

介质材料复介电常数变温测量技术综述

何小瓦¹ 李恩² 张其劭² 郭高凤²

(1 航天材料及工艺研究所先进功能复合材料技术国防科技重点实验室,北京 100076)

(2 电子科技大学微波中心,成都 610054)

文摘 介绍了在微波及毫米波段介质材料复介电常数在 -253 ~ 1 400 的变温测试方法,即网络参数法和谐振腔法,并对这些方法进行了优缺点分析,总结出变温测试方法的概况、趋势及技术特点。

关键词 复介电常数,变温,微波测量

Review of Variable Temperature Measurement Technique for Complex Permittivity of Dielectric Materials

He Xiaowa¹ Li En² Zhang Qishao² Guo Gaofeng²

(1 National Key Laboratory of Advanced Functional Composite Materials, Aerospace Research Institute of Material and Processing Technology, Beijing 100076)

(2 Microwave Test Center, University of Electronic Science and Technology, Chengdu 610054)

Abstract In the microwave and millimetric wave frequency bands, the temperature-dependence measurement methods and technology (network parameters method and resonant method) of complex permittivity of dielectric material are introduced in this paper with the temperature range of -253 to 1 400. The advantages and disadvantages of these methods are analyzed. And the general situation, development trend and technology features are summarized.

Key words Complex permittivity, Variable temperature, Microwave measurement

1 引言

准确了解材料的复介电常数,对正确应用介质材料是十分必要的。目前航天飞行器在高速飞行和变速飞行时温度将发生剧烈变化;在一些生物医学和化学化工研究工作中,需要测定它们的一些在不同温度下的专用参数,而这些专用参数在测量过程中往往是二次甚至三次导出参量,而其一次基本测试参量是不同温度下的介电常数,所有这些应用中均需要了解被测样品复介电常数的温度特性。

在微波及毫米波段,材料的复介电常数测试方法按测试原理可分为网络参数法、谐振腔法两大类^[1]。高损耗材料复介电常数的测量,宜采用网络参数法,此法可在宽频带内进行测量。低损耗介质复介电常数的测量,应采用谐振法,此法只能在点频

上进行测量。采用一腔多模技术、模式识别技术和杂模抑制技术,使得谐振法的测试频率范围大幅度扩宽,同时可考察被测介质材料的复介电常数随频率变化的特性。以下扼要介绍各种变温测量方法。

2 网络参数法

2.1 传输/反射法^[2~6]

传输/反射法是将测试样品填充于传输线中,构成一个互易双端口网络,利用文献[7,8]给出的待测电磁参数与散射参数之间的关系,将电磁测试问题归结为互易双端口网络散射参数测试问题。在常温中应用比较广,用于变温测试时,需要研制必要的专用测试座和校准件。

文献[2]指出美国NIST可以利用传输反射法进行材料复介电常数的变温测试,未给出确定的温

收稿日期:2004-04-13

作者简介:何小瓦,1963年出生,高级工程师,主要从事热物理性能测试技术的研究工作

度测试范围和频率测试范围。文献 [3]介绍了英国 NPL 进行液体变温测试的方法,利用 TRL 校准后进行测试,温度从室温到 50。电子科技大学微波中心^[4]利用 TRL 校准方法在所需测试温度范围内对测试端口进行有效校准,然后加入被测样品,通过不同温度下样品散射参数的测量,计算得到材料的不同温度下的复介电常数,温度从室温到 200,频率测试范围为 X 波段,该测试系统可以同时复介电常数和复磁电常数测试。文献 [5]利用 TRLS/S 校准方法在测试端口进行校准,将被测试液体或固态粉状样品放入测试夹具中,通过散射参数的测试计算得到材料复介电常数,温度从室温到 1 000,频率测试范围为 X 波段,该测试系统仅给出了复介电常数变温测试结果。文献 [6]采用 7 mm 的同轴传输线,将蛋白质放入传输线中,在 20~80 进行散射参数测试,得到蛋白质的复介电常数的温度变化情况。

2.2 终端开路、短路法^[2, 9~15]

终端开路法是在样品终端近似开路状态下,测出相应的复反射系数。终端短路法是在样品终端短路状态下,测出相应的复反射系数;由复反射系数计算得到材料的复介电常数。

美国 NIST^[2, 9]可以利用终端开路法进行材料的变温测试,未给出温度测试范围和频率测试范围。文献 [2]介绍了英国 NPL 利用终端短路进行液体变温测试的方法,温度从室温到 50。Agilent 公司^[10]利用终端开路法,推出了 -40~200 的测试探头和测试软件,采用 7 mm 的传输线进行 0.2~20 GHz 的变温测试。文献 [11]利用终端短路法,分别用 S 波段、X 波段、P 波段波导对介质在这些波段进行 -100~150 复介电常数测试,用于分析材料的温度特性。文献 [12~15]均采用终端开路法进行复介电常数测试,测试频率范围可以覆盖 0.3~6 GHz,温度测试范围可以覆盖室温到 1 200。

2.3 自由空间法^[16~18]

自由空间法是利用天线将电磁波辐射到自由空间,形成准 TEM 电磁波,当遇到测试样品时,发生反射和透射,测量此反射和透射,从而计算介质的复介电常数或电磁参数。自由空间法要求样品平坦、双面平行、相对面积足够大,测量时要注意避免电磁波的绕射和空间二次散射。

1991年, V. V. Varadan^[16]利用自由空间法进行宇航材料工艺 2005年 第1期

周边环境温度到 850 复介电常数测试,提出了分别用 S_{21} 和 S_{11} 进行测试的方法,对不同损耗大小的材料,其测试准确度不一致。1993年, A. Bretenoux^[17]利用反射偏振计在自由空间对材料的复介电常数进行测试,从室温到 1 200,这种方法可方便对样品进行温度控制,对入射角度控制要求比较高。

3 谐振腔法

3.1 谐振腔微扰法^[19, 20]

谐振腔微扰法往往采用较小被测介质材料置入谐振腔,对腔内场进行微小的扰动,通过对扰动前后谐振腔进行测量,可得介质材料的复介电常数。

1989年, R. M. Hutcheon^[19]利用 TM_{0n0} 圆柱谐振腔进行室温到 1 000 复介电常数的测试,并研制了两套变温测试系统,利用一腔多模技术可以对杆状样品分别在 50~600 MHz 和 0.4~3 GHz 的宽频带测试。1992年, R. M. Hutcheon^[20]将测试温度扩展到 1 400,可分别对谐振空腔和加载热样品后的谐振频率和无载品质因数进行测量,完成介质复介电常数的测试。

3.2 介质谐振器法^[21~23]

介质谐振器法是对高介电常数、低损耗的被测介质制成圆柱形谐振器,利用谐振器的谐振频率和品质因数,根据对应的谐振模式计算介质的复介电常数。

美国 NIST^[9]分别利用介质谐振器和套管介质谐振器完成 -150~160 的变温测试,已列入测试标准。1998年, Jerzy Krupka^[21]将材料制成介质谐振器,采用 TE_{01} 模式进行测试,将介质谐振器悬空于支撑介质上,测试不同温度下的谐振频率和无载品质因数,计算得介质复介电常数。1999年, J. Krupka^[22]利用 Whispering-gallery 模式介质谐振器完成从 20~400 K, 频率为 3.5~6.5 GHz 的宽频变温测试,该方法采用了多模技术。这两种方法均将谐振器悬空,排除测试中金属表面电阻对测试的影响。2002年, R. G. Geyer^[23]利用套管谐振器对高介电常数介质进行室温至 150 的变温测试,该方法中套管的损耗和金属表面电阻对介质损耗测试有影响,认为当介质的介电常数高,其电磁能量主要集中于被测样品,将套管损耗和金属表面电阻的影响归结为腔体的无载品质因数的不确定度,作为测试误差考虑,可以利用高次模式在其他频率进行测试。

3.3 高 Q 谐振腔法^[2, 24~27]

高 Q 谐振腔法采用圆柱形腔的 TE_{01n} 模,向腔体内置入圆盘形介质样品。通过测试加载样品腔前后,固定谐振频率下腔体长度的变化^[24]或固定腔体尺寸、谐振频率的变化^[25],完成复介电常数的测试。美国 NIST^[9]建立了利用高 Q 谐振腔法进行复介电常数的测试标准,该标准测试方法的电场极化方向是在测试样品平面上。

文献 [26] ~ [28] 报道腔体在腔长的一半处被切开,样品放在两个半腔体的中间。腔体的无载品质因数为 3.0×10^4 ,最高测试温度为 100,其测试频率可以为微波或毫米波频段。由于样品放在腔体的中部,样品的加温和温度平衡速度较慢,并且只能测到样品周边的温度。前苏联研制出利用高 Q 圆柱腔法进行室温到 1200 的变温测试系统,采用固定频率改变腔体长度的方法进行复介电常数测试,其空腔的无载品质因数在 6.0×10^3 左右,只能进行 X 波段的一个频率点测试。电子科技大学微波中心^[2]研制出了室温 ~ 200 X 波段的点频变温测试系统,采用固定腔体尺寸测试谐振频率变化的方法进行复介电常数测试,其空腔的无载品质因数大于 4.0×10^4 ,同时该测试系统可以通过多模技术进行测试频率的扩展。文献 [29] 利用圆柱高 Q 谐振腔,选用 TE_{01n} 模式,在 12 ~ 18 GHz 完成三个频率点的复介电常数低温测试,其测试温度为液氮温度到室温,测出了介电常数和损耗角正切随温度变化的曲线。文献 [30] 介绍了对极化方向平行于介质平面的复介电常数测试,采用 TE_{01n} 模式圆柱谐振腔,样品放于腔体的中间;对空腔测试时,采用 TE_{012} 模;对加载样品腔体测试时,采用 TE_{011} 模,可以在 X 波段完成 -20 ~ 60 的点频变温测试。

3.4 其他谐振腔法^[30, 31]

文献 [30] 对极化方向垂直于介质平面的复介电常数测试,采用 TM_{010} 模式圆盘谐振器。在介质基片间制备圆盘谐振器,并通过谐振频率和无载品质因数的测试,计算得到介质的复介电常数,在 X 波段进行了 -20 ~ 60 的点频变温测试。

文献 [31] 采用多模螺旋传输线谐振腔对样品进行变温复介电常数测试,频率从 2 ~ 9 GHz,温度高达 800,被测样品体积小于 1 cm^3 。测试样品可以是固体、也可以是液体或粉状样品,该方法用微扰公式计算复介电常数,通过六个标准液体样品的测试对公式进行了修正。

4 结语

对网络参数法,即通过测定加载样品后传输系统的网络参数来计算复介电常数的方法,可以完成宽频变温测试。但当测试样品的厚度或体积比测试波长小时或被测样品是低损耗介质时,具有较大的测试误差。采用自由空间法进行变温测试时,除有网络参数法的缺点外,还需要考虑电磁场的绕射影响和空间电磁波多次散射的影响。

谐振法非常适用于低损耗材料复介电常数测试,无论采用何种谐振方法,其测试频率均要受到腔体的谐振频率限制。若需要完成宽频带的测试,应具备一定的测试点,相邻测试频率点间的频宽不宜过大。微扰法可以完成宽频变温测试,但在宽频带测试中,要注意整个频带内要符合微扰条件。介质谐振器法适用于高介电常数介质的测试,测试结果均大于 10,其最高测试温度不大于 200。 TE_{01n} 模圆柱高 Q 谐振腔法,可以进行变温测试,其电场极化方向平行于被测样品表面,并且该法可以进行低介电常数的材料测试,其最小测试介电常数范围可以小于 1.5。多模螺旋线谐振腔在材料的宽频高温测试方面有一定的优势,但此方法进行低损耗介质测试时,将带来较大的测试误差。

对低损耗材料复介电常数的变温测试和当温度高于 800 宽频带测试时,其准确测试的方法和文献较少。变温测试过程中,加热和恒温时间长,为提高测试速度、减少测试工作量,需要采用全自动化测试。

对复介电常数的变温测试,其测试技术和方法有待提高,并将朝着测试迅速、准确、可靠、使用方便、宽频带、提高测试温度和自动化等方面发展,以满足材料研制、生产和使用的需要。

参考文献

- 1 曹江. 介质材料电磁参数测量综述. 宇航计测技术. 1994; 13(3): 30 ~ 34
- 2 Baker-Jarvis J. Transmission/reflection and short-circuit line permittivity measurements. NIST Technical Note 1341, 1990
- 3 Gregory A P, Etzel S, Clarke R N. Precise measurements on dielectric reference liquids over the temperature range 5-50/°C using coaxial line methods. Precision Electromagnetic Measurements Digest, 2000: 455 ~ 456
- 4 李恩, 郭高凤, 张其勤. X 波段矩形波导 TRL 变温校准技术. 见: 全国电子测量及仪器学术研讨会论文集, 2002: 496 ~ 500

- 5 Hauschild T, Knochel R. Measurement of complex permittivity of solids up to 1000/°C. Microwave Symposium Digest, IEEE MTT-S International, 1996; (3): 1 687 ~ 1 690
- 6 Kent M, Meyeri W. Complex permittivity spectra of protein powders as a function of temperature and hydration. J. Phys D: Appl Phys, 1984; 17: 1 687 ~ 1 698
- 7 Weir W B. Automatic measurement of complex dielectric constant and permeability at microwave frequencies. Proc. IEEE, 1974; 62(1): 36 ~ 38
- 8 Measuring Dielectric Constant with HP8510B Network Analyzers. Hewlett Packard Product Note No. 8510-3
- 9 Baker-Jarvis J, Janezic M, Riddle B, Holloway C et al. Dielectric and conductor-loss characterization and measurements on electronic packaging materials. NIST Technical Note 1 520, 2001
- 10 Agilent 85070D Dielectric Probe Kit. Agilent Product Note No. 5968 ~ 5330E, 2001
- 11 Bringhurst S, Iskander M F, White M J. Broadband, high-temperature dielectric properties measurements of thin substrates using open-ended probes. Antennas and Propagation Society International Symposium, IEEE, 1997; (4): 2 312 ~ 2 315
- 12 Arcega Solsona F J, FomíC's Marquina J M. Dielectric properties of ten primary amines at microwave frequencies as a function of temperature. J. Phys D: Appl Phys, 1982; 15: 1 783 ~ 1 793
- 13 Gershon D L, Calame J P, Camel Y et al. Open-ended coaxial probe for high-temperature and broad-band dielectric measurements. Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions, 1999; 47: 1 640 ~ 1 648
- 14 Arai M, Binner J G P, Cross T E. Use of mixture equations for estimating theoretical complex permittivities from measurements on porous or powder ceramic specimens. Jpn. J. Appl Phys, 1995; 34: 6 463 ~ 6 467
- 15 Bringhurst S, Iskander M F. Open-ended metalized ceramic coaxial probe for high-temperature dielectric measurements. Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions, 1996; 44: 926 ~ 935
- 16 Varadan V V, Hollinger R D, Ghodgaonkar D K, Varadan V K. Free-space, broadband measurements of high-temperature, complex dielectric properties at microwave frequencies. Instrumentation and Measurement, IEEE Transactions, 1991; 40: 842 ~ 846
- 17 Bretenoux A, Marzat C, Sardos R. Tumstile reflecto-polarimeter using the principal incidence method: Determination of permittivities up to 1 200 degrees C and industrial applications. Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions, 1993; 41: 1 945 ~ 1 949
- 18 Lemaire D, Cros D, Jallageas H, Guillon P. Material characterisation from -160/°C up to 800/°C in centimeter and millimeter wavelength frequency band. Precision
宇航材料工艺 2005年 第 1期
- Electromagnetic Measurements Digest, 1996: 72 ~ 73
- 19 Hutcheon R M et al. A technique for rapid scoping measurement of RF properties up to 1 000. Electromagnetic Energy Reviews, 1989; (2): 46
- 20 Hutcheon R M, De Jong M S, Adams F P. A system for rapid measurements of RF and microwave properties up to 1 400. Journal of Microwave Power & Electromagnetic Energy, 1992; 27(2): 87
- 21 Jerzy Krupkay, Krzysztof Derzakowski, Bill Riddle et al. A dielectric resonator for measurements of complex permittivity of low-loss dielectric materials as a function of temperature. Meas. Sci. Technol., 1998; 9: 1 751 ~ 1 756
- 22 Knpka J, Derzakowski K, Abramowicz A et al. Use of whispering-gallery modes for complex permittivity determinations of ultra-low-loss dielectric materials. Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions, 1999; 47: 752 ~ 759
- 23 Geyer R G, Kabos P, Baker-Jarvis J. Dielectric sleeve resonator techniques for microwave complex permittivity evaluation. Instrumentation and Measurement, IEEE Transactions, 2002; 51: 383 ~ 392
- 24 GB5597—1999,《固体电介质微波复介电常数测试方法》, 1999
- 25 张其劭, 李恩, 郭高凤. 低损耗电介质复介电常数宽频带测试技术. 见: 全国电子测量及仪器学术研讨会论文集, 2002: 30 ~ 36
- 26 Kobayashi Y, Shimizu T. Millimeter wave measurements of temperature dependence of complex permittivity of dielectric plates by a cavity resonance method. IEEE MTT Symp., 1999; (4): 1 885 ~ 1 888
- 27 Zhang G, Nakaoka S, Kobayashi Y. Millimeter wave measurements of temperature dependence of complex permittivity of dielectric plates by the cavity resonance method. ABMC, 1997; (3): 913 ~ 919
- 28 Shimizu T, Kobayashi Y. Millimeter wave measurements of temperature dependence of complex permittivity of GaAs disks by a circular waveguide method. IEEE MTT Symp., 2001; (3): 2 195 ~ 2 219
- 29 Molla J, Ibarra A, Margineda J et al. Dielectric property measurement system at cryogenic temperature and microwave frequencies. Instrumentation and Measurement, IEEE Transactions, 1993; 42: 817 ~ 821
- 30 Kobayashi Y, Yu J. Temperature-dependence measurement of anisotropic complex permittivity for mic dielectric substrate. Microwave Conference, AMPC 92, 1992; (2): 859 ~ 862
- 31 Georges, Jean-Marie et al. Microwave broadband permittivity measurement with a multimode helical resonator for studying catalysts. Measurement Science and Technology, 2001; (12): 542 ~ 547

(编辑 李洪泉)