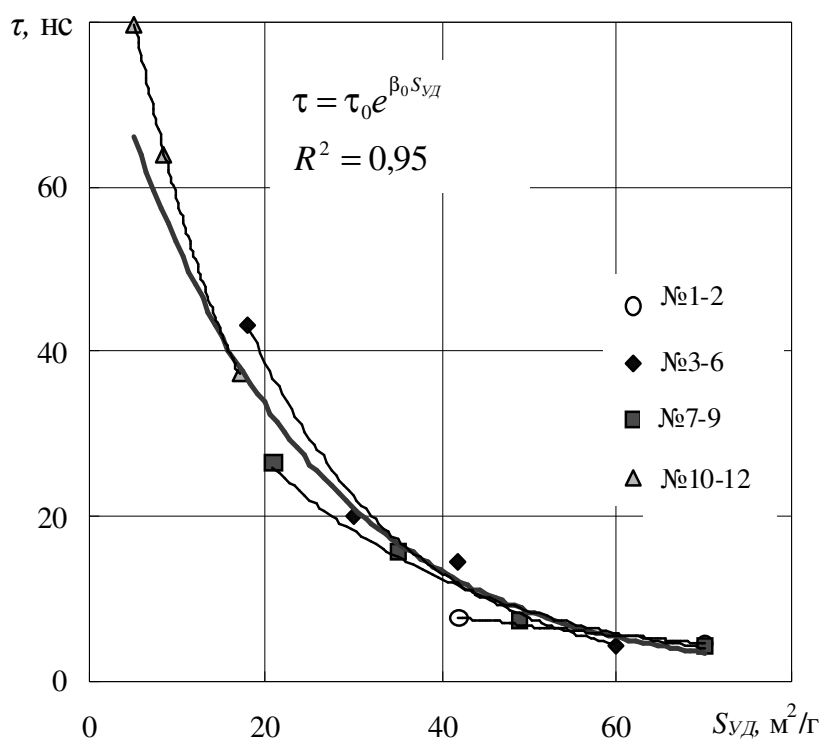


Рисунок 3.18 – Зависимость времени релаксации от удельной площади поверхности для образцов №№ 1-12

Отдельно показаны зависимости для образцов с разными типами глины. Видно, что в образцах, содержащих бентонит Са-формы, время релаксации при изменении удельной поверхности изменяется быстрее, чем в образцах, содержащих глину других форм.

Таким образом, в ходе исследования выяснено, что в смесях, содержащих большее количество глины, особенно бентонита, наблюдается более резкое возрастание ε' и ε'' при уменьшении частоты. Между значениями времени релаксации и удельной площади поверхности полностью насыщенных смесей имеется тесная корреляционная связь.

Результаты проведенных исследований могут быть использованы при интерпретации данных диэлектрического каротажа, индукционных электромагнитных методов, данных подповерхностных радаров, чтобы характеризовать почвы вадозной зоны и пород продуктивных пластов.

Выводы по главе 3

В результате проведенных исследований установлено следующее.

1. При увлажнении почв из сухого состояния происходит изменение КДП во времени, особенно значительное на частотах ниже 50-100 МГц. Время установления равновесного состояния зависит от содержания глины и изменяется от нескольких часов в песках до 7-9 суток в бентонитовой глине.

2. Обнаружено резкое изменение состояния связанной воды в бентоните при объемной доле воды, равной 0,04-0,07 м³/м³, приводящее к появлению изломов на графиках зависимости действительной и мнимой частей комплексного показателя преломления от влажности. При таких значениях влажности происходит также изменение температурной зависимости КДП и параметров моделей, описывающих релаксационные процессы. Это объясняется, скорее всего, тем, что при влажностях ниже 0,04-0,07 м³/м³ пленки связанной воды распадаются на отдельные «гроздья» (Дерягин и др., 1984).

3. Установлено, что преобладающее влияние на КДП глинистых почв в диапазоне частот 10 МГц – 1 ГГц оказывает межповерхностная поляризация на границе вода–твердая фаза. В бентоните, имеющем высокую удельную поверхность, это влияние сказывается до частот ~ 8 ГГц, а возможно, и до более высоких. Это подтверждается непрерывным возрастанием действительной части КДП при уменьшении частоты и положительными значениями температурного коэффициента КДП бентонита во всем исследованном диапазоне частот.

4. Установлена тесная корреляционная связь между временем релаксации КДП глинистых образцов, полностью насыщенных дистиллированной водой, и удельной поверхностью в диапазоне значений 5 – 70 м²/г.

Заключение

В результате проведенных исследований разработаны и протестированы методы измерения комплексной диэлектрической проницаемости жидких и сыпучих пород в одной ячейке в диапазоне частот от 42 Гц до 8,5 ГГц. На частотах от десятков герц до 1 МГц используется известный способ измерения комплексного импеданса заполненной веществом коаксиальной ячейки. На частотах выше 100 МГц используется также известный способ определения КДП через измерения комплексного коэффициента передачи (параметра матрицы рассеяния S_{12}) этой же ячейки.

Для измерения в диапазоне частот от 0,3 до 100 МГц разработано устройство, представляющее собой отрезок линии большого сечения, в разрыв центрального проводника которой включена та же самая ячейка. Исследованы два способа измерения комплексного импеданса ячейки и вычисления КДП. В первом способе (вариант 1) измеряется параметр S_{12} отрезка линии большого сечения с включенной в него измерительной ячейкой. Показано, что при невысоких потерях погрешность измерения КДП зависит от выбора длины ячеек. При надлежащем выборе длины погрешность измерения составляет 0,5 – 2,5 % для действительной части КДП и 0,5 – 3 % – для мнимой части во всем диапазоне частот 42 Гц – 8,5 ГГц.

Во втором способе (вариант 2) измеряется параметр S_{11} отрезка линии большого сечения, когда к другому разъему этого отрезка присоединен короткозамыкатель переменной длины. Показано, что при подборе длины короткозамыкателя в диапазоне частот от 40 МГц до 100 МГц при измерении сред с высокой проводимостью можно получить погрешность измерения меньшую, чем в варианте 1, но только в полосе шириной около 20 МГц.

Разработанный метод измерения КДП использовался для измерения КДП глинистых образцов. При этом установлено следующее.

1. При увлажнении почв из сухого состояния происходит изменение КДП во времени, особенно значительное на частотах ниже 50-100 МГц. Время уста-

новления равновесного состояния зависит от содержания глины и изменяется от нескольких часов в песках до 7-9 суток в бентонитовой глине.

2. Обнаружено резкое изменение состояния связанной воды в бентоните при объемной доле воды, равной $0,04-0,07 \text{ м}^3/\text{м}^3$, приводящее к появлению изломов на графиках зависимости действительной и мнимой частей комплексного показателя преломления от влажности. При таких значениях влажности происходит также изменение температурной зависимости КДП и параметров моделей, описывающих релаксационные процессы. Это объясняется, скорее всего, тем при влажностях ниже $0,04-0,07 \text{ м}^3/\text{м}^3$ пленки связанной воды распадаются на отдельные «гроздьи» (Дерягин, и др., 1984).

3. Установлено, что преобладающее влияние на КДП глинистых почв в диапазоне частот 10 МГц – 1 ГГц оказывает межповерхностная поляризация на границе вода–твердая фаза. В бентоните, имеющем высокую удельную поверхность, это влияние сказывается до частот $\sim 8 \text{ ГГц}$, а возможно, и до более высоких частот. Это подтверждается непрерывным возрастанием действительной части КДП при уменьшении частоты и положительными значениями температурного коэффициента КДП бентонита во всем исследованном диапазоне частот.

4. Установлена тесная корреляционная связь между временем релаксации КДП глинистых образцов, полностью насыщенных дистиллированной водой, и удельной поверхностью в диапазоне ее значений $5 - 70 \text{ м}^2/\text{г}$.

Список литературы

Публикации автора:

Статьи в журналах из перечня ВАК:

А.1. Бобров, П.П. Методы измерения диэлектрической проницаемости диэлектриков с высокой и очень низкой проводимостью в диапазоне частот от 10^3 до 10^8 Гц / П.П. Бобров, О.В. Кондратьева (Родионова), А.В. Репин // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2010. – Т. 53, № 9/2. – С.168-169. – 0,06 / 0,02 п.л.

А.2. Бобров, П.П. Измерение комплексной диэлектрической проницаемости образца в одной ячейке от десятков герц до единиц гигагерц / П.П. Бобров, О.В. Кондратьева (Родионова), А.В. Репин // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2012. – Т. 55, № 8/3. – С. 23-26. – 0,19 / 0,06 п.л.

А.3. Беляева, Т.А. Изменение диэлектрических свойств связанной воды в почвах при увеличении ее количества / Т.А. Беляева, П.П. Бобров, О.В. Кондратьева (Родионова) // Вестник Сибирского государственного аэрокосмического университета им. Академика М.Ф. Решетнева (Вестник СибГАУ). – 2013. – Специальный выпуск 5(51). – С. 92-95. – 0,19 / 0,06 п.л.

А.4. Беляева, Т.А. Зависимость диэлектрической проницаемости связанной воды в бентоните от влажности и температуры / Т.А. Беляева, П.П. Бобров, В.Л. Миронов, О.В. Родионова // Современные проблемы дистанционного зондирования Земли из космоса. – 2014. – Т. 11, № 3. – С. 288-300. – 0,75 / 0,19 п.л.

А.5. Bobrov, P.P. Wideband Frequency Domain Method of Soil Dielectric Properties Measurements / P.P. Bobrov, A.V. Repin, O.V. Rodionova // IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing. – 2015. – V. 53, № 5. – P. 2366-2372. – 0,38 / 0,13 п.л.

Патенты

А.6. Пат. 2474830 С1 Российская Федерация, МПК G01R27/26, G01N22/04. Способ измерения комплексной диэлектрической проницаемости жидких и сыпучих веществ в широком частотном диапазоне/ Бобров П.П., Кон-

дятьева (Родионова) О.В., Репин А.В.; заявитель и патентообладатель ФБГОУ ВПО «ОмГПУ» (RU). – № 2011134175/28; заявл. 12.08.2011; опубл. 10.02.2013, Бюл. № 4. – 12 С. – 0,75 / 0,19 п.л.

А.7. Пат. 2509315 Российская Федерация, МПК G01R27/26, G01N22/04. Способ измерения комплексной диэлектрической проницаемости жидких и сыпучих веществ/ Бобров П.П., Кондратьева (Родионова) О.В., Репин А.В.; заявитель и патентообладатель ФБГОУ ВПО «ОмГПУ» (RU). – № 2012119574; заявл. 14.11.2013; опубл. 10.03.2014, Бюл. № 7. – 15 С. – 0,94 / 0,31 п.л.

Прочие публикации в научных изданиях

А.8. Bobrov, P.P. Frequency Dependence of Permittivity of Free and Bound Water in Soils for Different Textures [Electronic resource] / P.P. Bobrov, V.L. Mironov, O.V. Kondratieva (Rodionova), A.V. Repin // Progress in Electromagnetics Research Symposium. Online, 2009. – V. 5, № 5. – P. 426-430. – URL: <http://www.piers.org/piersonline/piers.php?volume=5&number=5&page=426> (дата обращения: 15.12.2015 г.)

А.9. Bobrov, P.P. The Effect of Clay and Organic Matter Content on the Dielectric Permittivity of Soils and Grounds at the Frequency Range from 10 MHz to 1 GHz./ P.P Bobrov, V.L. Mironov, O.V. Kondratyeva (Rodionova), A.V. Repin // Proceedings of the 2010 IEEE International Geoscience and Remote Sensing Symposium. – July 25, 2010. – ISBN on IEEE Xplore entry: 978-1-4244-9566-5. – P. 4433-4435. – 0,13 / 0,03 п.л.

А.10. Бобров, П.П. Медленные изменения диэлектрической проницаемости почв после увлажнения из сухого состояния / П.П. Бобров, О.В. Кондратьева (Родионова) // Материалы XII Международной конференции «Физика диэлектриков» (Диэлектрики – 2011). Санкт-Петербург, 23-26 мая 2011. – Санкт-Петербург, 2011. – Т. 1. – С. 204-206. – 0,13 / 0,07 п.л.

А.11. Бобров, П.П. Спектральная диэлектрическая модель прочносвязанной воды в монтмориллоните в диапазоне частот 1-4000 МГц / П.П. Бобров, В.Л. Миронов, О.В. Кондратьева (Родионова), А.В. Репин // Материалы XII Международной конференции «Физика диэлектриков» (Диэлектрики – 2011).

Санкт-Петербург, 23-26 мая 2011. – Санкт-Петербург, 2011. – Т. 1. – С. 207-209. – 0,13 / 0,03 п.л.

А.12. Кондратьева (Родионова), О.В. Спектры диэлектрической проницаемости прочносвязанной и рыхлосвязанной воды в смеси песка и бентонитом / О.В. Кондратьева (Родионова), А.С. Лапина // Материалы XLIX Международной научной студенческой конференции «Студент и научно-технический прогресс»: Геология. – Новосибирск, 2011. – С. 55. – 0,06 / 0,03 п.л.

А.13. Беляева, Т.А. Частотные и температурные зависимости диэлектрической проницаемости песчаных и песчано-глинистых грунтов с малой влажностью / Т.А. Беляева, П.П. Бобров, О.В. Кондратьева (Родионова) // Материалы десятой открытой Всероссийской конференции «Современные проблемы дистанционного зондирования Земли из космоса». Москва: ИКИ РАН, 12-16 ноября 2012. – Москва, 2012. – С. 278. – 0,06 / 0,02 п.л.

А.14. Кондратьева (Родионова), О.В. Зависимость от температуры времени установления диэлектрической проницаемости грунта после увлажнения из сухого состояния. / О.В. Кондратьева (Родионова), Е.С. Федосеева // Материалы 18-й всероссийской научной конференции студентов-физиков и молодых ученых. Красноярск, 29 марта – 5 апреля 2012. – Красноярск, 2012. – С. 502-503. – 0,06 / 0,02 п.л.

А.15. Бобров, П.П. О погрешности диэлектрических измерений с применением векторного анализатора цепей в диапазоне частот 10-100 МГц / П.П. Бобров, О.В. Кондратьева (Родионова), А.В. Репин // Трофимуковские чтения – 2013: Материалы всероссийской молодежной научной конференции с участием иностранных ученых. – Новосибирск, 2013. – С. 316-319. – 0,19 / 0,06 п.л.

А.16. Бобров, П.П. Сверхширокополосный метод измерения диэлектрической проницаемости / П.П. Бобров, А.В. Репин, О.В. Родионова // Материалы XIII Международной конференции «Физика диэлектриков (Диэлектрика – 2014)». Санкт-Петербург, 2 – 6 июня 2014. – Санкт-Петербург, 2014. – Т. 2. – С. 43-46. – 0,19 / 0,06 п.л.

А.17. Репин, А.В. Влияние удельной поверхности на диэлектрическую проницаемость нефте-водонасыщенных пород / А.В. Репин, О.В. Родионова, Е.С. Крошка // Материалы VII Международной научно-практической конференции «Научные перспективы XXI века. Достижения и перспективы нового столетия». Новосибирск, 12-13 декабря 2014. – Новосибирск, 2014. – №7/4 – С. 135-139. – 0,25 / 0,09 п.л.

А.18. Bobrov, P.P. The Electrical Characteristics of Rocks with Different of Texture / P.P. Bobrov, A.S. Yashchenko, O.V. Rodionova, A.V. Repin, A.S. Lapina // Progress in Electromagnetics Research Symposium. Prague, July 6–9 2015. – Prague, 2015. – P. 1881-1884. – 0,25 / 0,05 п.л.

А.19. Бобров, П.П. Зависимость диэлектрических характеристик песчано - глинистых смесей от их физических параметров при полном насыщении в диапазоне частот от 10 МГц до 8,5 ГГц / П.П. Бобров, О.В. Родионова, А.В. Репин // Труды XIX Международного симпозиума имени академика М.А. Усова студентов и молодых ученых «Проблемы геологии и освоения недр». Томск, 6–10 апреля 2015. – Томск, 2015. – Т. 1 – С. 284-286. – 0,13 / 0,04 п.л.

Используемые источники

1. Алексеева, А. А. Измерение диэлектриков на СВЧ / А. А. Алексеева, Н. Г. Солоугин, Г. Х. Ягудин – М. : ИНИИ «Электроника», 1975. – 68 с.
2. Арамян, М. А. Уточнение в теории расчета диэлектрической проницаемости Максвелла- Вагнера / М. А. Арамян // Коллоидный журнал. – 1992. – Т.54, № 5. – С. 24–32.
3. Ахадов, Я. Ю. Диэлектрические свойства чистых жидкостей / Я. Ю. Ахадов – М. : Изд-во стандартов, 1972. – 412 С.
4. Исследование СВЧ диэлектрической проницаемости жидких кристаллов в электрических и магнитных полях / Б. А. Беляев [и др.] // ЖТФ. – 1998. – Т. 68, вып. 1. – С. 117–121.

5. Беляев, Б. А. Применение микрополосковых резонаторов для исследования диэлектрических свойств жидких кристаллов на СВЧ / Б. А. Беляев, Н. А. Дрокин, В. Н. Шепов // ЖТФ. – 1995. – Т. 65, вып. 2. – С. 189–197.
6. Пат. 2222024 Российская Федерация, МПК G01R27/26.. Трубчатый датчик для измерения диэлектрических характеристик жидкости / Беляев Б. А., Лексиков А. А., Александровский А. А.; заявитель и патентообладатель Институт физики им. Л.В. Киренского СО РАН - опубл 20 01 2004, бюл. № 2.- 14 с.
7. Зависимость диэлектрической проницаемости связанной воды в почвах от ее количества / Т.А. Беляева [и др.] // Современные проблемы дистанционного зондирования Земли из космоса. – 2006. – Т. 3, № 2. – С. 281–286.
8. Бергер, М. Н. Прямоугольные волноводы с диэлектриками / М. Н. Бергер, Б. Ю. Капилевич – М. : Сов. радио, 1973. – 265 с.
9. Бобров, П. П. Исследование метода определения диэлектрической проницаемости почв по модулям коэффициентов отражения и прохождения / П. П. Бобров, О. В. Галеев // Естественные науки и экология: ежегодник ОмГПУ. – 2001. – С. 3–10.
10. Бобров, П.П. Спектроскопическая модель диэлектрической проницаемости почв, использующая стандартизованные агрофизические показатели / П.П. Бобров [и др.] // Исследование Земли из космоса. – 2008. – № 1. – С. 15–23.
11. Бобров, П.П. Влияние связанной воды на комплексную диэлектрическую проницаемость нефте- водонасыщенных песчано-глинистых пород / П.П. Бобров, А.С. Лапина, А.В. Репин // НТВ Каротажник. – 2013. – № 8, вып. 230. – С. 56–68.
12. Бобров, П.П. Спектры диэлектрической проницаемости нефтеводонасыщенных песчано-глинистых пород различного минералогического состава и релаксационные свойства воды в этих породах / П.П. Бобров, В.Л. Миронов, А.В. Репин // Геология и геофизика. – 2015. – Т. 56, № 7. – С. 1359–1368.
13. Боровиков, Ю. Я. Диэлькометрия в органической химии / Ю. Я. Боровиков – Киев : Наукова думка, 1987. – 216 с.

14. Брандт, А. А. Исследование диэлектриков на сверхвысоких частотах / А. А. Брандт – М. : Изд-во физ.-мат. лит, 1963. – 404 с.
15. Бреховских В. Л. Волны в слоистых средах / В. Л. Бреховских – М. : Наука, 1973. – 343 с.
16. Воробьев, Е. А. СВЧ диэлектрики в условиях высоких температур / Е. А. Воробьев, В. Ф. Михайлов, А. А. Харитонов. – М. : Советское радио, 1977. – 208 с.
17. Воронин, А. Д. Основы физики почв / А. Д. Воронин. – М. : МГУ, 1986. – 243 с.
18. Свойства диэлектриков на СВЧ / В. И. Воропаев [и др.] // Измерительная техника. – 2004. – № 9. – С. 16–18.
19. Дебай, П. Полярные молекулы: пер. с нем. / П. Дебай – М.-Л. : ГНТИ, 1931. – 247 с.
20. Дерягин, Б. В. Смачивающие пленки / Б. В. Дерягин, Н. В. Чураев. – М. : Наука, 1984. – 160 с.
21. Завьялов, А.С. Измерение диэлектрической проницаемости образцов горных пород Томской области методом открытого конца коаксиала / А.С. Завьялов, А.В. Иванов, С.И. Кузнецова // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2008. – № 9/2. – С. 101–102.
22. Злочевская, Р.И. Формы влаги в дисперсных системах. - В кн. Поверхностные пленки воды в дисперсных структурах / Р.И. Злочевская // М. : МГУ. – 1988. – С. 67–73.
23. Кочеткова, Т. Д. Температурные зависимости спектров диэлектрической проницаемости воды и водных растворов спиртов в области релаксации: автореф. дисс. на соиск. уч.ст. канд. физ.мат.н. / Т. Д. Кочеткова – Томск, 2003. – 12 с.
24. Краткий справочник конструктора радиоэлектронной аппаратуры / под редакцией Р. Г. Варламова. – М. : Сов. радио, 1972. – 855 с.
25. Кулешов, Г. Е. Диэлектрическая проницаемость и электропроводность композиционных материалов на основе углеродных наноструктур /

Г. Е. Кулешов, В. И. Суслиев // Доклады ТУСУРа. Радиотехника и связь. – 2014. – № 1 (31). – С. 84-87.

26. Матвейчук, В. Ф. Измерения электромагнитных свойств материалов с низкими потерями на СВЧ методом диэлектрического резонатора / В. Ф. Матвейчук, С. Н. Сибирцев, Н. М. Карих // Измерительная техника. – 2004. – № 8. – С. 30–35.

27. Маттей, Д.Л. Фильтры СВЧ, согласующие цепи и цепи связи / Д.Л., Маттей, Л. Янг, Е.М.Т. Джонс. – М. : Связь, 1971. – Т. 1. – 440 с.

28. Мейнке, Х. Радиотехнический справочник / Х. Мейнке, Ф. В. Гундлах. – М. : ГЭИ, 1956. – 416 с.

29. Миронов, В. Л. Метод калибровки полоскового резонатора при измерениях комплексной диэлектрической проницаемости влажных почв и грунтов / В. Л. Миронов, И. В. Савин // Приборы и техника эксперимента. – 2006. – № 1. – С. 128–134.

30. Миронов, В. Л. Методика измерения частотного спектра комплексной диэлектрической проницаемости почв / В. Л. Миронов, С. А. Комаров, Ю. И. Лукин, Д.С. Шатов // Радиотехника и электроника. – 2010. – Т. 55, № 12. – С. 1465–1470.

31. Определение максимального содержания связанной воды в бентонитовой глине с использованием диэлектрического и ЯМР-измерений / В.Л. Миронов [и др.] // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2011. – Т. 54, № 1. – С. 65–69.

32. Миронов, В.Л. Зависимости диэлектрических спектров связанной и свободной почвенной воды в диапазоне частот от 0,3 до 26,5 ГГц от минерального состава почв / В.Л. Миронов, С.В. Фомин, F. Demontoux // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2010. – Т. 53, № 9/3. – С. 235–240.

33. Миронов, В.Л. Простая температурная диэлектрическая модель влажных почв на частоте 1,4 ГГц / В.Л. Миронов, Л.Г. Косолапова // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2012. – Т. 55, № 8/3. – С. 120–123.

34. Миронов, В.Л. Обобщенная рефракционная диэлектрическая модель влажных почв, учитывающая ионную релаксацию почвенной воды / В.Л. Миронов, П.П. Бобров, С.В. Фомин // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2013. – Т. 56, № 3. – С. 75–79
35. Почвоведение / под. ред. И.С. Кауричева. – М: Агропромиздат, 1989. – 719 с.
36. Растворова, О.Г. Физика почв (практическое руководство) / О.Г. Растворова. – Л.: Изд-во ЛГУ, 1983. – 195 с.
37. Репин, А.В. Методы измерения диэлектрической проницаемости различных форм почвенной влаги и нефтесодержащих пород: автореф. дисс. на соиск. уч.ст. канд. физ.мат.н. / А.В. Репин – Омск, 2010 – 24 с.
38. Роль органо-минерального геля в формировании удельного электросопротивления почв: концепции и эксперименты / Г. Н. Федотов [и др.] // Почвоведение. – 2005. – № 5. – С. 556–564.
39. Фельдман, Г.М. Передвижение влаги в талых и промерзших грунтах. / Г. М Фельдман. – Новосибирск: Наука, 1988. – 258 с.
40. Фельдман, Ю. Д. Временная спектроскопия диэлектриков / Ю. Д. Фельдман, Ю. Ф. Зуев, В. М. Валитов // Приборы и техника эксперимента. – 1979. – N 3. – С. 5–20.
41. Фельдштейн, А. Л. Справочник по элементам волноводной техники / А. Л. Фельдштейн, Л. Р. Явич, В. П. Смирнов. – 2-е изд., переработанное и дополненное – М. : Сов. радио, 1967. – 652 с.
42. Челидзе, Т. Д. Электрическая спектроскопия гетерогенных систем / Т. Д. Челидзе. – Киев: Наук. думка, 1977. – 231 с.
43. Шарков, Е.А. Анализ и развитие релаксационных моделей диэлектрических свойств воды для задач дистанционного зондирования / Е.А. Шарков // Исследование Земли из космоса. – 1995. – №6. – С. 18–27
44. Шеин, Е.В. Курс физики почв / Е.В. Шеин - М. : Изд-во МГУ, 2005. – 432 с.

45. Исследование диэлектрической проницаемости нефтесодержащих пород в диапазоне частот 0,05–16 ГГц / М.И. Эпов [и др.] // Геология и геофизика. – 2009. – Т. 50, № 5. – С. 613–618.
46. Диэлектрическая релаксация в глинистых нефтесодержащих породах / М. И. Эпов [и др.] // Геология и геофизика. – 2011. – Т. 52, № 9. – С. 1302–1309.
47. Arulanandan, K. Dielectric method for prediction of porosity of saturated soil / K. Arulanandan // Journal of Geotechnical Engineering. – 1991. – V. 117, № 2. – P. 319–330,
48. Athey, T. W. Measurement of radio frequency permittivity of biological tissues with an open-ended coaxial line: Part I. / T. W. Athey, M. A. Stuchly, S. S. Stuchly // IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques. – 1982. – V. MTT-30, № 1. – P. 82–86.
49. Baker-Jarvis, J. Improved Technique for Determining Complex Permittivity with the Transmission/Reflection Method / J. Baker-Jarvis, E. J. Vanzura, W. A. Kissick // IEEE Trans. on Microwave Theory and Techn. – 1990. – V. 38, № 8. – P. 1096–1103.
50. Belrhiti, M. D. Complex Permittivity Measurement for Dielectric Materials at Microwave Frequencies Using Rectangular Waveguide / M. D. Belrhiti, S. Bri, A. Nakheli, M. Haddad, A. Mamouni // European Journal of Scientific Research. – 2011. – V. 49, № 2. – P. 234–248.
51. Berube, D. A comparative study of four open-ended coaxial probe models for permittivity measurement of lossy dielectric/biological material at microwave frequencies / D. Berube, F. M. Ghannouchi, P. Savard // IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques. – 1996. – V. 44, № 10. – P. 1928–1934.
52. High dielectric constant microwave probes for sensing soil moisture / J.R. Birchak [et al.] // Proc. IEEE. – 1974. – V. 62. – P. 93–98.
53. Blackham, D. V. An improved technique for permittivity measurement using a coaxial probe / D. V. Blackham, R. D. Pollard // IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement. – 1997. – V. 46, № 5. – P. 1093–1099.

54. A comparison of systems for non-contact and non destructive natural product inspection / M. Bogosanovich [et al.] // Fifth International Conference on Electromagnetic Wave Interaction with Water and Moist Substances New Zealand. – 2003. – P. 15-23.
55. Bobrov, P. P. Wideband Frequency Domain Method of Soil Dielectric Properties Measurements / P. P. Bobrov, A.V. Repin and Rodionova O.V. // IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing. – 2015. – V. 53, № 5. – P. 2366 – 2372.
56. Electrical measurements: considerations on the performance of 2- and 4-contact systems / N. Bona [et al.] // Symposium of the Society of Core Analysts held in Abu Dhabi, UAE, 29 October-2 November. – Abu Dhabi ,2008. – P. 1–12.
57. Boughriet, A. The measurement of dielectric properties of liquids at microwave frequencies using open-ended coaxial probes/ A. Boughriet, Z. Wu, H. McCann, L. E. Davis // 1st World Congress on Industrial Process Tomography. – Buxton, Greater Manchester, 14-17 April. – Buxton, Greater Manchester, 1999. – P.318-322.
58. Boyarskii, D. A. Model of dielectric constant of bound water in soil for applications of microwave remote sensing / D. A. Boyarskii, V. V. Tikhonov, N. Yu. Komarova // Progress in Electromagnetics Research, PIER. – 2002. – V. 35. – P. 251 –269
59. Bringhurst, S. Open-ended metallized ceramic coaxial probe for high-temperature dielectric properties measurements / S. Bringhurst, M. F. Iskander // IEEE Transaction on Microwave Theory and Techniques. – 1996. – V. 44, № 6. – P. 926–935.
60. Burdette, E. C. In vivo probe measurement technique for determining dielectric properties at VHF through microwave frequencies / E. C. Burdette, F. L. Cain, J. Seals // IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques. – 1980. – V.MTT-28, № 4. – P. 414–427.

61. Chelidze, T. L. Electrical Spectroscopy of Heterogeneous Systems (in Russian) / T. L. Chelidze, A. I. Derevyanko, O. D. Kurilenko // Kiev, Naukova dumka. – 1977. – P. 9–215.
62. Chew, W. C. Design and Calibration of a Large Broadband Dielectric Measurement Cell / W. C. Chew, K. J. Olp, G. P. Otto // IEEE Trans. Geosci. Remote Sens. – 1991. – V. 29, № 1. – P. 42–47.
63. Cole, K.S. Dispersion and absorption in dielectrics / K.S. Cole, R.H. Cole // J. Phys. Chem. – 1941. – V. 9. – P. 341–351.
64. Curtis, J. O. A Durable Laboratory Apparatus for the Measurement of Soil Dielectric Properties / J. O. Curtis // IEEE Trans. Instrument. and Measurement. – 2001. – V. 50, № 5. – P. 1364–1369.
65. Davidson, D.W. Dielectric relaxation in glycerol, propylene glycol and n-propanol / D.W. Davidson, R.H. Cole // J. Chem. Physics. – 1951. – V. 19. – P. 1484–1490.
66. Dexter, A. R. Changes in the matric potential of soil water with time and temperature / A. R. Dexter, G. Richard, E. A. Czyz, G. Giot // Soil Science. – 2010. – V. 175(7). – P. 320–328.
67. Microwave dielectric behavior of wet soil - part 2: dielectric mixing models / M.C. Dobson [et al.] // IEEE Trans. on Geosci and Remote Sens. – 1985. – V. GE-23, № 1. – P. 25–34.
68. Dudley, L. M. Low Frequency Impedance Behavior of Montmorillonite Suspensions / L. M. Dudley, S. Bialkowski, D. Or, C. Junkermeier // Soil Science Society of America J. – 2003. – V. 67, № 2. – P. 518–526.
69. Folgero, K. A broad-band and high-sensitivity dielectric spectroscopy measurement system for quality determination of low-permittivity fluids / K. Folgero // Measurement Science and Technology. – 1995. – V. 6. – P. 995–1008.
70. Folgero, K. Bilinear calibration of coaxial transmission/reflection cells for permittivity measurement of low-loss liquids / K. Folgero // Measurement Science and Technology. – 1996. – V. 7. – P. 1260–1269.

71. Folgero, K. Broad-Band Dielectric Spectroscopy of Low-Permittivity Fluids Using One Measurement Cell / K. Folgero // IEEE Trans. on Instrument. and Measurement. – 1998. – V. 47, № 4. – P. 881–885.
72. Folgero, K. Permittivity measurement of thin liquid layers using open-ended coaxial probes / K. Folgero, T. Tjomsland // Measurement Science and Technology. – 1996. – V. 7. – P. 1164–1173.
73. Garrouch, A. A. The Influence of Clay Content, Salinity, Stress, and Wettability on the Dielectric Properties of Brine-saturated Rocks: 10 Hz to 1 MHz / Ali A Garrouch, M. M. Sharma // Geophysics – 1994. – V. 59, № 6. – P. 909 – 917.
74. Ghodgaonkar, D. K. A free-space method for measurement of dielectric constants and loss tangents at microwave frequencies / D. K. Ghodgaonkar, V. V. Varadan, V. K. Varadan // IEEE Trans. Instrum. Meas. – 1989. – V. 37. – P. 789–793.
75. Gomez-Sanchez, J. A. Description of corrections on electrode polarization impedance using isopotential interface factor / J. A. Gomez-Sanchez, C. J. Felice // J. Electr. Bioimpedance. – 2012. – V. 3. – P. 29–35.
76. Gorriti, A. Comparison of the Different Reconstruction Techniques of Permittivity from S-parameters / A. Gorriti, E. Slob // IEEE Trans. Geosci. Remote Sens. – 2005. – V. 43, № 9. – P. 2051–2057.
77. Complex Dielectric Permittivity of Saline Solution at Elevated Temperatures / Kuang-Fu Han [et al.] // IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing. – 1991. – V. 29, № 1. – P. 48–56.
78. Microwave dielectric behavior of wet soil – part II: dielectric mixing models / M. T. Hallikainen [et al.] // IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing. – 1985. – V. GE-23, № 1. – P. 35–45.
79. Havriliak, S. A complex plane analysis of α -dispersion in some polymer systems / S. Havriliak, S. Negami // J. Polym. sci. C. – 1966. – V. 14. – P. 99–117.
80. Kozhevnikov, A. Wideband radio-frequency device for measurements of dielectric properties of small volumes of liquids / A. Kozhevnikov // Meas. Sci. Technol. – 2010. – № 4. – P. 5. – DOI: 10.1088/0957-0233/21/4/043001.

81. Santos, T. Dielectric Characterization of Soil Samples by Microwave Measurements [Electronic resource] / T. Santos, A. J. Johansson, F. Tufvesson // Series of Technical Reports. – 2009. – № 10. – URL: <http://lup.lub.lu.se/record/1479796/file/1479802.pdf> (дата обращения: 20.07.2015г.)
82. An improved calibration technique for free-space measurement of complex permittivity / M. Nakhkash [et al.] // IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing. – 2001. – V. 39, № 2. – P. 453–455.
83. Hipp, J.E. Soil electromagnetic parameters as function of frequency, foil density, and soil moisture //Proc. IEEE. – 1974. – V. 62, № 1. – P. 98–103.
84. Hoyer, W. A. Dielectric constant of rocks as a petrophysical parameter / W. A. Hoyer, R. C. Rumble // 17th Annual Logging Symposium Transactions: Society of Professional Well Log Analyst. Denver, Colorado, 9-12 June. – Denver, Colorado, 1976. – P. 28.
85. Iglesias, T. P. Distributed Parameters for Low-Frequency Dielectric Characterization of Liquids With Open-Ended Coaxial Cell / T. P. Iglesias, S. M. Pereira // IEEE Trans. Instrument. and Measurement. – 2006. – V. 55, №1. – P. 176–179.
86. Instruction Manual HIOKI 3522-50 LCR HiTESTER Revised edition 2. Edited by HIOKI E.E. CORPORATION Technical Support Section. September 2006. – Japan, 2006. – P. 204.
87. Instruction Manual Rohde & Schwarz ZNB 8 Vector Network Analyzer. Version 04.00. – Germany, 2012. – P. 868.
88. Ishida, T. Dielectric-relaxation spectroscopy of kaolinite, montmorillonite, allophane, and imogolite under moist conditions / T. Ishida, T. Makino C. Wang // Clays and Clay Minerals. – 2000. –V. 48, № 1. – P. 75–84.
89. Frequency Dependence of the Complex Permittivity and Its Impact on Dielectric Sensor Calibration in Soils / T. J. Kelleners [et al.] // Soil Science Society of America J. – 2005. – P. 67–76.
90. Keysight Technologies E4990A Impedance Analyzer 20 Hz to 10/20/30/50/120 MHz [Electronic resource] – Keysight Technologies. – 2015. –

URL:

<http://literature.cdn.keysight.com/litweb/pdf/5991-3890EN.pdf?id=2459964> (дата обращения: 15.07.2015г.)

91. Knight, R. J. The dielectric constant of sandstones, 60 kHz to 4 MHz / R. J. Knight, A. Nur // *Geophysics*. – 1987. – V. 52, № 5. – P. 644–654.

92. Lauer, K. A New Technique for Measuring Broadband Dielectric Spectra of Undisturbed Soil Samples / K. Lauer, N. Wagner, P. Felix - Henningsen // *European J. Soil Sci.* – 2012. – V. 63, № 2. – P. 224–238.

93. Levitskaya, T. M. Polarization processes in rocks 1. Complex Dielectric Permittivity method / T. M. Levitskaya, B. K. Sternberg // *Radio science*. – 1996. – № 4. – P. 755–779.

94. Lockner, D. A. Complex resistivity measurements of confined rock / D. A. Lockner, J. D. Byerlee // *Journal of Geophysical Research*. – 1985. – V. 90, № B9. – P. 7837–7847.

95. Mehran, M. Low frequency conductivity dispersion in clay-water-electrolyte systems / M. Mehran, K. Arulanandan // *Clays and Clay Minerals*. – 1977. – V. 25. – P. 39–48.

96. Generalized refractive mixing dielectric model for moist soils / V.L. Mironov [et al.] // *IEEE Trans. Geosci. Remote Sensing*. – 2004. – V. 42, № 4. – P. 773–785.

97. Mironov, V.L. Multirelaxation Generalized Refractive Mixing Dielectric Model of Moist Soils / V.L. Mironov, P.P. Bobrov, S.V. Fomin // *IEEE Geoscience and Remote Sensing Letters*. – 2013. – V. 10, № 3, – P. 603–606.

98. Myers, D. F. Dielectric spectroscopy of colloidal suspensions / D. F. Myers, D. A. Saville // *Journal of Colloid and Interface Science*. – 1998. – V. 131, № 2. – P. 448–460.

99. Nakhkash, M. An Improved Calibration Technique for Free-Space Measurement of Complex Permittivity / M. Nakhkash, H. Yi, W. Al-Nuaimy, M.T.C. Fang // *IEEE Trans Geosci. Remote Sens.* – 2001. – V. 39, № 2. – P. 453–455.

100. Nelson, S. O. Frequency- and temperature-dependent permittivities of fresh fruits and vegetables from 0.01 to 1.8 GHz / S. O. Nelson // Transactions of the ASAE. – 2003. – № 46. – P. 567–574.
101. Nelson, S.O. Fundamentals of Dielectric Properties Measurements and Agricultural Applications / S. O. Nelson // Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy. – 2010. – № 44 (2). – P. 98–113.
102. Quéffélec, P. Automatic Measurement of Complex Tensorial Permeability of Magnetized Materials in a Wide Microwave Frequency Range / P. Quéffélec, S. Mallégo, M. Le Floch // IEEE Trans. on Microwave Theory and Techn. – 2002. – V. 50, № 9. – P. 2128–2133.
103. Revil, A. Effective Conductivity and Permittivity of Unsaturated Porous Materials in the Frequency Range 1 mHz–1GHz / A. Revil // Water Resources Research. – 2013. – V. 49 – P. 306 – 327.
104. Saltas, V. Charge transport in diatomaceous earth studied by broadband dielectric spectroscopy / V. Saltas, F. Vallianatos, E. Gidarakos // Applied Clay Science. – 2013. – V. 80. – P. 226–235.
105. Sarabandi, K. Microstrip Ring Resonator for Soil Moisture Measurements / Kamal Sarabandi, Senior Member // IEEE, and Eric S. Li IEEE transactions on Geoscience and Remote Sensing. – 1997. – V. 35, №N 5. – P. 1223–1231.
106. Scott, J. H. Dielectric constant and electrical conductivity measurements of moist rock: a new laboratory method / J. H. Scott, R. D. Carroll, D. R. Cunningham // Journal of Geophysical Research. – 1967. – V. 72, № 20. – P. 5101–5115.
107. Seleznev, N. Dielectric measurements for solid cylindrical samples / N. Seleznev, A. Boyd, C. Straley / N. Seleznev A Boyd, C. Straley // Int. Symp. of the Society of Core Analysts. Abu Dhabi, UAE, 5–9 October. – Abu Dhabi, 2004. – P. 1–12.
108. Schwing, M. Dielectric Properties of a Clay Soil Determined in the Frequency Range from 1 MHz to 40 GHz / M. Schwing, Z. Chen, A. Scheuermann and N. Wagner // ISEMA 2013: 10th International Conference on Electromagnetic Wave

Interaction with Water and Moist Substances. Weimar, Germany, 25–27 September. – Weimar, 2013. – P. 242–250.

109. Sheen, J. Study of microwave dielectric properties measurements by various resonance techniques / J. Sheen // *Measurement*. – V. 37, – 2005. – P. 132–130.

110. Sheen, J. Comparisons of microwave dielectric property measurements by transmission / J. Sheen // *Reflection techniques and resonance techniques Meas. Sci. Technol.* – 2009. – P. 1–12.

111. Shivola, A.H. How strict are theoretical bounds for dielectric properties of mixtures / A.H. Shivola // *IEEE Trans. Geosci. Remote Sensing*. – 2002. – V.40, № 4. – P. 880–886.

112. Shutko A.M., Reutov E.M. Mixture formulas applied in estimation of dielectric and radiative characteristics of soils and grounds at microwave frequencies / A.M. Shutko // *IEEE Trans. Geosci. Remote Sensing*. – 1982. – V. GE-20, № 1. – P. 29–31.

113. Siggins, A. F. A Hybrid Waveguide Cell for the Dielectric Properties of Reservoir Rocks / A. F. Siggins, J. Gunning, M. Josh // *Measurement Sci. Technol.* – 2011. – V. 22, № 2. – P. 1-9.

114. Skierucha, W. A FDR Sensor for Measuring Complex Soil Dielectric Permittivity in the 10–500 MHz Frequency Range / W. Skierucha, A. Wilczek // *Sensors*. – 2010. – № 1. – P. 3314–3329.

115. Stuchly, M.A. Coaxial line reflection methods for measuring dielectric properties of biological substances at radio and microwave frequencies –A review / M.A. Stuchly, S.S. Stuchly / M.A. Stuchly // *IEEE Trans. Instrument. and Measurement*. – 1980. – V. IM-29, № 1. – P. 176–183.

116. Stuchly, M. A. Measurement of radio frequency permittivity of biological tissues with an open-ended coaxial line: Part II – Experimental results / M. A. Stuchly, T. W. Athey, G. M. Samaras, G. E. Taylor // *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*. – 1982. – V.MTT-30, № 1. – P. 87–92.

117. Sus, A. N. Dielectric permittivity measurement of high conductivity substances / A. N. Sus, V. V. Berezin, I. P. Borovkova // *Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Fiz.* – 1971. – № 9. – P. 133–135.
118. Taherian, M. R. A Coaxial-Circular Waveguide For Dielectric Measurement / M.R.Taherian, D. J. Yuen, T. M. Habashy, J. A. Kong // *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques.* – 1991. – V. 29, № 2. – P. 321–330.
119. Tarkhov, A. G. On the resistivity (ρ) and dielectric constant (ϵ) of rocks in alternating electric fields / A. G. Tarkhov, // *Mater. Vses. Nauchno-Issled. Geol. Inst. Geofiz.* – 1948. – № 12. – P. 3–42.
120. Tarkhov, A. G. Concerning the dispersion of electrical properties of rocks / A. G. Tarkhov, // *Trans. Moscow Geol.-Prospect. Inst.* – 1956 – № 29. – P. 234–242.
121. Valeev, K. A. Electrical properties of rocks in constant and alternating electric fields / K. A. Valeev, E. I. Parkhomenko // *Izv. Acad. Sci. USSR Phys. Solid Earth, Engl. Transl.* – 1965. – № 12. – P. 803-806.
122. Wagner, N. Broadband electromagnetic characterization of two-port rod based transmission lines for dielectric spectroscopy in soils / N. Wagner, B. Muller, K. Kupfer, M. Schwing, A. Scheuermann // *Proceedings of the First European Conference on Moisture Measurement, Aquametry.* – 2010. – P. 228–237.
123. Wagner, N. Experimental Investigations on the Frequency- and Temperature-Dependent Dielectric Material Properties of Soil / N. Wagner, K. Emmerich, F. Bonitz, K. Kupfer // *IEEE Trans. Geosci. Remote Sens.* – 2011. – V. 49, № 7. – P. 2518–2530.
124. Wakamatsu, H. A dielectric spectrometer for liquid using the electromagnetic induction method / H. Wakamatsu // *Hewlett-Packard J.* –1997. – № 48. – P. 37–44.
125. Weir, W. B. Automatic Measurement of Complex Dielectric Constant and Permeability at Microwave Frequencies / W. B. Weir // *Proc. IEEE.* –1974. – V. 62, № 1. – P. 33–37.

126. Wobschall, D. A theory of the complex dielectric permittivity of soil containing water: the semidisperse model / D. Wobschall // IEEE on Geoscience Electronics. – 1977. – V.GE-15, № 1. – P.49–57.