

MÉRÉSI KÖRÜLMÉNYEK HATÁSÁNAK VIZSGÁLATA FOLYADÉKOK DIELEKTROMOS JELLEMZŐINEK MEGHATÁROZÁSÁNÁL

Kovács Róbertné – Sziládi Katalin – Keszthelyi-Szabó Gábor – Beszédes Sándor

Absztrakt: 2017-ben beszerzésre került egy DAK-3.5 mérőrendszer, mely alkalmas folyadékok, szilárd halmazállapotú és gél állagú anyagok dielektromos paramétereinek meghatározására. Mivel a mérőrendszerrel kapcsolatban csak csekély tapasztalat áll rendelkezésre, a próbamérések során különböző folyadék halmazállapotú anyagokat vizsgáltunk, a mintatartó geometriájának, anyagának, és a mérőszonda elhelyezésének változtatása mellett. A különböző beállítások során kapott eredményeket összehasonlítottuk a gyártó által megadott kalibrációs értékekkel, illetve megvizsgáltuk, hogy a mérési körülmények milyen hatással vannak a mért dielektromos jellemzőkre.

Abstract: DAK-3.5 measuring system was purchased in 2017. This system is suitable for determining the dielectric parameters of liquids, solid and gel-like materials. During test measurements various liquid substances were studied varying the geometry and the material of sample holder and the placement of the measuring probe. The results obtained at various settings were compared with the calibration values provided by the manufacturer and the effects of the measurement conditions on the measured dielectric characteristics were examined.

Kulcsszavak: dielektromos mérés, mérési körülmények

Keywords: dielectric measurement, measurement conditions

1. Bevezetés

A mikrohullámú sugárzás alkalmazása először a híradástechnikában terjedt el, azonban a XX. század közepétől folyamatosan szélesedik azon technológiák köre, ahol kihasználják a sajátos, belső hőkeltési mechanizmusát is. A mikrohullámú hőkeltés során az elektromos tér energiája közvetlenül az anyagban alakul át hővé (sűrűládi hővé) az elektromágneses mező és az anyag molekulái közötti kölcsönhatás következtében. Ez a direkt energiaközlés jelentősen javítja az energiaátalakítás hatékonyságát. Ezeken túlmenően a mikrohullámú energiaközlés hatására változások jöhetnek létre az anyag belső struktúrájában, egyes esetekben az elektromágneses tér alkalmazásával a kémiai reakciók lefolyása is befolyásolható, továbbá jelentősen gyorsíthatók és intenzifikálhatók különböző technológiai folyamatok.

Abban az esetben, ha egy anyagot nagyfrekvenciás elektromágneses térben kezelünk, akkor a közölt energia egy része az anyag felületéről visszaverődik, egy része áthalad, egy része pedig az anyag belsejében disszipálódik. A disszipáció, a polarizációs jelenség eredménye, amikor is a dipólus momentummal rendelkező molekulák, vagy szabad mozgású, különböző töltésű ionok a külső, nagy frekvenciával változó elektromágneses mezőben orientálódnak, melynek eredménye a belső hőkeltés. A besugárzott anyag dielektromos tulajdonságai alapján határozhatjuk meg, hogy a visszavert, a disszipált és az anyagon áthaladó energia mennyisége milyen arányban oszlik meg. Az alapvető elektromos tulajdonság, amely ebből a szempontból jellemző az anyagra a komplex relatív permittivitás

$$\varepsilon = \varepsilon' - \varepsilon'' \cdot j \quad (1)$$

A komplex permittivitás valós része, más néven a dielektromos állandó (ε') az anyagban tárolt külső elektromos tér energiájának mértéke. A képzetes (imaginárius) rész, a veszteségi tényező (ε''), az elektromos energia hővé alakulásának mértékét jellemzi, értéke nulla a veszteségmentes anyagok esetén. A képzetes és a valós rész hányadosa a veszteségtangens

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} \quad (2)$$

A dielektromos jellemzők mérése fontos eszköz az anyag viselkedésének megértéséhez, valamint felhasználási területeinek meghatározásához. Számos módszer létezik a minta dielektromos állandójának (ε') és veszteségi tangensének ($\operatorname{tg} \delta$) meghatározására. Ezen módszerek a végrehajtott mérési elvek alapján csoportokba sorolhatók: hullámvezető és tápvonal technika, nyitott végű érzékelőt alkalmazó eljárás, szabadterű átvitel, rezonáns módszer. (Afsar, et al., 1986; Baker–Jarvis et al., 1990; Courtney, 1998; Yue et al., 1998; Courtney–Motil, 1999; Wang et al., 2002; Murata et al., 2005; Krupka, 2006b).

A mérési módszer kiválasztása függ az anyag fizikai és elektromos tulajdonságaitól, a frekvenciatartománytól és az elvárt mérési pontosságtól. A legtöbb mérési módszert széles körben alkalmazzák, figyelembe véve az adott módszer korlátait, – beleértve a frekvenciát, amelyen a mérések elvégezhetők –, és a mérendő anyag tulajdonságait. (Afsar et al., 1986.)

1.1. Hullámvezető és tápvonal technika

Ezen mérési eljárás esetén szinte bármilyen típusú hullámvezető alkalmazható, de az adott geometriájú tápvonalak és a koaxiális kábelek általában előnyösek a 30 GHz alatti frekvenciáknál. Ez a módszer jó pontosságot nyújt a nagy veszteségű anyagok mérése esetén, de a minta alakjának és méreteinek kialakításánál figyelembe kell venni a tápvonal méreteit. Különösen a mintaalaknak kell pontosan illeszkednie a távvezeték keresztmetszetéhez. Bizonyos esetekben a pontosság növelése érdekében többféle vastagságú mintát kell mérni. (Komarov, 2012.) Ezen mérési módszer alkalmazásakor ε' és ε'' meghatározása a hullámvezető tápvonal elmélet alapján történik. (Janezic–Williams, 1997) A rövidrezárt hullámvezető belsejében helyezik el a mérendő mintát, elektromágneses sugárzásnak (TEM mód – koaxiális kábel, TE mód – tápvonal esetén) teszik ki, és az előremenő és visszavert jel amplitúdóját és fázisát mérik, illetve dolgozzák fel egy vektor hálózat analizátorral. A mért adatok alapján számíthatók a minta anyagára jellemző dielektromos paraméterek. Ez a módszer lehetővé teszi széles frekvenciatartomány alkalmazását, szilárd és folyékony halmazállapotú, nagy és közepes veszteségi tényezőjű anyag dielektromos tulajdonságainak mérését. A mérés során mind a permittivitás, mind a permeabilitás meghatározható. A mérések pontosságát azonban nagyban befolyásolja a mintatartó kialakítása, illetve a minta mérete.

1.2. Nyitott végű érzékelőt alkalmazó eljárás

Ezen mérési módszer esetén az érzékelőt a szilárd halmazállapotú minta esetén légrésmentesen a mintához érintik, folyékony halmazállapotú anyag esetén a folyadékba merítik, a reflexiók együtthatót mérik egy vektor hálózat analizátorral és ez alapján határozzák meg az anyag permittivitását. (Gabriel et al., 1996; Ellison–Moreau, 2008; Technologies, 2010; Yaw, 2012) Ez a technika alkalmas nagy dielektromos állandójú és nagy veszteségű minták mérésére, és ideális veszteséges oldószerek jellemzésére. A mérőrendszer kalibráláshoz ismert referenciaanyagokat alkalmaznak. Előnye, hogy kalibrálás után, nagy mennyiségű adat gyűjthető be rövid idő alatt.

Olyan anyagoknál, amelyek belső szerkezete folyamatosan változik, nehézkes, illetve lehetetlen a mintaelőkészítés, így ez a módszer, miután invazív módon, gyorsan képes a mérések elvégzésre, alkalmas lehet ilyen feladatokban a dielektromos paraméterek meghatározására.

A mérések során fontos, hogy az érzékelő légrésmentesen érintkezzen a mintával, illetve a koaxiális kábel helyzetváltoztatására érzékeny a mérés, így az érzékelő mozgatása helyett, célszerű a minta érzékelőhöz való mozgatása.

1.3. Szabadterű átvitel

Ez a mérési módszer a roncsolásmentes és érintésmentes mérési módszerek közé tartozik, és általában magasabb frekvenciákon (10 GHz fölött) alkalmazzák (Varadan, 1991). Nem igényel különleges mintaelőkészítést, ezért különösen alkalmas magas hőmérsékletű anyagok vizsgálatára, illetve ipari alkalmazások esetén, amikor folyamatos kontrollra van szükség. (Kraszewski, 1980, 1996)

Ezen mérési technika során a mérendő mintát egy adó és egy vevőantenna között helyezik el, és mérik a kibocsátott jel csillapítását és fáziseltolódását. Az eredmények felhasználhatók az anyag dielektromos tulajdonságainak meghatározására. A permittivitás pontos mérése széles frekvenciatartományban lehetséges ezzel az eljárással, amelynek pontosság azonban nagyban függ a mérőrendszer kialakításától és az alkalmazott számítási modelltől.

1.4. Rezonáns módszerek

A rezonáns módszerek lehetőséget nyújtanak egy anyag tulajdonságainak egyetlen frekvencián vagy diszkrét frekvenciatartományon történő jellemzésére nagy pontossággal, a szélessávú módszerekhez képest. Ezen módszerek két nagy csoportba sorolhatók: rezonátor módszerekre és rezonáns perturbációs módokra. A rezonátor módszerek azok, amelyekben a mérendő anyag rezonátorként szolgál, és csak rendkívül alacsony veszteséges minták mérésére alkalmazható. (Chen, 2004).

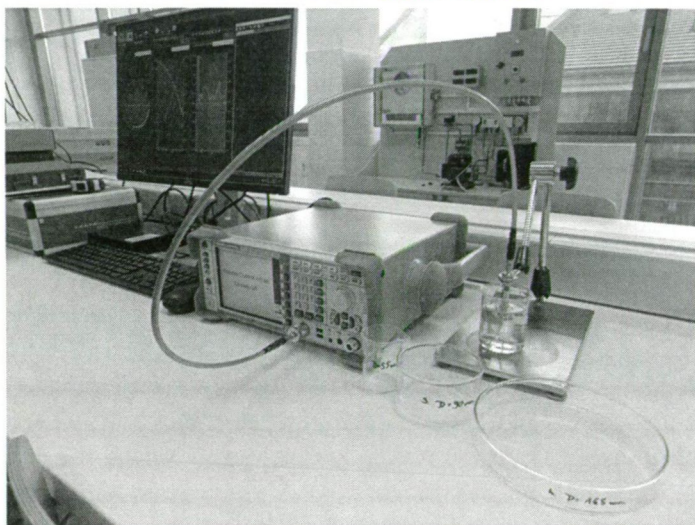
A rezonáns perturbációs módok azok, amelyekben a mintát egy rezonancia szerkezetbe vezetik be, ami válaszként perturbációt okoz. A perturbáció a rezonanciafrekvencia eltolódását okozza, és a rezonátor nem terhelt minőségi tényezőjének csökkenését eredményezi, amelyből a dielektromos tulajdonságok meghatározhatók.

A rezonáns perturbációs technika alkalmas az alacsony és mérsékelt veszteségi minták mérésére. Reflexiós és átviteli típusú rezonátor is alkalmazható erre a célra.

2. Anyag és módszer

2017-ben beszerzésre került egy DAK-3.5 mérőrendszer (1. ábra), mely alkalmas folyadékok, szilárd halmazállapotú és gél állagú anyagok dielektromos paramétereinek meghatározására. A mérési elve a nyitott végű érzékelőt alkalmazó eljárások közé tartozik. Az érzékelőt, amely az anyag felületéről visszavert jeleket fogadja, szilárd anyag esetén légrésmentesen az anyag felületéhez kell érinteni, vagy folyadékok esetén bele kell meríteni abba. Mivel a vizsgált anyag dielektromos paramétereit az anyag felületéről visszavert jelek reflexiós tényezőjéből számítjuk ki, ezért a mérési pontosság érzékeny minden olyan körülményre, amely megváltoztatná azok fázisát vagy amplitúdóját vagy akár magukat a visszavert jeleket. Az érzékelő egy koaxiális kábelen keresztül közvetlenül csatlakozik a vektor hálózat analizátorhoz, így biztosítva a visszavert jelek stabilitását. A mérőrendszer alkalmas 200MHz és 3GHz közötti frekvencia tartományban történő mérésekre, és többféle anyagra gyári kalibrációval rendelkezik.

1. ábra: DAK-3.5 mérőrendszer



Vizsgálataink során arra kerestük a választ, hogy a különböző mérési körülmények hogyan befolyásolják a mérési eredményeket. Ennek megfelelően a mintatartó anyagának (műanyag, üveg), az érzékelő bemerülési mélységének (0mm, 10 mm, 15mm, 25mm, 30mm, 51mm, (ez utóbbi a mintatartó aljától 5mm-es szintet jelentett), a minta mennyiségének (50ml, 100ml, 150ml, 200ml, 250ml), és a mintatartó átmérőjének (55mm, 65mm, 95mm, 103mm, 165mm) hatását vizsgáltuk a mért eredményekre három anyag (desztillált víz, etilalkohol és paradicsomlé)

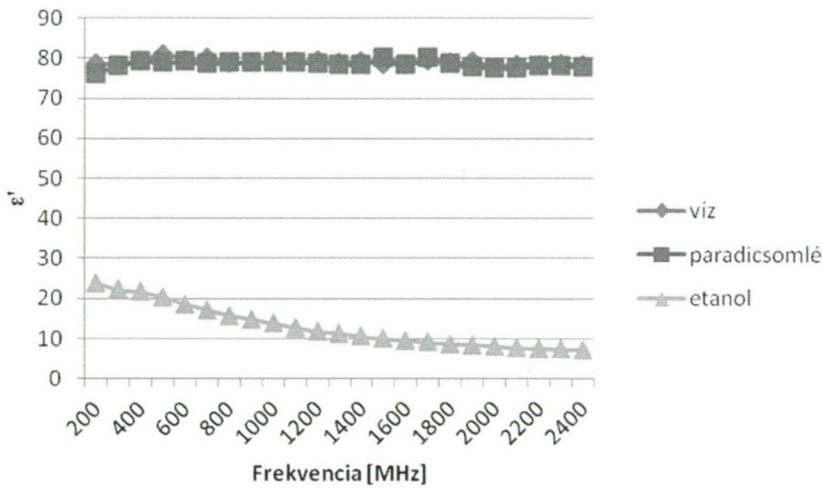
esetén. A mérések során a mérési frekvencia 200MHz és 2,4GHz között változott 100MHz lépésekben, a kiértékelésnél 10 mérés átlagát vettük figyelembe.

3. Eredmények és értékelésük

3.1. Dielektromos paraméterek változása a frekvencia függvényében

Első lépésként a három anyag dielektromos állandójának (ϵ') és veszteségtangensének ($\tan\delta$) változását vizsgáltuk a frekvencia függvényében. A mintatartó átmérője 55mm, anyaga üveg, a minta térfogata 100ml, az érzékelő bemenési mélysége 0mm volt. Az eredmények a 2. és 3. ábrán láthatók.

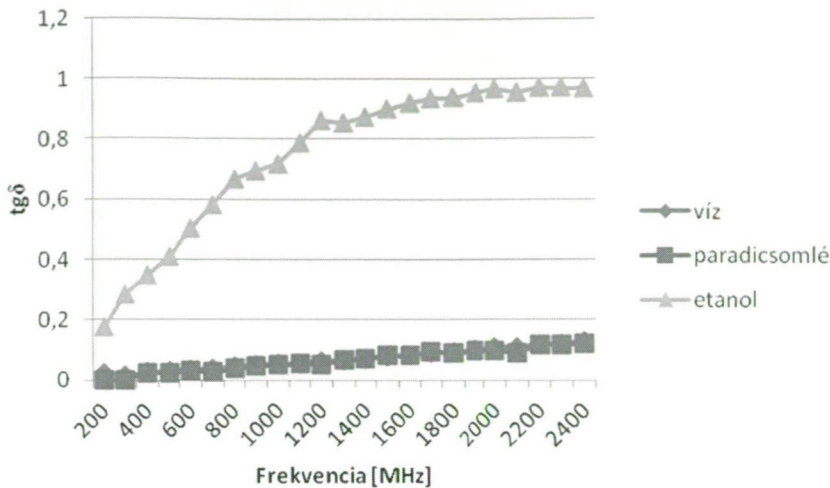
2. ábra: Dielektromos állandó változása a frekvencia függvényében



Látható, hogy mindkét paraméter azonos értéket mutat a víz és a nagy víztartalommal rendelkező paradicsomlé esetén, az etanol esetében pedig a szakirodalomban fellelhető eredményeknek megfelelőek a mért adatok. (Onimisi, 2015.)

A továbbiakban a kiértékelések során a 2400 MHz frekvenciához (háztartási és labor berendezéseknél a mikrohullámú kezelőegységekben alkalmazott magnetronok frekvenciája) tartozó paramétereket dolgoztuk fel. A bemutatott eredmények paradicsomlére vonatkoznak, de mindhárom anyag esetén elmondható, hogy 95% megbízhatósági szint mellett a mért értékeket egyik mérési körülmény sem befolyásolja.

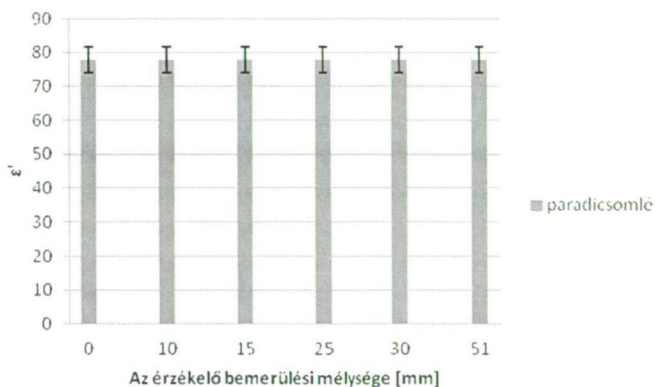
3. ábra: Veszteségtangens változása a frekvencia függvényében



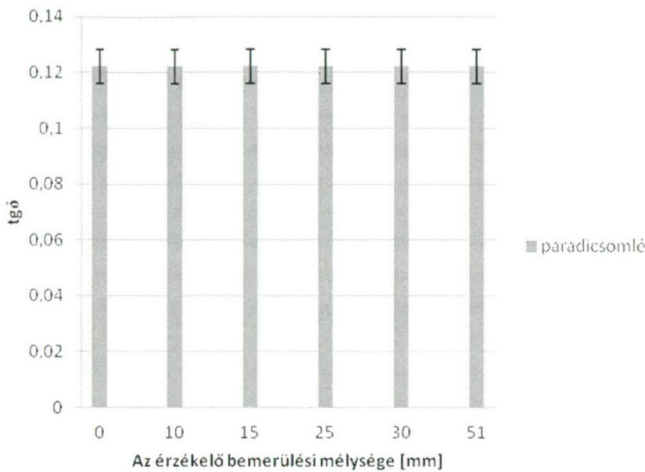
3.2. Dielektromos paraméterek változása az érzékelő bemerülési mélységének függvényében.

A mérés során az alkalmazott mintatartó átmérője 55mm, anyaga üveg, a minta térfogata 100ml volt, az érzékelő bemerülési mélysége 0mm és 51mm (a mintatartó aljától 5mm) között változott. Az eredmények a 4. és 5. ábrán láthatók.

4. ábra: Dielektromos állandó értékének változása az érzékelő bemerülési mélységének függvényében



5. ábra: Veszteségtangens értékének változása az érzékelő bemerülési mélységének függvényében



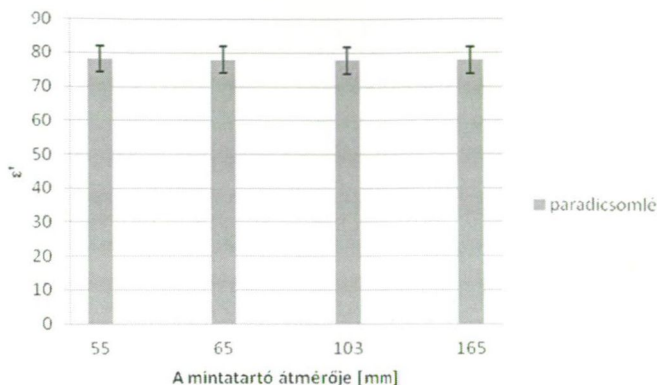
Látható, hogy 95%-os megbízhatósági szint mellett a mért eredmények minden bemerülési mélységnél a hibasávon belül maradnak. Ezek alapján megállapítható, hogy a nagy víztartalmú mintáknál egy adott mintaátmérő esetében a szenzor immerziós mélysége nem befolyásolja szignifikánsan a dielektromos paraméterek mérési bizonytalanságát.

3.3. Dielektromos paraméterek változása a mintatartó átmérőjének függvényében

A mérés során az alkalmazott minta térfogata 100ml, az érzékelő bemerülési mélysége 0mm volt, a mintatartó átmérője 55mm és 165mm között változott. Az eredmények az 6. és 7. ábrán láthatók.

Ebben az esetben is látható, hogy a mintatartó átmérője 95% megbízhatósági szint mellett szignifikánsan nem befolyásolja a mért értékeket. A Speag DAK 3.5 mérőrendszerrel elvégzett mérések pontosságát, a szenzor és a mintaátmérő arányának változása a 200 MHz – 3 GHz mérési frekvenciatartományban szignifikánsan nem befolyásolja.

6. ábra: Dielektromos állandó értékének változása a mintatartó átmérőjének függvényében



7. ábra: Veszteségtangens értékének változása a mintatartó átmérőjének függvényében

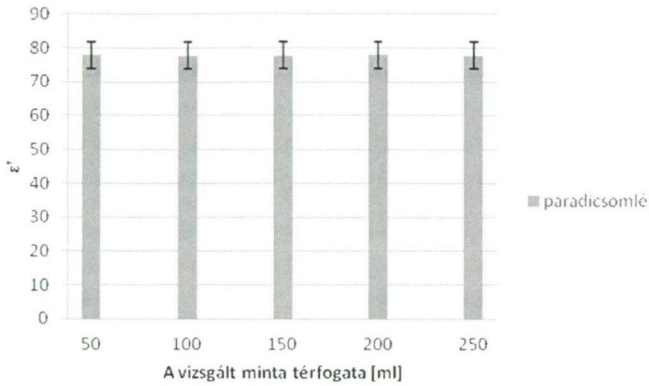


Ebben az esetben is látható, hogy a mintatartó átmérője 95% megbízhatósági szint mellett szignifikánsan nem befolyásolja a mért értékeket. A Speag DAK 3.5 mérőrendszerrel elvégzett mérések pontosságát, a szenzor és a mintaátmérő arányának változása a 200 MHz – 3 GHz mérési frekvenciatartományban szignifikánsan nem befolyásolja.

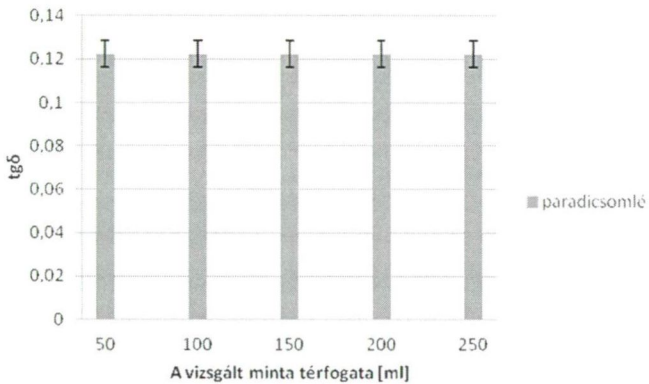
3.4. Dielektromos paraméterek változása a minta térfogatának függvényében

A mérés során az alkalmazott mintatartó átmérője 68mm, anyaga műanyag, az érzékelő bemenési mélysége 0mm volt, a minta térfogata 50ml és 250 ml között változott. Az eredmények a 8. és 9. ábrán láthatók.

8. ábra: Dielektromos állandó értékének változása a minta térfogatának függvényében

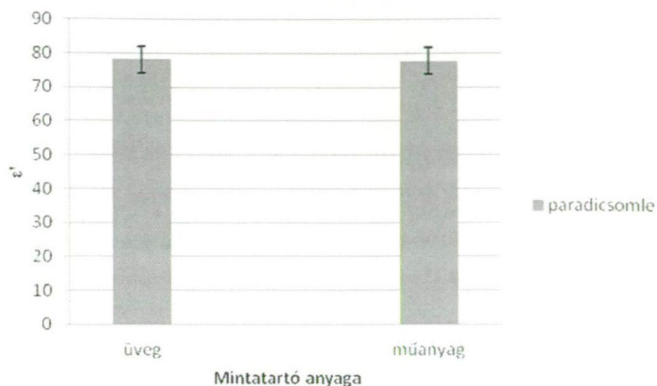


9. ábra: Veszteségtangens értékének változása a minta térfogatának függvényében

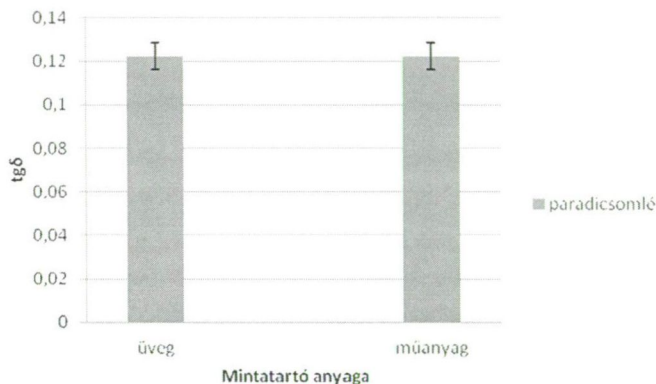


3.4. A mintatartó anyagának hatása a dielektromos paraméterek mérési eredményeire
 A mérés során az alkalmazott mintatartó átmérője 65mm (üveg) illetve 68mm (műanyag), az érzékelő bemenési mélysége 0mm, a minta térfogata 100ml volt. Az eredmények a 10. és 11. ábrán láthatók.

10. ábra: A mintatartó anyagának hatása a dielektromos állandó mért értékére



11. ábra: A mintatartó anyagának hatása a veszteségtangensre



A mintatartó anyagának – az eltérő saját dielektromos jellemzőik ellenére megfelelő minta folyadékszint/térfogat alkalmazásakor nincs számottevő hatása a minta esetében mérhető dielektromos jellemzők értékeire

4. Összegzés

A próbamérések során három folyadék vizsgálatára került sor. A kapott eredmények, azok feldolgozása és összehasonlítása alapján megállapíthatjuk, hogy a mérési körülmények vizsgált hatásai nem befolyásolják a mért paraméterek értékeit. Azt azonban meg kell említenünk, hogy az érzékelő és a hozzá kapcsolódó koaxiális vezeték mozgatása az eredmények torzulásához vezethet.

Irodalomjegyzék

Afsar, M. N., Birch, J. R. and Clarke, R. N. (1986): The Measurement of the Properties of Materials. *Proceedings of the IEEE*, 74 (1)

- Baker-Jarvis, J., Vanzura, E. J. and Kissick, W. A. (1990): Improved Technique for Determining Complex Permittivity with the Transmission/Reflection Method. *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, 38 (8)
- Chen, L., Ong, C., Neo, C., Varadan V. V., & Varadan, V. K. (2004): *Microwave electronics: Measurement and materials characterization*, John Wiley and Sons, Chichester (UK).
- Courtney, C. C. (1998): Time-Domain Measurement of the Electromagnetic Properties of Materials. *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, 46 (5): 517–522.
- Courtney, C. C. and Motil, W. (1999): One-Port Time-Domain Measurement of the Approximate Permittivity and Permeability of Materials. *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, 47(5): 551–555.
- Janezic, M. D. and Williams, D. F. (1997): Permittivity characterization from transmission-line measurement. Proc. Microwave Symposium Digest, *IEEE MTT-S International*, 3 (3): 1343–1346.
- Komarov, V. V. (2012): *Handbook of Dielectric and Thermal Properties of Materials at Microwave Frequencies*. Artech House.
- Kraszewski, A. (1996): *Microwave Aquametry – Electromagnetic Interaction with Water Containing Materials*. IEEE Press, New York.
- Kraszewski, A.W. (1980): Microwave aquametry – A review. *Journal of Microwave Power*, 15 (4): 209–220.
- Krupka, J. (2006b): Frequency domain complex permittivity measurements at microwave frequencies. *Meas. Sci. Technol.*, 17: R55 – R70.
- Murata, K., Hanawa, A. and Nozaki, R. (2005): Broadband complex permittivity measurement techniques of materials with thin configuration at microwave frequencies. *Journal of Applied Physics*, 98 (8): 084107-1–084107-8.
- Onimisi, M. Y., Ikyumbur, J. T. (2015): Comparative Analysis of Dielectric Constant and Loss Factor of Pure Butan-1-ol and Ethanol. *American Journal of Condensed Matter Physics*, 5 (3): 69–75.
- Varadan, V. V., Hollinger, R., Ghodgaonkar, D., & Varadan, V. K. (1991): Free-space, broadband measurements of high-temperature, complex dielectric properties at microwave frequencies. *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, 40 (5): 842–846.
- Wang, Z. Y., Kelly, M. A., Shen, Z. X., Wang, G., Xiang, X. D., Wetzel, J. T. (2002): Evanescent microwave probe measurement of low-k dielectric films. *Journal of Applied Physics*, 92 (2): 808–811.
- Yue, H., Virga, K. L., Prince, J. L. (1998): Dielectric Constant and Loss Tangent Measurement Using a Stripline Fixture. *IEEE Transactions on Components, Packaging and Manufacturing Technology – Part B*, 21 (4).