

**ЭКСПРЕСС-МЕТОД ИМПЕДАНСНОЙ СПЕКТРОСКОПИИ
ТВЕРДОТЕЛЬНЫХ ОБРАЗЦОВ МАЛЫХ РАЗМЕРОВ
НА ЧАСТОТАХ 20 кГц–1 ГГц**© 2023 г. В. А. Милюшенко^а, Б. Пинтер^а, С. Б. Бибииков^{б,*}^аСловенский институт качества и метрологии,
Словения, 1000, Любляна^бИнститут биохимической физики им. Н.М. Эмануэля РАН
Россия, 119334, Москва, ул. Косыгина, 4

*e-mail: sbb.12@yandex.ru

Поступила в редакцию 29.01.2023 г.

После доработки 16.04.2023 г.

Принята к публикации 14.06.2023 г.

Предложена простая и эффективная методика экспресс-диагностики материалов, позволяющая максимально оперативно проводить подготовку образцов, собственно измерения и получение данных о материальных параметрах, в частности, о дисперсии диэлектрической проницаемости. Разработан экспресс-метод импедансной спектроскопии образцов малых размеров на частотах от 20 кГц до 1 ГГц на базе векторного анализатора цепей, с использованием конусной коаксиальной измерительной ячейки и переходников для присоединения двухполюсных объектов к коаксиальному входу прибора. Измерительная ячейка рассчитана для дисковых образцов с диаметром до 6 мм при максимальном объеме до 0.1 см^3 , а также для образцов в виде прямоугольных пластин, которые можно вписать в окружность того же диаметра. Переходники позволяют также подключать двухполюсники в виде сосредоточенных навесных или элементов поверхностного монтажа. В отличие от измерений в коаксиальном тракте, в предлагаемой методике не требуется обеспечения точного присоединительного поперечного размера, что позволяет оперативно производить пробоподготовку. Рассмотрены вопросы определения частотного диапазона, в котором погрешность измерения не превышает допускаемую величину. Предложен способ увеличения верхней границы рабочей частоты измерительной ячейки с исследуемым образцом с помощью дополнительной калибровки. Разработанная программа управления процессами стандартной и дополнительной калибровки, процессом измерений в определенном диапазоне частот, на которых погрешность измерения не превышает допускаемую величину, позволяет получить значения сопротивлений, емкости, индуктивности и других электрических характеристик измерительной ячейки с исследуемым образцом в течение нескольких секунд.

DOI: 10.31857/S0032816223060125, EDN: NEIJFL

1. ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время для диапазона частот 1 МГц–1 ГГц пользуется популярностью методика диэлектрических измерений твердых образцов в форме дисков, в частности, с использованием измерителя импеданса типа E4991A или аналогов. В методике предлагается изготовить образец в виде диска с диаметром более 15 мм и толщиной от 0.3 до 3 мм. При этом следует отметить, что при измерениях материалов с высокой диэлектрической проницаемостью на частотах более 100 МГц проявляются определенные трудности измерений из-за паразитных реактивных сопротивлений ячейки. Альтернативный метод измерений на частотах более 100 МГц предлагает изготовление образца в форме коаксиальной шайбы, точно

соответствующей размерам коаксиального тракта. В процессе разработки материалов радиотехнического назначения часто необходимо оперативно провести экспресс-оценку получаемых материалов, не изготавливая при этом образцы сложной формы точных размеров (в частности, в виде коаксиальной шайбы для трактов 7/3 мм). Кроме того, зачастую объем получаемого материала достаточно мал, что также ограничивает возможности стандартных измерений.

Предлагаемая нами методика предъявляет существенно менее жесткие требования к образцам — требуется изготовить образец с объемом менее 0.1 см^3 в виде диска, прямоугольной пластины или параллелепипеда. Для сравнения, геометрические размеры резисторов и конденсаторов для

поверхностного монтажа еще меньше. Минимальный типоразмер у резисторов начинается от 0.5 мм при максимальной длине не более 7 мм.

При использовании устройств интерфейса между исследуемым объектом и измерительным прибором — ячейки, переходники — часто необходимо определить верхнюю границу рабочей частоты. Использование векторных прецизионных анализаторов цепей (ВАЦ) соответствующей оснастки и проведение калибровок для устройств с так называемыми “неприсоединяемыми разъемами” позволяют частично решить проблему, но это не универсальное решение, при этом требуется тщательная подготовка, а интерпретация результата для каждого объекта измерений сложна.

Обычно считается допустимой для обычных измерений погрешность 1–3%, а для экспресс-методов — до 10%. При измерениях электрофизических параметров материалов следует с осторожностью выбирать верхнюю границу частотного диапазона. Индуктивность даже миниатюрных измерительных ячеек значительно снижает (до нескольких сотен МГц) их рабочую частоту, на которой можно обеспечить заданную погрешность измерения. Рабочие частоты векторных анализаторов сетей имеют очень широкий диапазон (от нескольких кГц до десятков ГГц), но реальный рабочий диапазон частот измерительной ячейки или другого аксессуара окажется значительно уже. Так, измерения композиционных материалов с нанотрубками, выполненные с использованием современного ВАЦ Agilent S5061B с диапазоном от 5 Гц до 3 ГГц, ограничены частотой 1 ГГц [1]. При этом возможность измерения на частотах выше 100 МГц обеспечила очень высокая дисперсия диэлектрической проницаемости, которая снизилась до 3.2 на частотах в несколько сотен МГц. В работе [2] исследования импеданса и электропроводности образцов были проведены только на частотах до 120 МГц. Также ограничен сверху до 100 МГц диапазон частот для материалов, обладающих высокой диэлектрической проницаемостью ($\epsilon' = 760\text{--}220$) при диаметре образца 7 мм [3].

В перечисленных работах не говорится о причинах ограничения верхней границы частотного диапазона импедансной спектроскопии. Проблема исследована в работе [4], в которой представлена формула, определяющая верхнюю граничную частоту рабочей ячейки:

$$f_{\text{гр}} = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{\alpha}{L_k C_{\text{эфф}}}}, \quad (1)$$

где $f_{\text{гр}}$ — верхняя граница рабочей частоты ячейки или электронного компонента, α — допускаемая относительная погрешность измерений, L_k — индуктивность ячейки или электронного компо-

нента, $C_{\text{эфф}}$ — эффективная емкость измерительной ячейки с образцом.

Из формулы (1) следует, что повышение верхней границы рабочей частоты измерительной ячейки может быть достигнуто при уменьшении как ее индуктивности, так и емкости образца за счет уменьшения диаметра и увеличения его толщины. Нижняя же граница частотного диапазона зависит от повышения погрешности измерения S-параметров векторного анализатора цепей. Она определяется с помощью так называемого “стандартного образца”, у которого величина электрического сопротивления или емкости на низких частотах является неизменной.

2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Для реализации предлагаемой методики создана измерительная установка с измерительной ячейкой и дополнительными аксессуарами на базе векторного анализатора цепей S5048 компании “ПЛАНАР”, работающего в диапазоне частот от 20 кГц до 4.8 ГГц, что перекрывает интересующий нас диапазон, ограниченный частотой порядка 1 ГГц, по причинам, обсуждаемым ниже.

Перед измерениями проводится векторная калибровка измерительной системы в стандартном режиме OSM (полная однопортовая калибровка с использованием метрологически охарактеризованных коаксиальных мер короткого замыкания, холостого хода и согласованной нагрузки). В эксперименте используется частотная сетка из 200 точек диапазона частот от 20 кГц до 1 ГГц. По данным комплексных величин S-параметров проводятся измерения и вычисление частотных зависимостей емкости, сопротивления и тангенса угла диэлектрических потерь с построением графиков их зависимости от частоты.

Для образцов с диаметром до 6 мм использована конусная коаксиальная ячейка по схеме коаксиального перехода [5]. Ячейка представляет собой коаксиальный расширитель, обеспечивающий постоянство волнового сопротивления тракта при плавном изменении поперечного сечения центрального и внешнего проводников. Образец помещается в разрыв между центральным проводником и плоскостью, “закорачивающей” внешний проводник. Общий вид измерительной установки с коаксиальной ячейкой приведен на рис. 1. Для образцов в виде стандартных навесных элементов использовали аксессуар-переходник, обеспечивающий переход от двухпроводной коаксиальной линии стандарта “тип N” к двухклеммному порту с пружинными зажимами для навесных элементов (рис. 2). Отметим, что предусмотрен отдельный вариант измерительной ячейки для элементов поверхностного монтажа (SMD, surface mount device), подключаемой непо-



Рис. 1. Общий вид установки с исследованными образцами. Стрелкой указан имитатор дисковых образцов для калибровки прибора, при которой учитываются C и L конусной ячейки. Имитатор имеет в центре диска SMD-резистор с активным сопротивлением около 50 Ом. Режимы XX и КЗ обеспечиваются подвижным электродом с микрометром.



Рис. 2. Аксессуар для присоединения к коаксиальному входу прибора двухполюсных объектов: электронных компонентов навесного монтажа или двухполюсных измерительных ячеек с образцами, максимальный размер которых превышает 1 см. Рядом толстая пластина, обеспечивающая функцию режима КЗ. Калибровочной нагрузкой 50 Ом служит резистор типа ОМЛТ-2 51 Ом ($\pm 10\%$) с измеренным сопротивлением 50.2 Ом. Режим XX обеспечивается конструкцией переходника.

средственно к порту N-типа, не рассматриваемый в настоящей статье.

Рассмотрим более подробно процедуру определения емкости испытуемых объектов и параметров исследуемых материалов. Стандартная

полная однопортовая OSM-калибровка ВАЦ проводится на уровне порта подключения измерительной ячейки с помощью эталонных коаксиальных нагрузок холостого хода (XX), короткого замыкания (КЗ) и согласованной нагрузки (НС).

Таблица 1. Сопротивление резисторов и емкости конденсаторов на частоте 1 МГц

Наименование электронного компонента	Номинал	Допуск	Результаты измерений		Расхождение, %
			ВАЦ S5048	Измеритель MS8910	
Резистор 4ВЗР62 1%	1.5 Ом	$\pm 2\%$	1.57 Ом	1.8 Ом	14.6
Резистор ОМЛТ-2 10%	51 Ом	$\pm 10\%$	50.22 Ом	50.0 Ом	0.44
Резистор 9ВЗР60 1%	220 Ом	$\pm 1\%$	220.7 Ом	220.1 Ом	0.27
Резистор С2-13	1.2 кОм	$\pm 0.5\%$	1.190 кОм	1.197 кОм	0.59
Резистор ПТМН 0.5%	5 кОм	$\pm 0.5\%$	4.99 кОм	5.00 кОм	0.20
Конденсатор КДУ 10%	10 пФ	$\pm 10\%$	10.6 пФ	0.010 нФ	6.3
Конденсатор КДУ 10%	47 пФ	$\pm 10\%$	48.1 пФ	0.048 нФ	0.21
Конденсатор НЗР 2%	200 пФ	2%	200.0 пФ	0.196 нФ	2.0
Конденсатор НЗР 5%	560 пФ	$\pm 5\%$	550.0 пФ	0.546 нФ	0.73

Далее, проведя измерения подсоединенного объекта, мы можем вычислить реактивную часть проводимости и, следовательно, измеренную емкость $C_{\text{общ}}$ объекта, помещенного в коаксиальный тракт, в которую, кроме собственной емкости образца $C_{\text{обр}}$, входят краевая емкость $C_{\text{кр}}$ и емкость измерительной ячейки $C_{\text{яч}}$. Сумму первых двух емкостей обозначим как измеряемую емкость образца $C_{\text{изм}}$, тогда можно записать

$$C_{\text{общ}} = (C_{\text{обр}} + C_{\text{яч}}) + C_{\text{кр}} = C_{\text{изм}} + C_{\text{яч}}. \quad (2)$$

Исключить вклад емкости ячейки $C_{\text{яч}}$ можно с помощью дополнительной калибровки ячейки: режимы КЗ и ХХ обеспечиваются конструкцией ячейки с помощью подвешенного электрода, перемещаемого микрометрической головкой до контакта с центральным проводником или до отсутствия контакта соответственно. Для реализации режима НС в процессе калибровки используется имитатор образца с точно подобранным сопротивлением 50 Ом, например, из серии SMD-резисторов номинала 51 Ом ($\pm 10\%$), который помещается в ячейку на место испытуемого образца.

Далее, краевая емкость $C_{\text{кр}}$ определяется экспериментально с помощью геометрической копии образца, выполненной из материала с известным значением диэлектрической проницаемости ϵ , например, из фторпласта-4, для которого относительная диэлектрическая проницаемость ϵ равна 2 вплоть до СВЧ-диапазона включительно. По известной формуле для плоского конденсатора вычисляется модельная емкость копии образца $C_{\text{мод}}$, затем после калибровки ячейки экспериментально измеряется эффективная емкость копии $C_{\text{коп}}$, равная сумме краевой емкости $C_{\text{кр}}$ и $C_{\text{мод}}$, тогда для величины $C_{\text{кр}}$ имеем

$$C_{\text{кр}} = C_{\text{коп}} - C_{\text{мод}}. \quad (3)$$

Исключив емкость ячейки $C_{\text{яч}}$ и определив краевую емкость $C_{\text{кр}}$, получаем из формулы (2) искомую емкость образца или, если необходимо, рассчитываем относительную диэлектрическую проницаемость материала по формуле

$$\epsilon = \frac{d \cdot (C_{\text{коп}} - C_{\text{мод}})}{k \cdot S}, \quad (4)$$

где d — толщина образца в см, S — площадь образца в см², $C_{\text{коп}}$ и $C_{\text{мод}}$ — емкости в пФ, $k = 0.0885$ Ф/см.

Для метрологического исследования погрешностей измерений использованы векторный анализатор цепей S5065 с более широким частотным диапазоном (от 9 кГц до 6.5 ГГц), расширенным динамическим диапазоном и более высокой точностью определения параметра S_{11} на частоте до 1 МГц и Smart SMD Tester MS8910 с погрешностью измерения омического сопротивления 1% и 2.5% для измерения емкости.

Определенные приборами S5048 и MS8910 величины электрического сопротивления резисторов и емкости конденсаторов показали повышенное, но допускаемое расхождение порядка 1 пФ измеренных значений емкости конденсатора с номиналом 10 пФ, объясняемое различием краевой емкости присоединительных аксессуаров. При измерении конденсаторов с большой емкостью это различие находится в пределах погрешности измерения, что и наблюдается при определении емкости конденсатора с номиналами 47 и 1770 пФ (табл. 1).

Расхождение результатов измерений характеристик электронных компонент не превысило 2% за исключением сопротивления резистора номиналом 1.5 Ом и конденсатора КДУ 10 пФ, величины которых для MS8910 находятся в самом начале диапазона измеряемой величины. Расхождение результатов измерений ВАЦ S5048 с обозначен-

Таблица 2. Эффективная емкость и тангенс угла потерь на частотах диапазона от 9 кГц до 1.92 ГГц для ячейки с образцом KBr, определенные различными методиками

Частота, МГц	Стандартная калибровка				С имитатором образца	
	S5065		S5048		S5048	
	$C_{эфф}$, пФ	$tg\delta_\epsilon$	$C_{эфф}$, пФ	$tg\delta_\epsilon$	$C_{имм}$, пФ	$tg\delta_{и}$
0.02	24.3	0.85	–36000	1.74	–1100	7.54
0.05	12.6	0.042	–520	0.70	117.0	5.27
0.07	10.0	0.00110	–250	0.46	21.2	0.80
0.1	9.18	0.027	–110	0.27	9.31	0.81
0.2	6.94	0.045	–18	0.172	3.31	0.37
0.5	6.12	0.021	3.77	0.63	1.70	0.34
0.7	5.91	0.0038	3.95	0.24	1.78	0.47
1.0	5.71	0.0031	4.87	0.126	1.43	0.39
2.0	5.61	0.00120	2.52	0.0139	1.51	0.027
5.0	5.54	0.0085	5.59	0.025	1.65	0.00129
7.0	5.54	0.0089	5.61	0.0065	1.73	0.0057
10.0	5.56	0.0112	5.57	0.0076	1.69	0.0188
20.0	5.57	0.00015	5.57	0.0076	1.73	0.0079
50.0	5.56	0.00114	5.56	0.0022	1.73	0.00131
70.0	5.57	0.00094	5.57	0.0034	1.74	0.00066
100	5.59	0.00118	5.60	0.00114	1.74	0.00166
300	6.13	0.0097	6.13	0.0094	1.75	0.00065
600	9.32	0.054	9.29	0.5064	1.78	0.0044
880	151.0	2.55	145.0	2.28	1.82	0.0165
1000	–	–	–	–	1.85	0.033
1100	–	–	–	–	1.90	0.047
1200	–	–	–	–	1.95	0.053
1500	–	–	–	–	2.1	0.057
1700	–	–	–	–	2.3	0.058
1800	–	–	–	–	2.4	0.058
1920	–	–	–	–	2.5	0.057

ными номиналами этого резистора и конденсатора не превысило 3%.

Далее, в качестве исследуемого объекта был выбран искусственно созданный нами конденсатор, образованный таблеткой KBr, помещенной в измерительную ячейку. Данный материал хорошо формуется, характеризуется отсутствием дисперсии диэлектрической проницаемости в рассматриваемой частотной области и известным ее табличным значением. Таблетка KBr в форме диска диаметром 6.00 мм и толщиной 1.50 мм, изготовленная прессованием, помещалась в измерительную ячейку (рис. 1), которая подключалась к коаксиальному порту прибора. Измерения проводились как сразу после OSM-калибровки со стандартными коаксиальными нагрузками, так и после дополнительной калибровки ячейки.

Широкополосная спектроскопия образца KBr в диапазоне частот от 9 кГц до 1.92 ГГц показала, что достоверные результаты измерений оказались в гораздо более узком диапазоне частот, что видно из табл. 2, данные которой частично представлены графически на рис. 3, где кривые 1 и 2 соответствуют измерениям приборами S5065 и S5048 только с OSM-калибровкой (без калибровки ячейки), а кривая 3 – с дополнительной калибровкой ячейки.

Рассмотрим частотные зависимости полученных емкостей без учета дополнительной калибровки ячейки. Сравнение результатов измерений емкости измерительной ячейки с образцом KBr, равной 5.56 пФ, с использованием приборов S5048 и S506 показывают, что при допустимой погрешности измерения 10% достоверные ре-

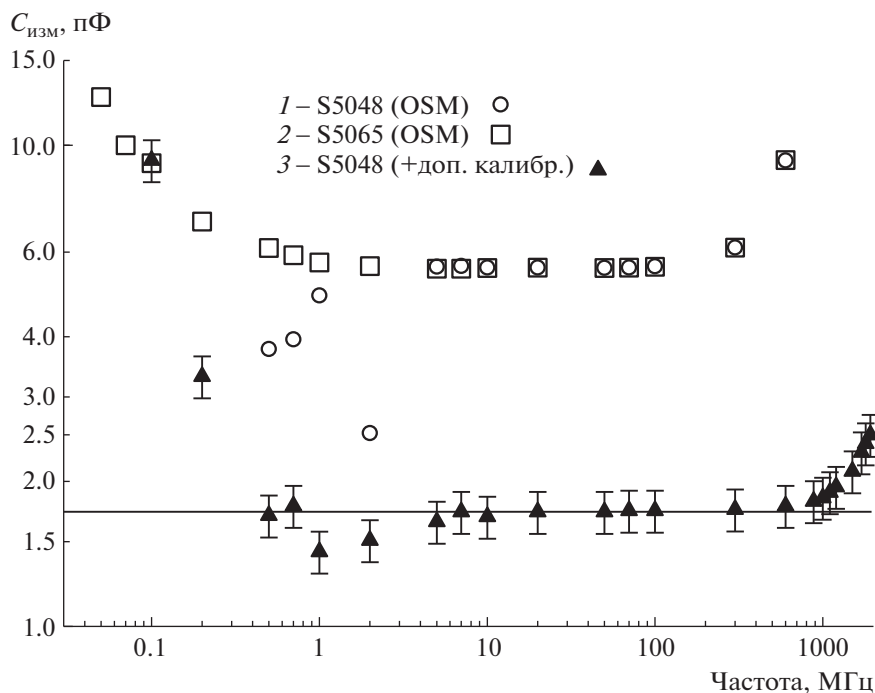


Рис. 3. Частотные зависимости измеренной емкости ячейки с образцом при различных режимах измерений: кривые 1, 2 — только OSM-калибровка, использованы приборы S5048 или S5065, кривая 3 — с дополнительной калибровкой ячейки; прямая линия соответствует величине емкости 1.73 пФ; указанная величина погрешности на кривой 3 составляет 10%.

результаты для измерений с прибором S5065 начинаются с частоты, примерно равной 0.5 МГц, а для измерений с прибором S5048 — с более высокой частоты (примерно 1.5 МГц). Это объясняется тем, что основная погрешность измерения S-параметров на этом приборе достигает допустимого значения на более высоких частотах. Из-за малых величин модулей S-параметров ячейки на низких частотах основным источником систематической погрешности является нехватка динамического диапазона прибора при измерениях S-параметров, приводящая к значительной ошибке определения фазы сигнала.

Расхождения результатов определения емкости становятся меньше 1% уже на частоте 5 МГц и снижаются почти до 0% в диапазоне от 10 МГц до 600 МГц. Но на высоких частотах происходит ограничение верхней рабочей частоты в соответствии с формулой (1). В нашем случае погрешность на частоте 300 МГц оказалась равной $\pm 10\%$, что определило верхнюю рабочую частоту использованной измерительной ячейки.

Правильный учет влияния ячейки и повышение верхней границы рабочей частоты до 1 ГГц могут быть достигнуты с помощью дополнительной калибровки с конструктивной реализацией режимов КЗ и ХХ, а также согласованной нагрузки, реализуемой резистивным элементом сопротивлением $R = 50$ Ом. В этом случае при дополнительной

калибровке исключаются емкость и индуктивность ячейки, а измеряемая емкость становится суммой только емкости образца и межэлектродной краевой емкости. Учет реактивных компонент ячейки позволяет расширить частотный диапазон измерений, что и продемонстрировано на примере измерений образца таблетки КВг. Из табл. 2 (рис. 3) можно определить диапазон частот, в пределах которого измеренную емкость можно считать независимой от частоты в пределах ошибки измерений. В определенном таким образом частотном диапазоне величина $C_{изм}$ равна 1.73 пФ, эту величину можно использовать и для дальнейшей обработки. Для наглядности величина емкости 1.73 пФ показана в виде частотно-независимой прямой линии. Для кривой 3 (рис. 3) указана также величина погрешности 10%, приемлемая для экспресс-анализа материалов. Из таблицы и рисунка следует, что допустимая погрешность $\pm 10\%$ наблюдается на частотах до 1100 МГц. Таким образом, верхняя граничная частота ячейки при использовании имитатора образца увеличивается с 300 МГц до 1100 МГц.

После определения емкости образца с краевой емкостью $C_{изм}$ в той же ячейке проводились измерения геометрической копии образца, изготовленной из фторпласта-4, и определялась краевая емкость, а затем по формуле (2) и искомая емкость образца $C_{обр}$, которая оказалась равной 0.80

пФ для определенного выше частотного диапазона. Далее по известной формуле емкости плоского конденсатора определялась величина диэлектрической проницаемости материала ϵ' , составившая 4.8, что близко к табулированному значению $\epsilon' = 4.9$. Таким образом, расхождение находится в пределах 2%.

Следует еще раз отметить, что измерение активных потерь в материале требует точного соответствия геометрии образца форме измерительной ячейки, и это требование ужесточается с ростом частоты, что объясняется необходимостью правильного формирования токопроводящих путей и большим влиянием дефектов геометрии из-за возбуждения высших типов волн и нарушения модели плоского конденсатора. Поэтому измерение активной проводимости следует считать качественным и, соответственно, допустимым отклонением оценки электропроводности от эталонных значений до нескольких десятков процентов при использовании экспресс-анализа на базе прибора S5048.

С другой стороны, результаты сравнительных измерений емкости ячейки с исследуемым образцом показывают, что расхождение не превышает нескольких процентов, что является достаточным даже для диэлектрических измерений. При этом высокая разрешающая способность прибора S5048 обеспечивает высокую чувствительность к изменениям диэлектрической проницаемости.

3. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

На основании метрологических исследований с помощью приборов, имеющих различные физические принципы измерения емкости и электрического сопротивления, предложен экспресс-метод определения диэлектрической проницаемости и качественной оценки диэлектрических

потерь (включая потери на электропроводность) на базе векторного анализатора цепей S5048, дооборудованного специальной измерительной ячейкой. Метод обеспечивает допустимую для экспресс-анализа погрешность измерения (единицы процентов) и высокую чувствительность к изменению емкости образца.

Применение автоматизированных векторных измерителей цепей с миниатюрными ячейками для образцов с максимальными размерами до 7 мм позволяет обеспечивать импедансную спектроскопию образцов в диапазоне частот от нескольких килогерц до нескольких сотен МГц, вплоть до 1 ГГц для образцов с постоянной диэлектрической проницаемостью до 10 или для других материалов с высокой частотной дисперсией, при которой на частотах в несколько сотен мегагерц диэлектрическая проницаемость становится менее 10.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Маркевич И.А., Селютин Г.Е., Дрокин Н.А., Беляев Б.А. // Журн. СФУ. Серия: Техника и технология. 2018. Т. 11. № 2. С. 190.
<https://doi.org/10.17516/1999-494X-0022>
2. Маркевич И.А., Дрокин Н.А., Селютин Г.Е. // ЖТФ. 2019. Т. 89. № 9. С. 1400.
<https://doi.org/10.21883/JTF.2019.09.48066.42>
3. Лепешев А.А., Павлов А.В., Дрокин Н.А. // Журн. СФУ. Серия: Техника и технология. 2019. Т. 12. № 3. С. 366.
<https://doi.org/10.17516/1999-494X-0144>
4. Милушенко В.А. Радиотехнические измерения в диапазоне высоких частот (ВЧ) и сверхвысоких частот (СВЧ) // Тезисы докладов всесоюзной науч.-техн. конференции, 12–14 сент. 1984. Новосибирск, 1984. С. 102.
5. Брандт А.А. Исследования диэлектриков на сверхвысоких частотах. Москва: Физматгиз, 1963. С. 186.