

УДК 621.317.335.3

СОСТОЯНИЕ И ПЕРСПЕКТИВЫ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ

В.Н. Егоров, В.Л. Масалов, Е.Ю. Токарева, О.О. Алтаев

*ВС филиал ФГУП «ВНИИФТРИ», Иркутск
office@niiftri.irk.ru*

Рассмотрено состояние высокоточных измерений диэлектрических параметров материалов, их метрологическое обеспечение, новые разработки, тенденции и перспективы в данном виде измерений.

Ключевые слова: диэлектрическая проницаемость, государственные первичные эталоны, совершенствование, методы воспроизведения единиц измерений, резонатор, образцы, резонансная зависимость, функция, стандартные образцы ГСССД.

STATE AND PROSPECTS OF DIELECTRIC MEASUREMENTS

V.N. Egorov, V.L. Masalov, E.Yu. Tokareva, O.O. Altaev

*ES branch of FSUE "VNIIFTRI", Irkutsk
office@niiftri.irk.ru*

The state of high-precision measurements of the dielectric parameters of materials, their metrological assurance, new developments, trends and prospects in this type of measurement are considered.

Key words: dielectric permittivity, state primary standards, improvement, methods of reproducing units of measurement, resonator, samples, resonance dependence, function, standard samples of GSSSD.

Одной из важнейших физических величин, характеризующих взаимодействие вещества с электромагнитным полем, является комплексная диэлектрическая проницаемость $\varepsilon = \varepsilon' - j\varepsilon''$. Для многих применений необходимы высокоточные данные по диэлектрическим параметрам материалов в широком частотном диапазоне от инфранизкочастотного до терагерцового. На практике обычно измеряют и применяют относительную диэлектрическую проницаемость $\varepsilon = \varepsilon'$ и тангенс угла диэлектрических потерь $\operatorname{tg}\delta = \varepsilon'' / \varepsilon'$.

Средства измерений (СИ) диэлектрических параметров охватывают широкий спектр частот — от 10^{-5} до 10^{11} Гц. Парк СИ продолжает расти в связи с освоением диапазона миллиметровых волн для доступа в Интернет, беспроводных телекоммуникационных сетей, систем ближней радиолокации, автомобильных систем предупреждения столкновения и медицинского применения.

1. Общая характеристика государственных эталонов ГЭТ 121-2015 и ГЭТ 110-2012

В течение последних лет в Восточно-Сибирском филиале ФГУП «ВНИИФТРИ» проведены работы по совершенствованию государственных первичных эталонов в данной области. В настоящее время в филиале действуют государственные первичные эталоны единиц комплексной диэлектрической проницаемости в диапазонах частот $10\text{--}10^7$ Гц (ГЭТ 121-2015) и $1\text{--}178,4$ ГГц (ГЭТ 110-2012). Их совершенствование было направлено на расширение функциональных возможностей, диапазона частот и измеряемых величин в соответствии с приоритетными направлениями науки, техники и критическими технологиями. Диапазоны измеряемых значений ϵ' от 1,2 до 500, значений $\text{tg}\delta = \epsilon'' / \epsilon'$ от 10^{-8} до 10^{-2} . В эталонах используются совместимые со стандартами ГОСТ 27496.2-87, ГОСТ Р 8.623-2015, ИЕС 61388-1-3, ИЕС 62562-2010, ИЕС 60377-2 методы диэлектрических измерений и типоразмеры измеряемых образцов, а также оригинальные методы и установки, обеспечивающие наибольшую экономическую и метрологическую эффективность [1–3]. Метрологические характеристики эталонов не уступают зарубежным аналогам. Расширенная относительная неопределённость ГЭТ 110-2012 по ϵ составляет $2 \cdot 10^{-4} - 5 \cdot 10^{-3}$ и $3 \cdot 10^{-2} - 3 \cdot 10^{-1}$ по $\text{tg}\delta$. По диапазону воспроизводимых эталоном значений $\text{tg}\delta$ в области сверхмалых значений (10^{-8}) эталон не имеет аналогов. Более полно характеристики ГЭТ 110-2012, ГЭТ 121-2015 приведены в работах [1–2]. Принятые в эталонах технические решения и методы воспроизведения единицы комплексной диэлектрической проницаемости полностью соответствуют задаче обеспечения единства измерений на частотах от 10 Гц до 178,4 ГГц на современном уровне точности для наиболее распространённых типоразмеров образцов.

2. Методы измерений и типоразмеры применяемых образцов

В основу воспроизведения единиц ϵ , $\text{tg}\delta$ положены методы как известные, ставшие уже классическими, так и вновь разработанные или усовершенствованные. В диапазоне СВЧ наиболее точными являются резонансные методы [4]. Диэлектрическая проницаемость образца (меры) ϵ_1 в резонансных методах в общем случае находится в результате решения трансцендентного уравнения, зависящего от геометрических размеров D , L , t резонатора и меры, резонансной частоты резонатора с образцом f_{ϵ} , диэлектрической проницаемости окружающего воздуха ϵ_2 .

Общее соотношение между собственными добротностями резонатора без образца Q_{00} и с образцом $Q_{0\epsilon}$ и тангенсом угла диэлектрических потерь $\text{tg}\delta$ содержит также коэффициент заполнения резонатора измеряемым образцом (относительную долю электрической энергии колебания в измеряемом об-

разце $K_{1E} = W_{1E} / W_{\Sigma}$, где W_{1E} , W_{Σ} — электрическая энергия в измеряемом образце и полная энергия резонатора соответственно) и коэффициент изменения омических потерь в металлических стенках резонатора η после помещения образца в резонатор. Конкретные виды уравнений и выражений для параметров K_{1E} , η , зависят от применяемого метода и резонатора [4]. В наиболее точном методе измерения $\text{tg}\delta$ с помощью открытого диэлектрического резонатора добротность практически полностью определяется величиной $\text{tg}\delta$ исследуемого образца.

Основным типоразмером измеряемых на эталонах образцов диэлектриков являются диски диаметром 50 мм различной толщины. Данный типоразмер широко распространён на предприятиях и позволяет проводить измерения ϵ , $\text{tg}\delta$ в одном и том же образце в диапазоне частот от 10 Гц до 178,4 ГГц и выше. Возможно измерение листовых образцов, подложек 48×60 мм, цилиндров с различными D/L и стержней длиной 50 мм и более, а также анизотропных диэлектриков.

Точность измерения ϵ , $\text{tg}\delta$ резонансными методами зависит от точности определения резонансной частоты f_0 , f_{ϵ} и собственной добротности Q_{00} , $Q_{0\epsilon}$ резонатора без образца и с образцом соответственно. Экспериментальная резонансная зависимость обычно отличается от теоретической модели, что приводит к погрешностям в резонансной частоте и добротности при измерении. Для описания экспериментальных резонансных зависимостей, нахождения резонансной частоты и добротности в эталонах используется вся, оцифрованная в 1500–5000 точках резонансная кривая в виде двумерного числового массива с её аппроксимацией обобщённой резонансной функцией [5–6], что позволяет повысить точность.

3. Разработка нормативно-технических документов и поверочных схем

Разработана и введена в действие Государственная поверочная схема для средств измерений диэлектрических параметров ГОСТ Р 8.711-2013 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений комплексной диэлектрической проницаемости в диапазоне частот от 1 до 178,4 ГГц». В связи с изменением порядка разработки и утверждения поверочных схем подготовлен и направлен на рассмотрение и утверждение комплект материалов «Государственная поверочная схема для средств измерения комплексной диэлектрической проницаемости в диапазоне частот от 10 Гц до 10 МГц».

Наиболее эффективным средством передачи единиц в данном виде измерений являются стандартные образцы (меры) диэлектрических параметров материалов. Их использование позволяет минимизировать транспортные затраты на обеспечение единства измерений до незначительного уровня. В настоящее время начаты работы по переводу СО диэлектриков в меры диэлектрических параметров.

Разработан и введён в действие ГОСТ Р 8.623-2015 «Относительная диэлектрическая проницаемость и тангенс угла диэлектрических потерь твёрдых диэлектриков. Методики измерений в диапазоне сверхвысоких частот». Данный стандарт введён взамен ГОСТ Р 8.623-2006, ГОСТ 8.544-86 и гармонизирован с международными стандартами, в частности ИЕС 60377, ИЕС 61338-1-3. Адаптирован международный стандарт МЭК 62562:2010, и утверждён ГОСТ Р МЭК 62562-2012.

4. Исследование и стандартизация диэлектрических свойств

Разработаны таблицы государственных стандартных справочных данных: ГСССД 192-01 «Оксид алюминия монокристаллический (лейкосапфир). Компоненты тензора относительной диэлектрической проницаемости в диапазоне температур 93...343 К», ГСССД 277-2011 «Кварц монокристаллический. Компоненты тензора относительной диэлектрической проницаемости в диапазоне температур 77...373 К», ГСССД 278-2011 «Гранат иттрий-алюминиевый. Относительная диэлектрическая проницаемость в диапазоне температур 77...373 К». С использованием ГЭТ исследована анизотропия $\text{tg}\delta$ в монокристаллах сапфира и кварца [7–8].

Подготовлены и направлены предложения по разработке ГСССД по высокотемпературным диэлектрическим свойствам наиболее распространённого эталонного материала — плавленного кварца до 1000 К.

5. Развитие методов измерения и решение измерительных задач предприятий

Филиалом проводятся работы по созданию измерительных резонаторов СВЧ диапазона, измерительных ячеек в НЧ диапазоне и установок для измерений диэлектрических параметров материалов в интервале температур от -60 до $+400$ °С по заказам высокотехнологичных предприятий (рис. 1–7). Для измерений на НЧ разработана ёмкостная ячейка ИЯ-2Т [8]. Разработаны щелевой резонатор для измерения диэлектрических параметров подложек и листовых материалов (рис. 1, 5), установка для измерения стержневых образцов (рис. 3). Для дисковых образцов стандартного диаметра 50 мм разработан $H_{\text{отр}}$ резонатор с двумя режимами работы: обычным и закритическим (рис. 2). Это позволило расширить частотный диапазон вниз до 1,5–2 ГГц для контроля диэлектрических параметров элементов в производстве аппаратуры «ГЛОНАСС».

Для измерений в дециметровом диапазоне разработан коаксиальный резонатор с уникальной для этого диапазона добротностью 7000 (рис. 7) [9]. В связи с миниатюризацией кабельных изделий, повышением их рабочих частот и расширением температурного диапазона условий эксплуатации находят применение плёночные диэлектрики из новых материалов. Для ис-

следования их свойств на СВЧ разработана измерительная установка диапазона 13–16 ГГц в интервале температур от -60 до $+70$ °С (рис. 4). Многолетнее сотрудничество филиала с ОКБ Кабельной промышленности (г. Мытищи) в области диэлектрических измерений материалов для радиочастотных кабелей направлено на создание и поддержание высокого уровня метрологического обеспечения главных технологических параметров в производстве кабельной продукции [10]. На ведущие высокотехнологичные предприятия России за последние 5 лет поставлено 18 комплектов средств измерений ϵ , $\text{tg}\delta$ и практически обновлена их измерительная и испытательная база в этом направлении.

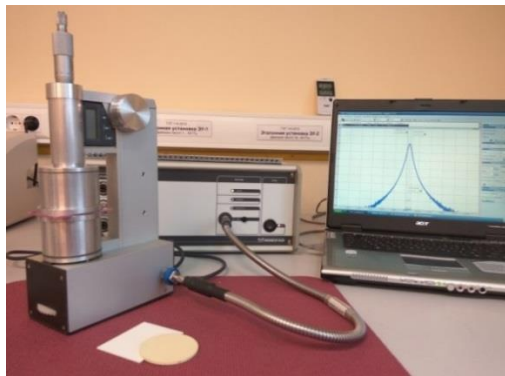


Рис. 1. Установка со щелевым резонатором 8–12 ГГц

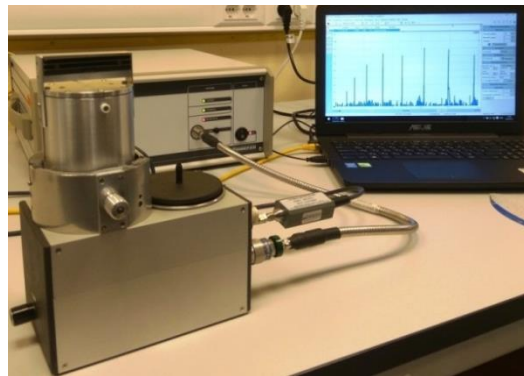


Рис. 2. Установка с резонатором для измерения дисковых образцов 2–12 ГГц

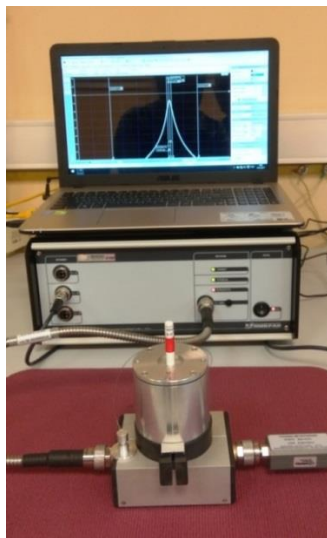


Рис. 3. Установка со стержневым резонатором 7–12 ГГц



Рис. 4. Криостат с резонатором 13–16 ГГц для плёнок при температуре от -60 до $+70$ °С



Рис. 5. Щелевой резонатор 23–35 ГГц

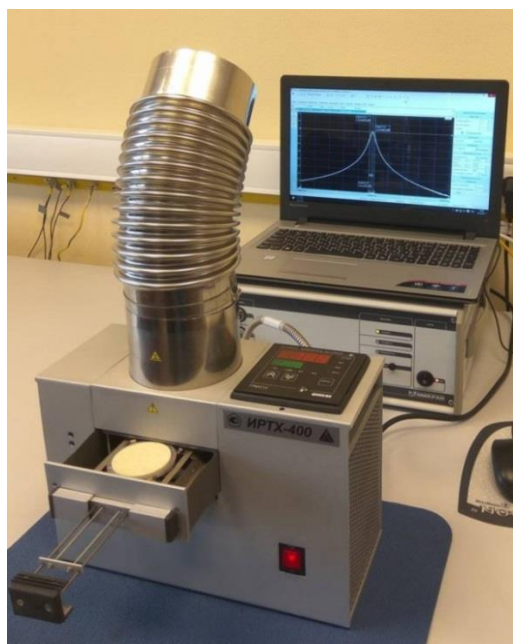


Рис. 6. Установка ИРТХ-400
(свидетельство об утверждении
типа СИ RU.E.34.002A № 68896,
регистрационный № 70238-18)

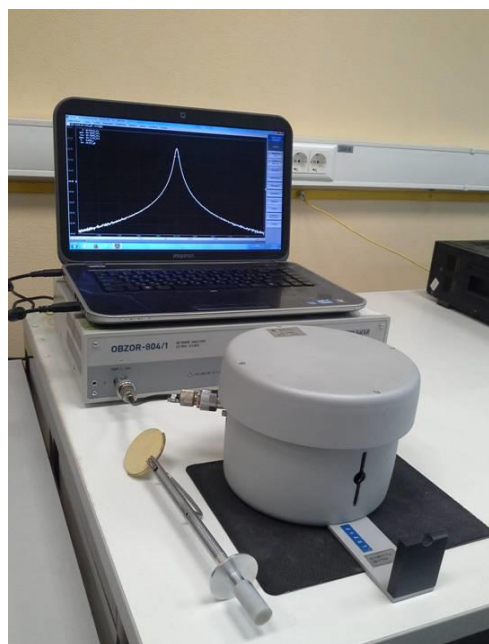


Рис. 7. Коаксиальный резонатор
дециметрового диапазона волн
(патент РФ № 2626746)

6. Высокотемпературные измерения и измерения поглощающих материалов

Разработана установка для измерения радиотехнических характеристик материалов ИРТХ-400 с нагревом образцов до 420 °С (рис. 6). Успешно проведены её испытания с целью утверждения типа СИ. Особенностью установки являются малые габариты, масса и потребляемая мощность (менее 300 Вт). В табл. 1 приведены результаты измерения температурных зависимостей материала ТСПК, полученные на установке ИРТХ-400.

Таблица 1

Температурные зависимости ϵ и $\text{tg}\delta$ материала ТСПК

$T, ^\circ\text{C}$	20	50	100	150	200	250	300	350	400	420
ϵ	3,10	3,11	3,13	3,17	3,23	3,32	3,43	3,55	3,68	3,72
$\text{tg}\delta \cdot 10^2$	0,92	0,80	0,49	0,45	0,44	0,40	0,39	0,37	0,31	0,28

По заказу одного из предприятий разработана установка для диэлектрических измерений при нагреве до 1800 °С [11]. Для потребностей филиала разработан экспериментальный образец установки для высокоточных изме-

рений при нагреве до 1200 °С. С целью повышения точности измеряемый образец имеет форму стержня и может вводиться в резонатор и выводиться из него в нагретом состоянии [12]. Аппаратурный состав ГЭТ 110-2012 позволяет проводить измерение параметров ϵ , μ поглощающих материалов при малых коэффициентах K_{1E} измерительного резонатора. Для измерения ϵ , μ необходимо не менее двух измерений на близких частотах f_1 и f_2 различных колебаний. В табл. 2 приведены результаты измерения комплексных параметров ϵ , μ ферроэпоксидного поглотителя.

Таблица 2

Результаты измерения параметров ферроэпоксида

f_1 , ГГц	f_2 , ГГц	ϵ	μ	$\text{tg}\delta_\epsilon$	$\text{tg}\delta_\mu$
9,04896	8,86228	9,581-j0,278	1,564-j0,651	0,029	0,416
9,04896	10,3669	9,627-j0,194	1,334-j0,743	0,020	0,575
10,7768	10,3669	9,471-j0,161	1,334-j0,744	0,017	0,557
10,7768	12,4700	9,466-j0,169	1,359-j0,734	0,018	0,540
13,0088	12,4700	9,406-j0,260	1,360-j0,734	0,028	0,539

7. Тенденции и перспективы

Основными тенденциями развития СИ диэлектрических измерений являются: расширение диапазонов измеряемых величин, частот и условий измерения. Происходит отказ от специализированных СИ и построение СИ на основе серийных отечественных радиоизмерительных приборов и первичных измерительных преобразователей (ИП) (ячеек, резонаторов). Это не снижает актуальности обеспечения единства измерений именно диэлектрических параметров, а не только связанных с ними других величин электромагнетизма. Получают распространение СИ на основе анализаторов цепей и мостов с ИП и встроенным программным обеспечением зарубежного производства. Их метрологическое обеспечение является отдельной задачей.

Наиболее перспективными и экономически целесообразными в настоящее время и в ближайшем будущем представляются следующие направления развития данных эталонов и обеспечения единства измерений параметров диэлектрических материалов.

1. Расширение температурного диапазона измерений в сторону высоких температур.
2. Исследование диэлектрических свойств перспективных материалов при высоких температурах, разработка высокотемпературных ГСССД и мер диэлектрических параметров.
3. Расширение диапазона измерения (воспроизведения) единицы тангенса угла диэлектрических потерь до 10^{-1} .

4. Расширение функциональных возможностей ГЭТ 110-2012 в сторону измерения (воспроизведения) электромагнитных параметров радиопоглощающих материалов (РПМ) путём введения в эталон измерительных установок с векторным анализатором цепей и методов измерений на основе линий передач и свободного пространства.
5. Расширение частотного диапазона ГЭТ 110-2012 до 325 ГГц и в область 0,1–1 ГГц на основе новых методов и расширение частотного диапазона ГЭТ 121-2015 до 100 МГц.

Принятые в эталонах ГЭТ 121 и ГЭТ 110 технические решения и методы воспроизведения единицы комплексной диэлектрической проницаемости имеют потенциал дальнейшего совершенствования и позволяют обеспечить единство измерений в соответствии с перспективными потребностями экономики.

Литература

1. Егоров В.Н., Кашенко М.В., Масалов В.Л., Токарева Е.Ю., Нонг Куок Куанг Государственный первичный эталон единиц комплексной диэлектрической проницаемости в диапазоне частот от 1 ГГц до 178,4 ГГц ГЭТ 110-2012 // *Измерительная техника*. 2014. № 1. С. 3–7.
2. Алтаев О.О., Егоров В.Н., Кашенко М.В., Масалов В.Л., Токарева Е.Ю. Государственный первичный эталон единиц комплексной диэлектрической проницаемости в диапазоне частот от 10 Гц до 10 МГц ГЭТ 121-2015 // *Измерительная техника*. 2017. № 1. С. 3–7.
3. Балаханов М.В., Уздин Р.И., Пругло В.И., Маневич В.З., Егоров В.Н. Радиотехнические эталоны для приоритетных научно-технических направлений и новейших технологий. Менделеево: ФГУП «ВНИИФТРИ», 2012. 119 с.
4. Егоров В.Н. Резонансные методы исследования диэлектриков на СВЧ (обзор) // *Приборы и техника эксперимента*. 2007. Т. 50. № 2. С. 5–38.
5. Егоров В.Н. Характеристики резонаторов сверхвысоких частот с нерезонансным просачиванием мощности // *Известия вузов. Радиофизика*. 2010. № 8. С. 493–503.
6. Егоров В.Н., Токарева Е.Ю. Повышение точности измерений резонансных характеристик // *Измерительная техника*. 2017. № 6. С. 20–25.
7. Егоров В.Н., Масалов В.Л., Ожогов И.Б. Анизотропия диэлектрических потерь в монокристаллах Al_2O_3 и SiO_2 // *Письма в ЖТФ*. 2009. Т. 35. № 23. С. 23–31.
8. Егоров В.Н., Кашенко М.В., Масалов В.Л., Токарева Е.Ю., Тарасов Н.С. Работы Восточно-Сибирского филиала ФГУП «ВНИИФТРИ» в области диэлектрических измерений // *Альманах современной метрологии*. 2014. № 1. С. 247–273.

9. Егоров В.Н., Зуев Я.О., Костромин В.В., Ле Куанг Туен, Романов Б.С. Измерение малых диэлектрических потерь полимерных материалов в дециметровом диапазоне волн // Кабели и провода. 2017. № 6 (368). С. 12–14.
10. Егоров В.Н., Зуев Я.О., Костромин В.В., Масалов В.Л., Романов Б.С., Токарева Е.Ю. Измерения диэлектрических параметров изоляции в производстве радиочастотных кабелей // Кабели и провода. 2018. № 2 (370). С. 20–29.
11. Егоров В.Н., Масалов В.Л., Кащенко М.В., Токарева Е.Ю. Установка для диэлектрических измерений на СВЧ при нагреве до 1800 °С // Изв. вузов. Физика. 2013. Т. 56. № 8/2. С. 347–349.
12. Егоров В.Н., Токарева Е.Ю. Метод H_{01P} -резонатора для измерения электромагнитных параметров стержней, трубок, порошков и жидкостей // Изв. вузов. Физика. 2013. Т. 56. № 8/2. С. 350–352.