

Preizkusne celice za Elektromagnetno Karakterizacijo Materialov

B. Pinter, M. Lindič, B. Voljč, Z. Svetik, R. Lapuh, M. Kokalj

SIQ – Slovenski institut za kakovost in meroslovje, Slovenija
borut.pinter@siq.si

1 Abstract

This paper describes test cells for electromagnetic characterization of materials in the frequency range from 5 Hz to 1000 MHz, which were developed at SIQ in the past 3 years as a part of EMINDA EMRP Project. Test cells are used for traceable measurements of different electromagnetic properties of bulk solid materials. Traceability of measurements is assured using characterized reference samples and traceably calibrated and characterized measuring equipment.

2 Uvod

Na SIQ je bil razvit sistem za elektromagnetno karakterizacijo materialov v frekvenčnem območju od 5 Hz do 1 GHz. Najpomembnejši del tega sistema so merilne celice, ki ustrezajo merjenim vzorcem in merilnim instrumentom na katerih se uporabljajo. Keramično vzorci so premera od 3 do 7 mm in od 0,5 do 5 mm debeline.



Slika 1: Tipični vzorci keramike

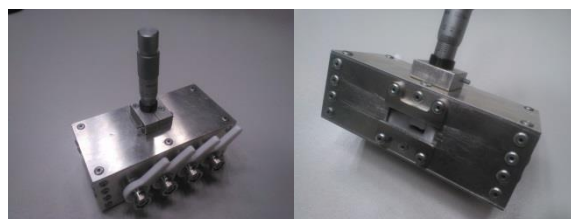
Sistem je bil predvsem razvit za vzorce PTC (Positive Thermal Coefficient) keramike, vendar je s sistemom možno meriti vse vrste keramike in pa tudi vzorce drugih materialov.

Razviti in izdelani sta bili dve vrsti merilnih celic. Prva je bila načrtovana za uporabo na 4TP (4 Terminal Pair) LCR merilnikih in analizatorjih impedance. Druga vrsta celice je koaksialna celica in je načrtovana za uporabo z Vektorskimi analizatorji vezja (VNA) ali drugimi analizatorji impedance, ki imajo koaksialni merilni priključek.

3 4TP Celica

Prva vrsta celice, ki je bila razvita in izdelana je namenjena uporabi na 4TP LCR merilnikih ali analizatorjih impedance. Ti instrumenti imajo 4 koaksialne konektorje (ponavadi tipa BNC) za priključitev merilnih pripomočkov. Takšni merilniki po

navadi lahko merijo do 30 MHz, nekateri tudi višje, vendar je za višje frekvence za take vrste merilnikov zelo težko zagotoviti sledljivost meritev.



Slika 2: 4TP Celica

Sama celica je opremljena z mikrometrom, ki je namenjen premikanju elektrod v celici, s pomočjo katerega potem ko vstavimo vzorec v celico zagotovimo zadosten in ponovljiv stik med elektrodo in vzorcem. Obenem mikrometer omogoča tudi meritev debeline vzorca. 4TP celica je bila tudi popolnoma okarakterizirana, rezultati te karakterizacije pa se uporabljajo za korekcijo meritev opravljenih s samo celico. Karakterizacija je pokazala, da ima celica lastne induktivnosti $L_r = 12,6 \pm 1$ nH in lastno upornost $R_r = 0,51 \pm 0,1$ m Ω pri 1 MHz.

4 Koaksialna celica

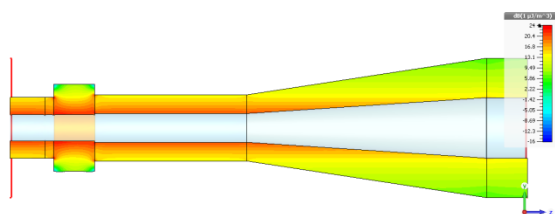
Drugi tip celice, ki smo jo razvili in izdelali je koaksialna celica, ki je namenjena predvsem uporabi na VNA-jih. VNA, ki ga uporabljamo na SIQ pokriva frekvenčno področje od 5 Hz do 3 GHz z N-tip konektorji. Celica je načrtovana za uporabo do 1 GHz. Trenutna izvedba omogoča meritev na enih vratih oz. konektorju in tako lahko meri le odbite signale iz celice (S11 parameter).



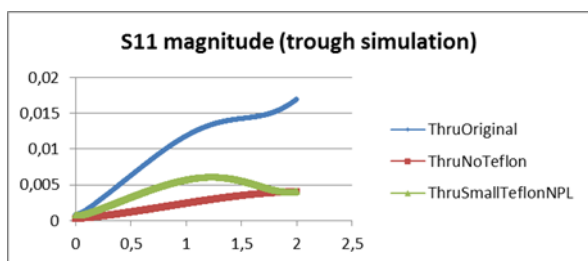
Slika 3: Koaksialna Celica

V fazi načrtovanja je bilo delovanje celice simulirano s pomočjo programskega orodja CST Microwave Studio v NPL (National Physical Laboratories) v Veliki

Britaniji. Simulacije so nam dale nekaj zelo uporabnih vpogledov na nekatere probleme prvotne zasnove, ki smo jih tako lahko popravili. Po popravkih je simulacija pokazala dosti boljše lastnosti in na podlagi teh načrtov je bila potem izdelana končna verzija celice. Tudi koaksialna celica je opremljena z mikrometrom, ki omogoča lažje, hitreje, bolj točne in ponovljive meritve.



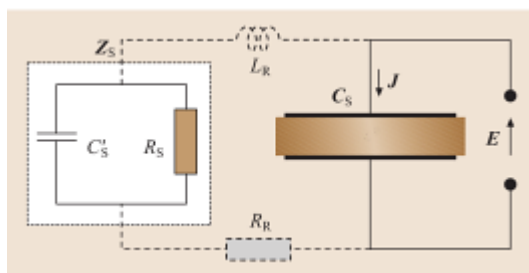
Slika 4: EM Simulacije celice



Slika 5: Simuliran S11 parameter za različne izvedbe

5 Kalibracijska in merilna procedura

Kalibracijska procedura je odvisna od uporabljenega tipa merilnega instrumenta in uporabljenih merilnih celic.



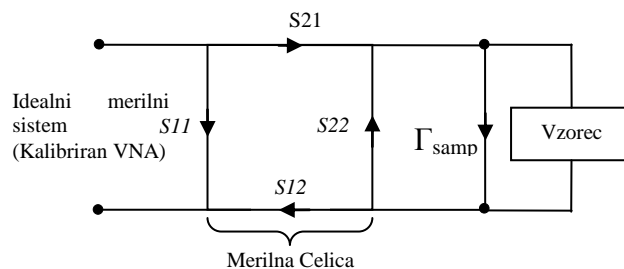
Slika 6: Model meritve za 4TP celico

Ko uporabljamo 4TP instrumente, jih ponavadi kalibriramo s pomočjo etalonov, ki jih priključimo direktno na konektorje instrumenta ali pa na priključke merilnega pripomočka. Merilna celica je prav tako okarakterizirana glede na te iste kalibracijske etalone. Na ta način ni potrebno opravljati nobene kalibracije oz. kompenzacije potem ko priključimo celico na ustrezno kompenziran oz. kalibriran instrument.

$$\frac{1}{\bar{Z}_s} = \frac{1}{R_s} + i\omega C'_s \quad \begin{aligned} \epsilon'_r &= \frac{C'_s}{C_0} \\ \epsilon''_r &= \frac{1}{\omega R_s C_0} \end{aligned} \quad (1)$$

Vsi vplivi celice se potem korigirajo kasneje s pomočjo programske opreme z uporabo parametrov dobljenih pri karakterizaciji celice. Kot je razvidno iz modela na Slika 6, če merimo impedanco na vhodnih priključkih celice in poznamo vrednosti parametrov L_r in R_r , potem lahko izračunamo vrednosti parametrov C'_s in R_s , ki sta potrebna za izračun kompleksne dielektričnosti materiala s pomočjo enačb (1).

Podoben način se uporablja tudi pri koaksialni celici. Tukaj izmerimo S11 parameter celice, ki ima vstavljen vzorec. VNA je kalibriran s pomočjo SOL (Short/Open/Load) kalibracije direktno na priključku VNA preden priključimo celico z vzorcem. Potem izmerimo S11 parameter celice z vzorcem, ki ga korigiramo za vpliv celice, ki je prav tako okarakterizirana v smislu S parametrov.



Slika 7: Skica poteka signalov v koaksialni celici

$$\Gamma_{samp} = \frac{S_{11} - \Gamma_{meas}}{S_{22}(S_{11} - \Gamma_{meas}) - S_{12}S_{21}} \quad (2)$$

Skica poteka signalov za merjenje refleksijskega koeficienta vzorca - Γ_{samp} je prikazana na Slika 7. Γ_{samp} se izračuna iz izmerjenega refleksijskega koeficienta na kalibriranem VNA - Γ_{meas} in iz znanih S parametrov koaksialne celice s pomočjo enačbe (2). Γ_{samp} se potem naprej uporabi za izračun kompleksne dielektričnosti materiala.

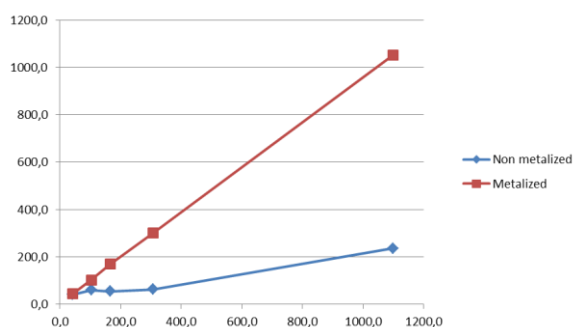
Karakterizacija 4TP celice se lahko opravi tako, da se izmerijo vrednosti lastne kapacitivnosti, induktivnosti in upornosti priključkov direktno. Upornost in induktivnost pomerimo tako, da elektrode v celici kratko sklenemo in direktno pomerimo na merilnem instrumentu oz. analizatorju. Drugi način je ta, da se v celici pomerita vsaj dva referenčna vzorca z znanimi lastnostmi, katere se potem uporabijo za izračun parametrov L_r in R_r potem ko pomerimo impedanco celice z vstavljenima referenčnima vzorcema. Tako dobimo dve enačbi z dvema neznankama in lahko izračunamo parametra L_r in R_r .

Podobno lahko opravimo tudi karakterizacijo koaksialne celice. Pri koaksialni celici moramo opraviti meritve na najmanj treh referenčnih vzorcih, saj rabimo 3 različne parametre za karakterizacijo celice (S_{11} , S_{22} in $S_{12}S_{12}$). Drugi način karakterizacije oz. korekcije meritev v koaksialni celici pa je upoštevanje slabljenja in faznega zamika, ki ga celica ustvari na razdalji med referenčno ravnino VNA, za katero je bil kalibriran do položaja, kjer je pritrjen vzorec. Ta dolžina se lahko spet določi s pomočjo referenčnega vzorca ali pa iz dimenzijskih meritev celice. Ta karakterizacija se lahko opravi tudi s pomočjo VNA, ki deluje v načinu časovnega prostora, in s pomočjo take meritve lahko določimo električno razdaljo med referenčno ravnino VNA in položajem vzorca. Tudi za koaksialno celico pa se da narediti korekcija v smislu parametrov Lr in Rr , vendar je ta dva parametra relativno težko pomeriti za koaksialno celico, zato taka korekcija ni preveč smiselna.

Pri izbiri referenčnih vzorcev je treba paziti, da so v razponu dielektrične konstante podobne kot jo bo imel material, ki ga bomo merili, pomembno pa je tudi, da so izgube materiala (faktor disipacije) podobne kot pri referenčnih vzorcih. Če tega ne upoštevamo, lahko dobimo zelo napačne rezultate po korekciji. Če nimamo referenčnih vzorcev, ki bi imeli podobne lastnosti, kot material, ki ga merimo je potrebno uporabiti drugo vrsto korekcije.

Pri samih meritvah pa je potrebno paziti še na druge vplive, ki lahko zelo vplivajo na rezultate meritev. Če merimo vzorce z veliko dielektrično konstanto, je potrebno najprej zagotoviti dober stik med elektrodo in samim vzorcem, tako da vmes ni zraka. Že malo zraka med elektrodo in vzorcem lahko povzroči zelo velika odstopanja. Zaradi tega je treba vzorce najprej prekriti s tanko plastjo kovine, ki zagotovi dober stik med elektrodo in vzorcem.

Na Slika 8 so prikazane razlike v meritvah za iste materiale, če so bili prevlečeni s kovino, ali pa so bili brez kovinske prevleke. Kot vidimo, je ta napaka dosti večja pri višjih dielektričnih konstantah, kot pa pri manjših.

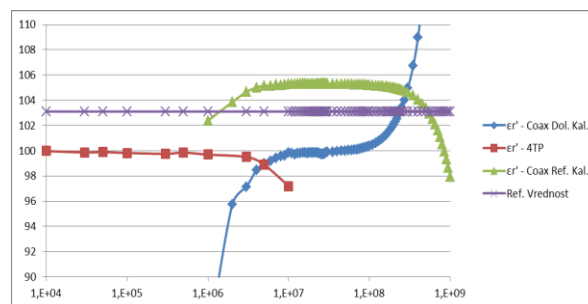


Slika 8: Napake pri meritvi zaradi zraka med vzorcem in elektrodo

Naslednja zelo pomembna vplivna veličina je temperatura. Ker je dielektrična konstanta zelo močno odvisna od temperature, je potrebno poskrbeti, da ali vzporedno merimo tudi temperaturo vzorcev, da lahko sledimo spremembam temperature in vemo pri kateri temperaturi je bil izmerjena določena dielektričnost.

6 Rezultati meritev in negotovost

Primerjalne meritve, ki smo jih opravili kažejo zelo dobro skladnost rezultatov z referenčnimi oz. modeliranimi vrednostmi. Negotovost meritve je v veliki meri odvisna od negotovosti referenčnih vzorcev, negotovosti dimenzijskih meritev, temperatura in pa same lastnosti vzorcev. Izračunane negotovosti so pokazale, da je negotovost najmanjša, če uporabljamo referenčne vzorce za kalibracijo in imajo merjeni vzorci lastnosti primerljive z referenčnimi vzorci. V tem primeru je negotovost razreda od 3% do 10% za dielektrično konstanto.



Slika 9: Napake pri meritvi zaradi zraka med vzorcem in elektrodo

Na Slika 9 so prikazani rezultati meritev vzorca z referenčno vrednostjo dielektrične konstante 103,1. Meritve so bile opravljene s 4TP celico od 10 kHz do 10 MHz in z koaksialno celico v frekvenčnem pasu od 1 MHz do 1000 MHz. Pri koaksialni celici smo uporabili kalibracijo s pomočjo treh referenčnih vzorcev ($\epsilon_1=1$ (Zrak), $\epsilon_2=42,3$ in $\epsilon_3=168,3$) – *Coax. Ref. Kal.* in pa kalibracijo s pomočjo uporabe znane dolžine celice – *Coax Dol. Kal.* Kot je razvidno iz rezultatov, so v določenih frekvenčnih področjih ujemanja rezultatov z referenčno vrednostjo zelo dobra. Tudi ujemanje rezultatov pri frekvencah med 1 MHz in 10 MHz z uporabo obeh celic je znotraj negotovosti.

7 Zaključek

Prikazane celice in celoten sistem so se pokazale kot ustrezne za namen za katerega so bile načrtovane in razvite. Karakterizacija celic je pokazala dobro ujemanje z simuliranimi podatki. Meritve referenčnih vzorcev materialov z uporabo obeh celic kažejo zelo dobro ujemanje z referenčnimi vrednostmi v okviru negotovosti meritev. V prihodnje načrtujemo izdelavo simetrične koaksialne celice z dvema konektorjema, ki bo omogočala merjenje refleksije iz obeh vrat celice in pa tudi signal, ki prehaja iz enih vrat do drugih v obeh smereh (transmisija). Taka meritev potem omogoča tudi izračun magnetnih lastnosti materiala. Izračunani bodo podrobni nabori negotovosti za obe celici z uporabo različnih merilnih in kalibracijskih metod. Razvita bo tudi Monte Carlo metoda za kompleksne izračune parametrov materialov skupaj z negotovostmi.

Literatura

- [1] XRD and Electric properties of lead barium titanate ferroelectric ceramic; Hoda A. Mady; Department of Physics Faculty of Science (girl's branch) Al-Azhar University; Australian Journal of Basic and Applied Sciences, 5(10): 1472-1477, 2011; ISSN 1991-8178

- [2] Springer Handbook of Materials Measurement Methods; Editors: Horst Czychos Prof., Tetsuya Saito, Leslie Smith; ISBN: 978-3-540-20785-6 (Print) 978-3-540-30300-8 (Online)

Delo predstavljeno v tem članku je del EURAMET-ovega skupnega raziskovalnega projekta EMINDA in je financirano iz strani sedmega okvirnega programa Evropske Skupnosti na osnovi odločitve št. 912/2009/EC.