

# ПРИКЛАДНАЯ РАДИОФИЗИКА

УДК 621.372.413

## ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДА ДИЭЛЕКТРОМЕТРИИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОМПОНЕНТНОГО СОСТАВА СМЕСЕЙ СЫПУЧИХ ВЕЩЕСТВ

Е. В. Кривенко, А. Я. Кириченко, В. И. Луценко

*Институт радиофизики и электроники им. А. Я. Усикова НАН Украины,  
12, ул. Ак. Проскуры, Харьков, 61085, Украина  
E-mail: lutsenko@ire.kharkov.ua*

Исследованы добротности собственных колебаний аксиально-слоистой структуры, состоящей из слоя смеси портландцемента с песком, расположенного параллельно торцевой поверхности частично экранированного полудискового диэлектрического резонатора. Установлено, что внесение в поле резонатора параллельно его боковой поверхности исследуемого образца приводит к изменению собственных частот резонатора и его добротности тем больше, чем выше значения действительной и мнимой частей диэлектрической проницаемости исследуемого материала. Исследовано влияние компонентного состава диэлектрика, прицельного расстояния на частоту и добротность резонанса. Получены зависимости изменения частоты и крутизны электронной перестройки автогенератора на основе диода Ганна, стабилизированного аксиально-слоистой структурой от компонентного состава и влажности диэлектрика. Ил. 6. Библиогр.: 11 назв.

**Ключевые слова:** диэлектрическая постоянная, квазиоптический диэлектрический резонатор, автогенератор.

Измерение комплексной диэлектрической проницаемости веществ в резонаторных методах основывается на регистрации изменений собственной частоты резонатора и его добротности [1,2]. При измерениях диэлектрической проницаемости сильно поглощающих сред заполнение резонатора исследуемой средой осуществляется частично [3]. Используемые для диэлектрометрических исследований сред резонаторы должны обладать высокой добротностью и стабильностью частотных характеристик. В связи с этим в последнее время достаточно широко используют для этих целей квазиоптические диэлектрические резонаторы [4-6]. По изменению разности собственных частот генераторов, стабилизированных резонаторами с эталонной и измерительной средами, определяют значение действительной части диэлектрической проницаемости. Для измерения мнимой части диэлектрической проницаемости используют изменение уровня сигнала, прошедшего через резонатор, частично заполненный исследуемой средой, либо изменение его добротности, которое оценивается по ширине полосы пропускания [3]. Использование амплитудных методов измерения с присущими им недостатками обуславливают низкие точности оценки мнимой части диэлектрической проницаемости. Поэтому в работах [7-9] была предложена возможность измерения действительной части диэлектрической проницаемости исследуемой среды по изменению частоты генерации, а мнимой части диэлектрической проницаемости - по изменению крутизны электронной перестройки автогенератора, которая возникает из-за потерь, вносимых исследуемой средой на добротность стабилизирующего резонатора. В

качестве измерительной ячейки использовался полудисковый резонатор с капилляром малого диаметра, заполняемым исследуемой средой. Подход, основанный на использовании резонаторов с неоднородностью в виде капилляра, весьма продуктивен для построения измерителей диэлектрической проницаемости сред с большими потерями. Для сред, обладающих малыми значениями тангенса угла потерь, малые коэффициенты заполнения резонатора исследуемой средой приводят к низкой точности измерения. Попыткой обойти этот недостаток было использование для измерения характеристик диэлектриков с малыми потерями, аксиального расположения относительно резонатора исследуемого образца диэлектрика. При этом измерительная ячейка представляет собой аксиально-слоистую структуру [10]. Такая электродинамическая схема построения измерительной ячейки может быть полезна для измерения характеристик сыпучих диэлектриков. Среди сыпучих диэлектриков особое место занимает портландцемент, который является основой изготовления широкого класса строительных материалов, являясь связующим элементом для различного рода наполнителей (песка, керамзита, металлической арматуры, кирпича и т. п.). Портландцемент представляет собой порошок серовато-зеленого цвета, насыпная плотность которого в зависимости от степени уплотнения – 900-1600 кг/м<sup>3</sup>, а размер зерен составляет от 10 до 100 нм. Таким образом, портландцемент относится к группе наноматериалов. Установлено, что уменьшение размера зерен приводит к возрастанию его качества (марки) и повышению прочностных характеристик. В связи с этим представляет интерес исследование гидратационных

свойств материалов на его основе. Одним из возможных способов исследования является применение методов диэлектromетрии.

**1. Методика и результаты измерений.**

Объектом исследования были диэлектрические характеристики сыпучих диэлектриков, составленные из смеси цемента и песка в различных пропорциях, и их гидратационные свойства. Для их изучения использовался автогенератор на основе диода Ганна, стабилизированный аксиально-слоистой структурой, представляющей расположенный на металлическом зеркале частично экранированный квазиоптический полудисковый резонатор (ЧЭКДР), параллельно открытой торцевой поверхности которого на некотором расстоянии от него располагался слой исследуемого диэлектрика в кювете из пенопласта. Резонатор был выполнен из фторопласта и представлял собой полудиск диаметром 39 мм, шириной около 7,2 мм. Его боковая криволинейная поверхность и одна из плоских торцевых стенок были экранированы металлом.

Резонатор через диафрагму связи был связан с камерой генератора Ганна. Эксперименты проводились при возбуждении в резонаторе *EH*-колебаний. Под возбуждением *HE*-колебаний будем полагать случаи, когда щель параллельна, а *EH* - колебаний, когда она перпендикулярна радиусу полудиска. В ходе эксперимента при помощи частотомера измерялись изменения частоты генерации и крутизны электронной перестройки в зависимости от процентного соотношения смеси диэлектрика, в качестве которого в данной работе выступала смесь песка и портландцемента.

Наполнение кюветы производилось одинаковым количеством исследуемого диэлектрика со средним его уплотнением. Для этого составлялась смесь с заданным процентным содержанием цемента (весовым) и пробой фиксированного веса путем уплотнения заполнялась кювета, используемая в исследовании.

Предварительно была исследована возможность использования аксиально-слоистой структуры для исследования диэлектрических характеристик сыпучих диэлектриков. Исследовано влияние прицельного расстояния между слоем смеси и резонатором на коэффициент отражения и добротность при возбуждении колебаний типа «шепчущая галерея» на *EH* - поляризации, в диапазоне частот 27-37 ГГц с использованием панорамного измерителя коэффициента стоячей волны.

На рис. 1, 2 показано влияние прицельного параметра на коэффициент отражения (получен путем пересчета коэффициента стоячей волны), а также на добротность резонатора, в поле которого вносился исследуемый материал. Анализ приведенных данных позволяет выделить рабочий диапазон прицельных расстояний, в котором внесение

исследуемого образца существенно влияет на добротность резонатора и глубину резонансного провала. Размещая образец на таких прицельных расстояниях, можно ожидать, что его состав будет влиять на характеристики резонанса.

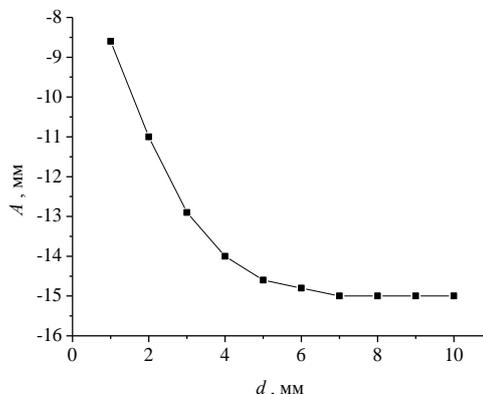


Рис. 1. Глубина резонансного провала в зависимости от прицельного расстояния слоя цемента до резонатора

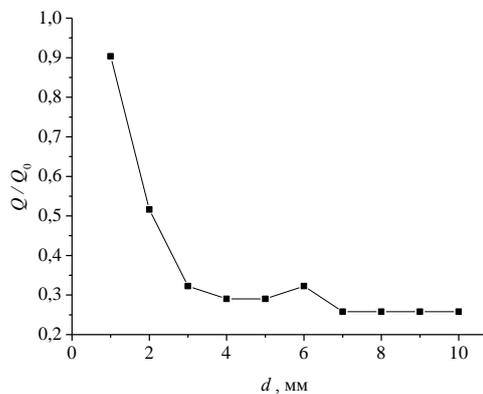


Рис. 2. Влияние прицельного расстояния слоя цемента до резонатора на добротность

При больших значениях прицельного параметра измерительная ячейка будет слабо чувствительна к изменению диэлектрических характеристик исследуемой среды. В случае использования аксиально-слоистых структур в качестве измерительной ячейки сыпучих диэлектриков типа цемента и песка прицельное расстояние, как следует из рис. 1, 2, целесообразно выбирать в пределах 1-3 мм.

Далее была исследована возможность использования предлагаемой ячейки в качестве стабилизирующего контура автогенератора на диоде Ганна. Ячейка заполнялась смесью цемента и песка в различных пропорциях. Измерялись собственная частота и крутизна электронной перестройки

С увеличением процентного соотношения цемента крутизна электронной перестройки фактически не изменяется, что говорит о приблизительно одинаковых потерях, а значит и значениях тангенса угла потерь для этих веществ.

На рис. 3 показано поведение собственной частоты от процентного соотношения цемента в смеси для нескольких серий опытов. Отмеча-

ется монотонное возрастание частоты с ростом содержания цемента, которое характеризуется линейной регрессионной зависимостью, также показанной на этом рисунке. Это обстоятельство может использоваться для методов экспресс анализа строительных материалов на основе цемента. Разброс экспериментальных точек характеризует ошибку измерения концентрации смеси. Ее среднеквадратичное значение не превышает 4%. Среднеквадратическая ошибка, полученная при аппроксимации линейным уравнением регрессии  $\sigma_{\Delta f} = 1,29$  МГц, коэффициент корреляции  $R=0,97$ . Ошибка оценки концентрации определяется из выражения

$$\Delta C\% = \sigma_{\Delta f} \left( \frac{d(\Delta f)}{dC} \right)^{-1}, \quad (1)$$

в котором  $\left( \frac{d(\Delta f)}{dC} \right)$  - характеризует концентрационную зависимость и составляет около 0,17 МГц/%. Это означает, что ошибка измерения концентрации составляет менее 8%.

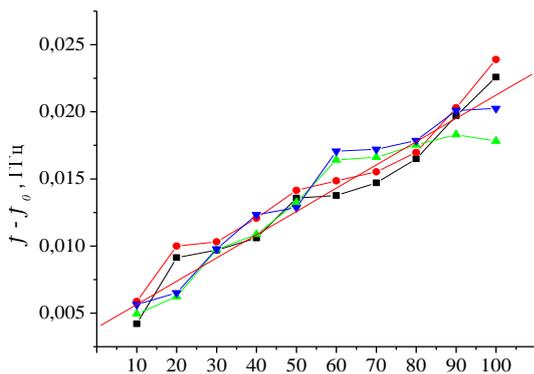


Рис. 3. Изменения собственной частоты от процентного соотношения цемента в смеси

На следующем этапе проведения измерений исследовалось влияние влажности на диэлектрические характеристики смеси. При взаимодействии портландцемента с водой происходит образование новых гидратных соединений, обуславливающих схватывание и твердение цементного теста, растворной или бетонной смеси. На этом явлении и основано использование цемента как вяжущего материала. И именно с гидратационными свойствами смесей, динамикой их изменения во времени и связываются получаемые прочностные свойства материалов. На рис. 4-6 представлены графики зависимости частоты, крутизны электронной перестройки и мощности генерации от изменения влажности смеси при различных процентных содержаниях цемента. Видно, что возрастание влажности смеси приводит к увеличению частоты генерации (рис. 4), причем для всех смесей с различным содержанием цемента. Наиболее резкие изменения частоты на-

блюдаются в начальный период увлажнения. Такое поведение частоты аномально, поскольку вода обладает большей диэлектрической проницаемостью, чем цемент и песок. Аналогично поведение и крутизны электронной перестройки стабилизированной ячейкой генератора. Как было показано в работах [10, 11], возрастание потерь, вносимых измерительной средой в резонатор, приводит к увеличению крутизны его электронной перестройки и может использоваться для оценки мнимой части диэлектрической проницаемости. Вопреки ожидаемому эффекту - возрастанию крутизны электронной перестройки (из - за более высоких потерь в воде при возрастании влажности), начиная с некоторых влажностей (более 7%), наблюдался обратный эффект - снижение крутизны электронной перестройки (рис. 5), что свидетельствует об уменьшении тангенса угла потерь в увлажненной смеси. Это же обстоятельство подтверждается и рис. 6, на котором изображено изменение мощности генерации.

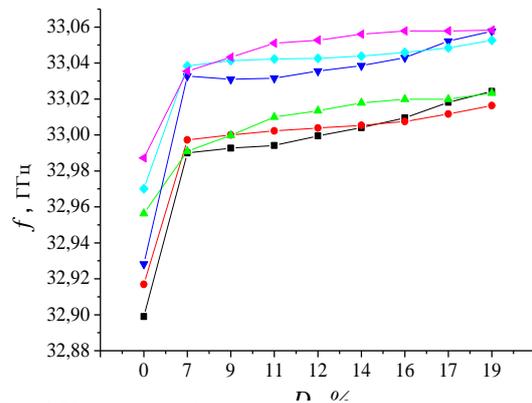


Рис. 4. Изменения собственной частоты в смесях цемент-песок с различным процентным соотношением в зависимости от влажности: -■- - 20% (4V); -●- - 30% (4V); -▲- - 60% (4V); -▼- - 20% (3,69V); -◆- - 30% (3,69V); -◀- - 60% (3,69V)

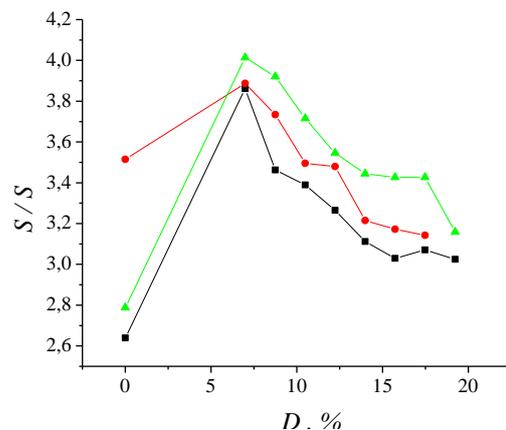


Рис. 5. Изменение крутизны электронной перестройки процентных соотношений смесей от влажности: -■- - 20%; -●- - 50%; -▲- - 60%

Видно, что возрастание влажности приводит к увеличению мощности, что связано со снижением потерь в среде. Вместе с тем на на-

чальном участке увлажнения происходит увеличение крутизны электронной перестройки и падение мощности генерации, т. е. поведение этих характеристик соответствует ожидаемому и определяется большими, чем для цемента и песка потерями, которые вносит вода.

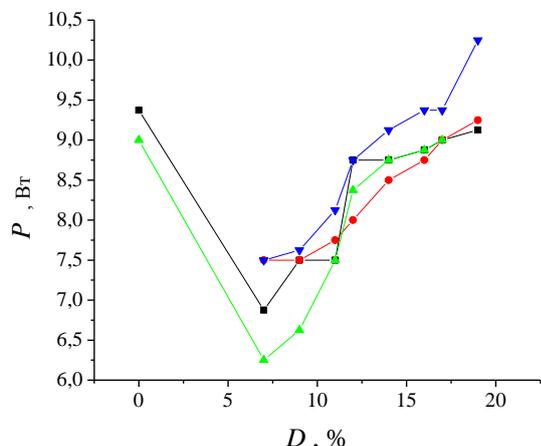


Рис. 6. Изменение мощности генерации от влажности: ■ - 20%; ● - 30%; ▲ - 50%; ▼ - 60%.

При увлажнении смеси в измерительной кювете свыше 7% наблюдается возрастание мощности генерации. Возможно, это связано с тем, что увлажнение сыпучей смеси, приводящее к слипанию отдельных ее компонентов, приводит к тому, что она становится более монолитной и "выталкивает" поле HE - волны в воздух, что и проявляется в снижении потерь в среде, поскольку поле в ней мало.

**Выводы.** Проведенные исследования показали возможность использования ячейки в виде аксиально расположенной относительно резонатора кюветы с сыпучим материалом для измерения диэлектрических характеристик цементных смесей (процентного содержания и степени увлажнения).

Обнаружен эффект аномального поведения частоты, мощности и крутизны электронной перестройки генератора, стабилизированного измерительной ячейкой в виде аксиально-слоистой структуры при увлажнении свыше 7% смеси цемента с песком.

Установлен диапазон оптимальных с точки зрения чувствительности измерительной ячейки прицельных расстояний (от 1 до 3 мм). При этом чувствительность к изменениям процентного содержания цемента в смеси составляет примерно 0,2 МГц на 1% (относительное изменение частоты  $6 \cdot 10^{-6}1\%$ ), а влаги -1,6 МГц на 1% (относительное изменение  $5 \cdot 10^{-5}1\%$ ) при влажностях более 7%.

Чувствительность изменения крутизны электронной перестройки составляет примерно -8% на 1% концентрации воды (для влажностей более 7%).

Измерение столь малых изменений собственной частоты измерительной ячейки возмож-

но путем использования ее в качестве элемента стабилизации частоты генератора по изменениям его частоты и крутизны генерации.

1. Брандт А. А. Исследование диэлектриков на сверхвысоких частотах. - М.: ГИФМЛ. - 1963. - 403 с.
2. Бин Б. Р., Даттон Е. Дж. Радиометеорология. - Л.: Гидромет. изд-во. - 1979. - 362 с.
3. Николов О. Т., Жилкова Т. А. Измерение комплексной диэлектрической проницаемости жидких диэлектриков с большими потерями // Журн. физ. химии. - 1991. - 65, №5. - С.1312-1316.
4. Потапов А. А. Температурно-диэлектрическая спектроскопия растворов // Приборы и техн. эксперимента. - №5. - 1993. - С.170-177.
5. Козут А. Е., Кутузов В. В., Харьковская А. А., Харьковский С. Н. Возбуждение колебаний типа шепчущей галереи в квазиоптических метало-диэлектрических резонаторах через щель связи // Радиофизика и электроника. - Харьков: Ин-т радиофизики и электрон. НАН Украины. - 1997. - 2, №1. - С.31-34.
6. Егоров В. Н., Мальцева И. Н. Азимутальные колебания в анизотропном диэлектрическом резонаторе // Электронная техника. Сер. Электроника СВЧ. - 1984. - Вып.2 (362). - С.37-42.
7. Кириченко А. Я., Кривенко Е. В., Луценко В. И. Оценка диэлектрических характеристик поглощающих сред по частоте и крутизне электронной перестройки автогенератора на основе диода Ганна, стабилизированного квазиоптическим диэлектрическим резонатором / 15-я Международ. Крым. Микроволновая конф. / КрыМиКо-2005: Тез. докл. - Севастополь. - С.795-796.
8. Кириченко А. Я., Кривенко Е. В., Луценко В. И. Определение диэлектрических характеристик поглощающих сред по частоте и крутизне электронной перестройки автогенератора на основе диода Ганна, стабилизированного квазиоптическим диэлектрическим резонатором // 2-й Международ. радиоэлектронный форум МРФ-2005, Международ. конф. «СВЧ и оптоэлектроника», 19-23 сентября 2005, Харьковский нац. ун-т. - 2005. - 5. - С. V-89-V-92.
9. Stuart O. Nelson Density - permittivity relationships for powdered and granular materials // IEE Transactions on instrumentation and measurement. - 2005. - 54, №5. - P.2003-2040.
10. Кириченко А. Я., Луценко В. И., Кривенко Е. В. Автогенератор, стабилизированный аксиально-слоистым квазиоптическим диэлектрическим резонатором, как ячейка диэлектromетра // Радиофизика и электроника. - Харьков: Ин-т радиофизики и электрон. НАН Украины. - 2006. - 11, №1. - С.149-152.
11. Кириченко А. Я., Луценко В. И., Кривенко Е. В. Определение диэлектрических характеристик поглощающих сред по частоте и крутизне электронной перестройки автогенератора на основе диода Ганна, стабилизированного квазиоптическим диэлектрическим резонатором // Радиоэлектроника. - 2006. - №12. - С.58-69.

#### DETERMINATION OF COMPOSITION BLEND OF LOOSE SUBSTANCE WITH USE OF THE DIELECTROMETRIC METHOD

E. V. Krivenko, A. Ya. Kirichenko,  
V. I. Lutsenko

The Q-factors of characteristic oscillations of axial-flaky structure that consist of dielectric layer is parallel to faceplate of partially shielded half-disk dielectric resonators are investigated. We ascertained that bringing into the resonator field parallel to its lateral face at some aiming distance of dielectric example leads to resonator eigenfrequencies and Q-factor changing the more, the higher the real and imaginary parts of investigated material permittivity. Influence of dielectric component composition, its thickness and aiming distance on resonance frequency and Q-factor is investigated. The dependences of frequency and electronic tuning steep-

ness of self-excited oscillator on basis of Gunn diode stabilized of axially flaky structure on dielectric component composition and moisture are obtained.

**Key words:** permittivity, quasi-optical dielectric resonator, self-excited oscillator.

ВИКОРИСТАННЯ МЕТОДУ  
ДИЕЛЕКТРОМЕТРІЇ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ  
КОМПОНЕНТНОГО СКЛАДУ СУМІШІВ  
СИПУЧИХ РЕЧОВИН

О. В. Кривенко, О. Я. Кириченко, В. І. Луценко

Досліджено добротності власних коливань аксиально-шаруватої структури, що складається із шару суміші портландцементу та піску, розташованого паралельно торцевій поверхні частково екранованого напівдискового

діелектричного резонатора. Встановлено, що внесення в поле резонатора паралельно його бічної поверхні досліджуваного зразка приводить до зміни власних частот резонатора і його добротності тим більше, чим вище значення дійсної і уявної частин діелектричної проникності досліджуваного матеріалу. Досліджено вплив компонентного складу діелектрика, прицільної відстані на частоту і добротність резонансу. Отримано залежності зміни частоти і кругості електронної перебудови автогенератора на основі діода Ганна, стабілізованого аксиально-шаруватою структурою від компонентного складу і вологості, діелектрика. Ключові слова: діелектрична постійна, квазіоптичний діелектричний резонатор, автогенератор.

**Ключові слова:** діелектрична постійна, квазіоптичний діелектричний резонатор, автогенератор.

*Рукопись поступила 6 февраля 2007 г.*