Экспериментальные исследования диэлектрических свойств рудных минералов в микроволновом диапазоне

О.Н. Полякова¹, В.В. Тихонов², А.П. Мельников¹, Д.А. Боярский²

¹ Московский государственный педагогический университет, физический факультет, 119992, Москва, ГСП-2, ул. М. Пироговская 29 E-mails: <u>ariya78@mail.ru</u>, <u>map3@hotmail.ru</u> ² Институт космических исследований РАН 117997 Москва, Профсоюзная, 84/32 E-mail: <u>vtikhonov@asp.iki.rssi.ru</u>

В докладе рассмотрены методы определения диэлектрических характеристик рудных и нерудных минералов в микроволновом диапазоне длин волн. Исследования проводились с помощью субмиллиметрового спектрометра с использованием ламп обратной волны. В докладе представлены результаты измерений отражательной и пропускательной способности рудных и нерудных минералов, а также частотные зависимости комплексной диэлектрической проницаемости следующих минералов: магнетит, халькопирит, сфалерит, лабрадор в диапазоне частот от 77 до 300 ГГц.

Введение

Развитие методов многочастотного дистанционного зондирования открывает большие возможности для количественного определения характеристик исследуемой природной среды. Одним из объектов исследования методами дистанционного зондирования, включающими радиометрию, радиолокацию, диэлектрическую спектроскопию являются грунты, горные породы и почвы. Диэлектрические характеристики многих минералов, слагающих эти природные среды, изучены крайне слабо. Это создает проблему для практического применения методов дистанционного зондирования этих природных сред. Исследование диэлектрических свойств рудных минералов в микроволновом диапазоне является технически сложным, поэтому данные по значениям диэлектрической проницаемости таких минералов в литературе отсутствуют.

Экспериментальный стенд и методика измерений

Действительная и мнимая части комплексной диэлектрической проницаемости рудных минералов $\varepsilon = \varepsilon' + i\varepsilon''$ не поддаются прямым измерениям, а могут быть определены лишь по измеримым величинам (например, отражательной и пропускательной способности) путем привлечения соответствующей теории [1, 2].

Отражательная R(f) и пропускательная T(f) способность, плоскопараллельных образцов минералов в диапазоне частот $f = 77 - 300 \Gamma \Gamma \mu$, измерялась на стенде субмиллиметрового спектрометра. Спектрометр состоял из генераторного блока, приемного блока (оптико-акустический преобразователь (ОАП) и синхронный детектор), а также измерительного квазиоптического тракта, в котором формировалась плоская линейно поляризованная волна и осуществлялось ее взаимодействие с исследуемым образцом (рис. 1).



Рис. 1. Блок-схема спектрометра

Генераторный блок состоял из лампы обратной волны OB-30 (ЛОВ) с рабочим диапазоном частот 150–300 ГГц и источника высоко стабилизированного питания, а также генераторов РГ4-14 (диапазон частот 77–119 ГГц) и Г4-161 (диапазон частот 126–145 ГГц).

Квазиоптический тракт собирался из полых лучеводов с карболитовыми стенками, обеспечивающими одномодовое распространение электромагнитных волн за счет поглощения остальных типов волн в диэлектрике с потерями, делительной пластины из гетинакса, аттенюатора и волноводно-лучеводного перехода.

Приемный блок состоял из оптико-акустического преобразователя (ОАП), осуществляющего детектирование за счет воздействия на мембрану переменного давления газа при поглощении им модулированного излучения, и блока синхронного детектирования.

Схемы субмиллиметрового спектрометра для измерения пропускательной и отражательной способности представлены на рис. 2*a* и 2*б*.



Рис. 2. Схема субмиллиметрового спектрометра для измерения пропускательной (а) и отражательной (б) способности

Измерение пропускательной способности производилось следующим образом: сначала измерялась мощность электромагнитного излучения без образца P_1 , затем в измерительный тракт помещался исследуемый образец, и измерялась мощность излучения, прошедшая через образец P_2 (рис. 2*a*). Пропускательная способность T(f) определялась как:

$$T\left(f\right) = \frac{P_2}{P_1} \ . \tag{1}$$

В эксперименте удавалось измерять значения T(f) до 10^{-10} .

При определении отражательной способности измерялась мощность излучения, отраженная от зеркала P_3 , затем вместо зеркала в тракт помещался исследуемый образец, и измерялась мощность излучения отраженная от образца P_4 (рис. 26). Отражательная способность R(f) вычислялась по следующей формуле:

$$R(f) = \frac{P_4}{P_3} . \tag{2}$$

Для проведения лабораторных измерений были подготовлены образцы четырех минералов: магнетита (магнитный железняк Fe_3O_4), халькопирита (медный колчедан $CuFeS_2$), сфалерита (цинковая обманка ZnS) и лабрадора (черный лунный камень — изоморфная смесь альбита $Na[AlSi_3O_8]$ и анортита $Ca[Al_2Si_2O_8]$) [3, 4]. Первые три из них — рудные минералы, являются основной рудой при добыче железа, меди и цинка, соответственно. Лабрадор относится к классу силикатов, группе полевых шпатов, серии плагиоклазов. Он является ценным поделочным и облицовочным строительным материалом. Вследствие того, что в минерале присутствует большое количество металла, он должен поглощать электромагнитное излечение так же, как и рудные минералы. Образцы минералов были предоставлены компаниями ООО «ТЕХНОРОС» и ООО «РАДОС» (г. Красноярск). Средний размер всех образцов составлял 2×2×2 см. Необходимо отметить, что у исследуемых минералов, кристаллы таких размеров в природе практически не встречаются [3, 4]. Образцы не являлись мономинеральным кристаллом, а представляли собой сростки кристаллов одного минерала. Количество примесей, в основном нерудных минералов, у каждого образца не превышало 10 %.

В ходе эксперимента были получены частотные зависимости отражательной и пропускательной способности всех минералов. Пропускательная способность образцов во всем исследуемом диапазоне была меньше 0.1 и экспоненциально уменьшалась с увеличением частоты излучения. Отражательная способность имела ярко выраженную периодическую зависимость от частоты излучения, а ее средняя величина варьировалась от 0,04 у лабрадора, до 0,6 у магнетита. Результаты спектральных измерений отражательной и пропускательной способности одного из этих минералов (сфалерита) представлены на рис. 3.



Рис. 3. Частотная зависимость отражательной (а) и пропускательной (б) способности сфалерита

Постановка и решение задачи

Для определения ε' и ε'' исследуемых минералов из полученных экспериментальных значений отражательной и пропускательной способности, плоскопараллельных образцов, рассмотрим следующую задачу.

Пусть на плоскопараллельный слой вещества, находящийся в вакууме, под углом $\theta = 0^{\circ}$, падает плоская электромагнитная волна с интенсивностью I_0 . Тогда интенсивность излучения: отраженного от слоя I_R , и прошедшего сквозь слой I_T , будут определяться следующими соотношениями [5]:

$$I_R = RI_0, \quad I_T = TI_0. \tag{3}$$

В свою очередь, отражательная R и пропускательная T способность связаны с коэффициентами отражения r и пропускания t следующим образом [5]:

$$R = |r|^{2}, T = |t|^{2}, (4)$$

$$r = \frac{r_{12} - r_{12}e^{2i\beta}}{1 - r_{12}^{2}e^{2i\beta}}, t = \frac{(1 - r_{12}^{2})e^{i\beta}}{1 - r_{12}^{2}e^{2i\beta}},$$

где: $r_{12} = \frac{1-n}{1+n}$ — коэффициент отражения от границы раздела вакуум – вещество; $\beta = \frac{2\pi}{\lambda} nh$;

 λ — длина волны излучения, h — толщина слоя; n = n' + in'' — комплексный показатель преломления вещества, который можно связать с комплексной диэлектрической проницаемостью следующими выражениями:

$$n' = \operatorname{Re}(\sqrt{\varepsilon}), \quad n'' = \operatorname{Im}(\sqrt{\varepsilon}).$$
 (5)

Если толщина слоя вещества удовлетворяет условию:

$$\frac{h}{\lambda} \ge \frac{0.37}{n''},\tag{6}$$

т. е. поглощение в слое значительно и слой достаточно толстый ($T \rightarrow 0$), то можно пренебречь влиянием многолучевой интерференции [5]. Уравнения (4), в этом случае, существенно упростятся: отражательная способность слоя будет почти равна отражательной способности бесконечно толстого слоя, а пропускательная способность будет экспоненциально спадать с уменьшением длины волны [5]:

$$R \approx |r_{12}|^2,$$

$$T \approx |1 - r_{12}^2|^2 e^{-4\delta n''},$$

$$r_{\text{T}}e \delta = \frac{2\pi}{\lambda}h.$$
(7)

Как уже отмечалось выше, исследуемые образцы минералов, не являются мономинеральным кристаллом, а представляют собой сростки кристаллов одного минерала, разделенные тонким слоем другого (нерудного) минерала. В первом приближении, такую среду можно представить многослойной структурой I, показанной на рис. 4*a*, где слой рудного минерала толщиной h_2 и показателем преломления n_2 , чередуется со слоем нерудного минерала (кварц, полевой шпат и т. п.) толщиной h_3 и показателем преломления n_3 . Очевидно, что при сильном поглощении излучения в нечетных слоях (рудный минерал), отражательная способность будет определяться, в основном, отражением излучения от границ первых двух слоев. Учитывая, что h_3 h_2 , $n'_3 < n'_2$, n''_3 – n''_2 , и что исследуемые образцы удовлетворяют условию (6), структуру I можно упростить и заменить структурой II (рис. 4*б*). В структуре II: среда 1 — вакуум, среда 2 — слой рудного минерала, среда 3 — тонкий слой нерудного минерала, среда 4 — бесконечно толстый слой рудного минерала. Найдем коэффициент отражения от такой структуры, при условии нормального падения излучения из вакуума. Для этого запишем характеристическую матрицу рассматриваемой слоистой среды [5]:

$$M_{2} = \begin{bmatrix} \cos\beta_{2} & \frac{-i}{n_{2}}\sin\beta_{2} \\ -in_{2}\sin\beta_{2} & \cos\beta_{2} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \cos\beta_{3} & \frac{-i}{n_{3}}\sin\beta_{3} \\ -in_{3}\sin\beta_{3} & \cos\beta_{3} \end{bmatrix} =$$
$$= \begin{bmatrix} \cos\beta_{2}\cos\beta_{3} - \frac{n_{3}}{n_{2}}\sin\beta_{2}\sin\beta_{3} & \frac{-i}{n_{3}}\cos\beta_{2}\sin\beta_{3} - \frac{-i}{n_{2}}\sin\beta_{2}\cos\beta_{3} \\ -in_{2}\sin\beta_{2}\cos\beta_{3} - in_{3}\cos\beta_{2}\sin\beta_{3} & \cos\beta_{2}\cos\beta_{3} - \frac{n_{2}}{n_{3}}\sin\beta_{2}\sin\beta_{3} \end{bmatrix},$$

где $\beta_2 = \frac{2\pi}{\lambda} n_2 h_2$ и $\beta_3 = \frac{2\pi}{\lambda} n_3 h_3$, n_2 и n_3 — комплексные показатели преломления рудного и

нерудного минерала, соответственно. Для упрощения дальнейших выкладок, будем считать, что: $n_2 = n_4 = n = n' + in''$. Тогда коэффициент отражения *r*, согласно [5], запишется в следующем виде:

$$r = \frac{r_{12} + r_{23}e^{2i\beta_2} + r_{32}e^{2i(\beta_2 + \beta_3)} + r_{12}r_{23}r_{32}e^{2i\beta_3}}{1 + r_{12}r_{23}e^{2i\beta_2} + r_{12}r_{32}e^{2i(\beta_2 + \beta_3)} + r_{23}r_{32}e^{2i\beta_3}},$$
(8)

где $r_{12} = \frac{1-n}{1+n}$ — коэффициент отражения от границы 1–2; $r_{23} = \frac{n-n_3}{n+n_3}$ — коэффициент от-

ражения от границы 2–3; $r_{32} = \frac{n_3 - n}{n_3 + n}$ — коэффициент отражения от границы 3–4 (рис. 46). Из вы-

ражения (8) следует, что при $h_3 \rightarrow 0$ и соответственно $\beta_3 \rightarrow 0$ - $r \approx r_{12}$. Таким образом, значения отражательной способности исследуемых образцов, в зависимости от частоты излучения, будут осциллировать около величины R, определяемой из выражения (7). Очевидно, что при условии h_3 h_2 , $n'_3 < n'_2$, n''_3 n''_2 , среднее значение пропускательной способности исследуемых образцов также будет определяться из выражения (7). Из приведенных рассуждений следует, что экспериментальные частотные зависимости R и T, можно усреднить гладкими кривыми (рис. 5), а полученные аппроксимационные функции с достаточно большой точностью считать экспериментальными зависимостями. Эти зависимости и будут использованы для определения диэлектрических свойств минералов.



Рис. 4. Модель плоскослоистой среды: (a) — структура I, (б) — структура II



Рис. 5. Частотная зависимость отражательной (а) и пропускательной (б) способности лабрадора

Экспериментальные значения и их усреднение

Для определения n' и n'' или ε' и ε'' исследуемых минералов необходимо решить систему уравнений (7). Эта система уравнений не поддается аналитическому решению, и ее приходится решать численно, путем привлечения соответствующих алгоритмов и вычислительных программ. Значения n' и n'' минералов определялись из (7) путем минимизации целевой функции, имеющей следующий вид:

$$F(n',n'') = \frac{1}{M} \sum_{k=1}^{M} \frac{\left(P_T(n',n'',f_k) - P_{\mathcal{F}}(f_k)\right)^2}{P_{\mathcal{F}}^2(f_k)}.$$
(9)

Эта функция представляет собой квадрат среднеквадратичного отклонения теоретической зависимости R-T, от экспериментальной в диапазоне частот, в котором n' и n'' слоя можно считать постоянными (~1 ГГц). В выражении (9): $P_T(n', n'', f_k)$ — теоретически рассчитанное из (7) значение R - T при заданных параметрах оптимизации n', n'' на частоте излучения f_k ; $P_{\mathfrak{I}}(f_k)$ — усредненные экспериментальные значения R - T при той же частоте излучения; M — количество экспериментальных точек в интервале частот, в котором n' и n'' слоя можно считать постоянными (~1 ГГц). Для минимизации целевой функции был применен метод Розенброка [6]. Этот метод представляет собой типичный метод поиска, в котором направления минимизации полностью определяются на основании последовательных вычислений целевой функции. Как правило, при решении задач нелинейного программирования градиентные методы и методы, использующие вторые производные от целевой функции, сходятся быстрее, чем методы поиска. Тем не менее, при применении методов, использующих производные, возникают определенные трудности. Во многих задачах, в том числе и в рассматриваемой, невозможно получить производные в виде аналитических функций, необходимых для градиентного алгоритма или алгоритма, использующего производные второго порядка. Методы поиска не требуют регулярности и непрерывности целевой функции и существования производных целевой функции. Метод Розенброка был успешно применен авторами при определении структурных параметров нефтеносных пород [7].

Алгоритм вычислений имел следующий вид:

1. Задавались ограничения на n' и $n'' - 1 < n' \le 20, n'' > 0$.

2. На каждом участке $\Delta f = 1 \Gamma \Gamma \mu$, задавалось значение n' с шагом 0,01 от 1 до 20. При этих значениях минимизировалась целевая функция (9) и определялось значение n''.

3. С помощью полученных минимизированных значений n' и n'', на каждом частотном участке, из выражения (7) определялся теоретическая пропускательная способность, которая сравнивался с экспериментальными значениями T, на этом же частотном участке. Наилучшее совпадение теоретической и экспериментальной T давало конечные значения n' и n''.

Найденные значения n' и n'' были аппроксимированы гладкими функциями от частоты излучения (рис. 6), которые могут быть использованы для вычисления комплексной диэлектрической проницаемости $\varepsilon = \varepsilon' + i\varepsilon''$, или комплексного коэффициента преломления n = n' + in'' минералов в диапазоне частот 77–300 ГГц.



Рис. 6. Частотные зависимости n' и n" халькопирита (а) и лабрадора (б)

Ниже представлены аппроксимационные выражения для расчета *n*' и *n*" в диапазоне частот 77–300 ГГц для следующих минералов:

магнетит —

$$\begin{split} n' &= 105,921113 - 3,411044959 \times f + 0,05228967962 \times f^2 - 0,0004547847483 \times f^3 + \\ &+ 2,374261794 \cdot 10^{-6} \times f^4 - 7,348585518 \cdot 10^{-9} \times f^5 + 1,241518547 \cdot 10^{-11} \times f^6 - \\ &- 8,817385245 \cdot 10^{-15} \times f^7, \end{split}$$

$$\begin{split} n' &= 47,76584708 - 1,30245524 \times f - 0,01182291776 \times f^{2} + 0,0009895762369 \times f^{3} - \\ &- 1,838140105 \cdot 10^{-5} \times f^{4} + 1,8082758 \cdot 10^{-7} \times f^{5} - 1,080299971 \cdot 10^{-9} \times f^{6} + \\ &+ 4,04990255 \cdot 10^{-12} \times f^{7} - 9,327260243 \cdot 10^{-15} \times f^{8} + 1,207913657 \cdot 10^{-17} \times f^{9} - \\ &- 6,739957746 \cdot 10^{-21} \times f^{10}, \\ n'' &= 0,009311247522 \times f^{0,1935144489}; \\ \text{халькопирит} - \\ n' &= 13,675802 - 0,3037221579 \times f + 0,00312346351 \times f^{2} - \\ &- 1,562196526 \times 10^{-5} \times f^{3} + 3,808162093 \cdot 10^{-8} \times f^{4} - 3,634465437 \cdot 10^{-11} \times f^{5}, \\ n'' &= 0,07871408952 \times \exp(-0,0003902941856 \times f). \end{split}$$

В выражениях (10) *f* — частота излучения выраженная в ГГц. Для определения действительной и мнимой части комплексной диэлектрической проницаемости, полученные из (10) значения, необходимо подставить в следующие формулы:

$$\varepsilon' = n'^2 - n''^2, \quad \varepsilon'' = 2n'n''.$$
 (11)

Полученные аппроксимационные выражения для расчета n' и n'' минералов, были использованы для расчета отражательной и пропускательной способности имеющихся образцов. Результаты расчета R и T для магнетита показаны на рис. 7. На рис. 7a толстая кривая является усреднением экспериментальных значений отражательной способности, а также расчетом R из (7) с подстановкой значений из (10*a*). Они полностью совпадают. Здесь же показана частотная зависимость отражательной способности (тонкая кривая), полученная из выражения (8) с подстановкой значений из (10*a*), при произвольном выборе толщин слоев — $h_2 = 0, 3$ см, $h_3 = 0, 02$ см (рис. 46). Качественно эта зависимость соответствует экспериментальным значениям. Количественное расхождение связано, вероятно, с непостоянством толщин слоев h_2 и h_3 в образце из-за сложной формы кристаллов минералов [3]. На рис. 76 толстая кривая является усреднением экспериментальных значений R, а пунктирная — расчетом T из (7) с подстановкой значений из (10*a*). Они также практически совпадают.



Рис. 7. Частотная зависимость отражательной (а) и пропускательной (б) способности магнетита. Экспериментальные значения, их усреднение, теоретический расчет

Заключение

Сравнение рассчитанных из (10) и (7) и экспериментальных значений отражательной и пропускательной способности образцов показало пригодность рассмотренного метода для определения диэлектрических характеристик рудных минералов.

Работа выполнена при частичной поддержке РФФИ (грант № 06-05-65195).

Литература

- 1. Соболев Р.Н. Методы оптического исследования минералов: Справочник. М.: Недра, 1990. 288 с.
- 2. Борен К., Хафмен Д. Поглощение и рассеяние света малыми частицами. М.: Мир, 1986. 664 с.
- 3. Батти Х., Принг А. Минералогия для студентов. М.: Мир, 2001. 432 с.
- 4. *Ананьев В.П., Потапов А.Д.* Основы геологии, минералогии и петрографии. М.: Высш. шк., 2005. 400 с.
- 5. Борн М., Вольф Э. Основы оптики. М.: Наука, 1973. 720 с.
- 6. Химмельблау Д.М., Прикладное нелинейное программирование. М.: Мир. 1975. 534 с.
- Боярский Д.А., Гершензон В.Е., Гершензон Е.М., Гольцман Г.Н., Птицина Н.Г., Тихонов В.В., Чулкова Г.М. О возможности определения микроструктурных параметров нефтеносной породы по данным радиофизических измерений // Радиотехника и электроника. 1996. Т. 41. № 4. С. 441–447.