Medición de Permitividad Dieléctrica en Líquidos con Parámetros S

Déborah Higa^{#1}, Luciano Cismondi^{#2}, Pablo Grass^{#3}, Alejandro Henze^{*4}, Guillermo Monasterios^{*5}

[#]Medidas Electrónicas II, Universidad Tecnológica Nacional (UTN)

Facultad Regional Buenos Aires (FRBA)

¹ debihiga@gmail.com ² cismondil@gmail.com

³ grass.pablo@gmail.com

^{*} Instituto Nacional de Tecnología Industrial Buenos Aires, Argentina

⁴ ahenze@inti.gov.ar

⁵ guillem@inti.gob.ar

Abstract — **RF** characterization of dielectric properties of materials has gained increasing relevance, especially on microwave circuits research, as it allows results of electrical and/or magnetic materials. The following project consists in calculating the dielectrical complex permittivity liquids by measuring S-parameters of a rigid coaxial line acting as a coaxial probe.

Resumen — La caracterización de las propiedades dieléctricas de los materiales en RF ha ganado cada vez más importancia, en especial en los campos de investigación en circuitos de microondas, ya que permite obtener resultados del comportamiento eléctrico y/o magnético del material. El siguiente proyecto consiste en el cálculo de la permitividad dieléctrica compleja en líquidos midiendo los parámetros S en una línea coaxial rígida la cual actúa como una sonda coaxial.

Keywords — Complex permittivity, dielectric liquids, open-ended coaxial probe, VNA.

I. INTRODUCCIÓN

La medición de las propiedades dieléctricas implica caracterizaciones de la relación entre la permitividad relativa (ϵr) y la permeabilidad relativa (μr) de los materiales [1] [2].

La permitividad dieléctrica se compone de una parte real y una parte imaginaria:

• La parte real, conocida como constante dieléctrica, es una medida de la cantidad de energía almacenada en el material como producto de un campo eléctrico externo.

• La parte imaginaria, conocida como factor de pérdida, es una medida de la cantidad de energía disipada.

La relación entre la parte real e imaginaria se denomina tangente de pérdida o factor de disipación y se representa como tan (δ) .



Fig. 1: Representación gráfica del factor de disipación y sus componentes.

$$\tan(\delta) = \frac{\varepsilon''_r}{\varepsilon'_r} = \frac{1}{Q} = \frac{Energía\ disipada}{Energía\ almacenada} \tag{1}$$

La permeabilidad relativa también consta de una parte real, que representa la cantidad de energía almacenada debido a un campo magnético; mientras que su parte imaginaria representa las pérdidas magnéticas del material. La medición de la permeabilidad solo es aplicable a los materiales magnéticos, ya que en los no magnéticos es muy cercana a la del espacio libre. Por esta razón no se analiza en este proyecto.

II. MÉTODOS DE MEDICIÓN

Muchos métodos han sido desarrollados; cada uno se limita a frecuencias específicas, materiales y aplicaciones. El avance de la tecnología ha permitido utilizar programas e instrumentos que facilitan la obtención de los parámetros de transmisión y reflexión. Entre los procedimientos destacados se pueden encontrar [3]:

- Método por línea de transmisión.
- Método por espacio libre.
- Método por cavidad resonante.
- Método por sonda coaxial.

El último método mencionado es el utilizado en este proyecto debido a que es no destructivo, de ancho de banda amplio (ideal para líquidos), relativa facilidad de construcción y además necesita un VNA de un solo puerto.

III. DESARROLLO DEL TRABAJO

Se detallan a continuación las ventajas y desventajas del método empleado:

- Ventajas:
- No requiere mecanizado del material bajo ensayo.
- Luego de la calibración, la repetitividad del ensayo es elevada.

• La medición puede realizarse en un ambiente de temperatura controlada.

Desventajas:

- Solo se puede medir el coeficiente de reflexión.
- La medición se ve afectada por gaps de aire entre la sonda
- y la muestra y por pérdidas en el conector coaxial.

El método consiste en la utilización de un coaxial como línea de transmisión para propagar señales a distintas frecuencias, medir su coeficiente de reflexión S_{11} y en base a este, obtener la permitividad del líquido que actúa como dieléctrico dentro del mismo.

Se definen a continuación las partes involucradas:

Vector Network Analyzer (VNA): realiza la medición del parámetro S_{11} en función de las frecuencias programadas. Consiste en un generador de señal que excita a determinadas frecuencias al dispositivo bajo prueba (MUT, Material Under Test). El receptor sintonizado a dichas frecuencias, detecta las señales vectoriales reflejadas e incidentes del MUT y el display muestra su cociente como módulo y la fase con los errores propios del sistema corregidos.



Fig. 2: Setup del VNA utilizado.

Sonda: consiste en un coaxial de aire rígido de cobre con un extremo abierto (open-ended). Se rellena con el líquido a analizar para provocar un cambio en los campos eléctricos y magnéticos en el coaxial y así relacionar la medición del parámetro S_{11} con la permitividad de dicho material.

Software: convierte el parámetro S_{11} obtenido de la medición en la permitividad compleja εr a través de algoritmos iterativos.

IV. VNA (VECTOR NETWORK ANALYZER)

Para realizar las mediciones se utilizó un VNA Rohde & Schwarz ZVRE, junto a un termómetro digital para verificar temperatura. Además del agua, también se calentó la sonda ya que su masa térmica es mucho más grande que la del agua en su interior. De este modo, se consiguieron temperaturas estables mientras se realizaba el proceso de medición, manteniendo la temperatura a la cual se encuentra el agua. Se realizó un barrido en frecuencia, partiendo de 300kHz hasta 4GHz con los siguientes pasos:

- 300kHz a 1MHz en pasos de 10kHz.
- 1MHz a 10MHz en pasos de 100kHz.
- 10MHz a 100MHz en pasos de 1MHz.
- 100MHz a 1GHz en pasos de 10MHz.
- 1GHz a 4GHz en pasos de 100MHz.



Fig. 3: Proceso de medición de S₁₁ con VNA

V. CONSTRUCCIÓN DE LA LÍNEA DE TRANSMISIÓN

La mecanización de la sonda se realizó teniendo en cuenta una impedancia característica del sistema de 50Ω con un dieléctrico de aire y también teniendo especial atención a la necesidad de poder introducir un líquido dentro de la sonda para que actúe como dieléctrico.

Se construyó de cobre y con un diámetro exterior "D" suficiente para que pueda alojar un conector tipo N en uno de sus extremos. Además, el conductor de cobre más fino conseguido fue de 8mm de diámetro "d", por lo tanto la dimensión "d" queda definida y se calcula "D" en base a la impedancia característica de un coaxial:

$$Z_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{\mu}{\varepsilon}} ln\left(\frac{D}{d}\right) = \frac{59,9586}{\sqrt{\varepsilon_r}} ln\left(\frac{D}{d}\right)$$
(2)

En este caso es:

$$Z_0 = \frac{59,9586}{\sqrt{1,0059}} ln\left(\frac{18.4}{8}\right) = 49,79 \cong 50\Omega \tag{3}$$

Otro tema a resolver fue que dadas las dimensiones del conector tipo N y su dieléctrico, se adaptó el extremo del conductor central al pin central del conector, siempre manteniendo la relación de diámetros para mantener la impedancia característica.



Fig. 4: Plano de la sonda construida [mm].



Fig. 5: Vista lateral de los conductores de la sonda.



Fig. 6: Vista inferior (izq.) y posterior (der.) de la sonda.

VI. FORMULACIÓN DEL MÉTODO

El VNA se calibró con el método OSM y con el plano de referencia del conector N(m) como plano de calibración.



Fig. 7 Setup de medición utilizado.

Partiendo de la medición del S₁₁:

$$\Gamma in_2 = s_{11} \tag{4}$$

$$Zi_2 = Zo_2 \frac{1}{1 - \Gamma i n_2}$$
(5)

$$Zi_{1} = \frac{j(Zo_{2})^{2} \cdot tg(\beta_{2}l_{2}) - Zi_{2}Zo_{2}}{jZi_{2} \cdot tg(\beta_{2}l_{2}) - Zo_{2}}$$
(6)

Y teniendo en cuenta la definición de *Zo* de una línea de transmisión coaxial:

$$Zo = \sqrt{\frac{L}{C}}$$

con $L\left[\frac{Hy}{m}\right] = \frac{\mu_0}{2\pi} ln\left(\frac{D}{d}\right)$ y $C\left[\frac{F}{m}\right] = \frac{2\pi\epsilon_0\epsilon^*}{ln\left(\frac{D}{d}\right)}$
Entonces: $Zo[\Omega] = \frac{1}{2\pi}\sqrt{\frac{\mu_0}{\epsilon_0\epsilon^*}}ln\left(\frac{D}{d}\right)$

Reemplazándola en la ecuación (6) de la impedancia de entrada de una línea coaxial (sin perdidas) [4] con carga infinita se obtiene:

$$Zi_{1} = \frac{Z_{o1}}{jtg(\beta x)} \rightarrow Zi_{1} = \frac{\frac{1}{2\pi}\sqrt{\frac{\mu_{0}}{\epsilon_{0}\epsilon^{*}}} \cdot ln\left(\frac{b}{a}\right)}{jtg\left(\frac{2\pi\sqrt{\epsilon^{*}} \cdot f \cdot l_{1}}{c}\right)}$$
(7)

Donde igualando las dos últimas ecuaciones, se debe iterativamente encontrar el valor del ε^* .

A. Resolución de las ecuaciones por software

La ecuación se planteó de la siguiente manera para obtener sus raíces:

$$0 = \frac{\frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{\mu_0}{\epsilon_0 \epsilon^*}} . \ln\left(\frac{b}{a}\right)}{jtg\left(\frac{2\pi\sqrt{\epsilon^*}.f.l_1}{c}\right)} - Zi_1 \tag{8}$$

Para resolver la ecuación no lineal de incógnita compleja se utilizó la función *fsolve* de la librería *scipy* de Python que utiliza los algoritmos *hybrd* y *hybrj* de *MINPACK* [5]. El propósito de dicha función consiste en encontrar un cero en un sistema de N ecuaciones no lineales mediante el método híbrido de Powell [6]. Para ello, debe recibir como parámetros obligatorios la ecuación a resolver y un valor estimado de las raíces. Este último parámetro es importante por dos razones:

• El algoritmo luego de una determinada cantidad de iteraciones devuelve el último valor al que llegó y un mensaje indicando que no logró converger. Por eso se necesita previamente conocer un estimativo de la raíz, para informárselo y ayudarlo a converger rápido.

• La ecuación tiene infinitas soluciones dado que se trata de la intersección entre una hipérbola y una tangente periódica en variable compleja. Esto se puede observar gráficamente:



Fig. 8 Parte real (izq.) y parte imaginaria (der.) de la tangente en variable compleja.



Fig. 9 Parte real (izq.) y parte imaginaria (der.) de la hipérbola en variable compleja.

Por lo tanto, es importante conocer los valores teóricos y proporcionárselos a la función para que no diverja y para que no caiga en soluciones locales no deseadas. Para ello, recurrimos al modelo de Debye [7]:

$$\epsilon^* = \epsilon_{\infty} + \frac{\varepsilon_S - \varepsilon_{\infty}}{1 + j\omega\tau} \tag{9}$$

Dónde:

 ε_{∞} : permitividad relativa a alta frecuencia ε_{s} : permitividad relativa a la frecuencia 0 (estática) τ : tiempo de relajación

Tanto ε_s como τ son inversamente proporcionales a la temperatura. Basándonos en [8] obtuvimos los valores empíricos para cada frecuencia y temperatura del agua destilada que se detallarán en la siguiente sección.

VII. RESULTADOS

En las Fig. 10 y Fig. 11 se pueden observar los resultados obtenidos de la permitividad relativa y la tangente de pérdida, respectivamente.

Ambos resultados se obtuvieron con los métodos descriptos en VI, a partir de la parte real e imaginaria de S_{11} entregadas por el VNA.



Fig. 10 Permitividad relativa del agua destilada



Fig. 11 Tangente de pérdida del agua destilada

Teniendo como referencia el comportamiento teórico del agua a distintas temperaturas:



Fig. 12 Efecto de la temperatura en la permitividad relativa y la tangente de pérdida del agua destilada [8]

Se puede observar que las mediciones realizadas se encuentran en el rango de frecuencias donde el comportamiento de la permitividad relativa es prácticamente constante.

En los resultados obtenidos se puede apreciar la variación de la permitividad relativa en función de la temperatura, dentro del rango esperado.

VIII. DISCUSIÓN

Comparando las mediciones obtenidas, con los valores teóricos calculados, se pueden notar tres tendencias significativas.

• La primera es que las mediciones tienen un alto grado de repetitividad, ya que se a distintas temperaturas y en distintos ensayos realizados, se observaron picos y valles sistemáticos. Se considera que es debido al error de método de medición (configuración mecánica de la sonda, VNA, agua utilizada, etc.) ya que se puede observar que para todas las mediciones a diferentes temperaturas, la forma de los datos en función de la frecuencia se repite sistemáticamente.

• La segunda es que a frecuencias comprendidas entre 300kHz y 20MHz, el valor medio de la curva medida, sigue a la curva teórica. Inclusive se compara el valor medio de la parte real (constante dieléctrica) con valores obtenidos en [9] y resultan concluyentes. • La tercera es que a frecuencias mayores de 20MHz, hasta 1GHz la medición arroja valores erráticos. Esto es debido a la frecuencia de corte de la sonda. Si se calcula, tomando la fórmula para un cable coaxial [9] y considerando el épsilon del agua y las dimensiones de la misma, se obtiene:

$$f_{C[GHz]} = \frac{190,5}{\sqrt{\varepsilon_r}(D+d)_{[mm]}} = \frac{190,5}{\sqrt{81}(18,4+8)_{[mm]}}$$
(10)
= 0.803 GHz

Se puede observar que este valor es cercano a la frecuencia donde la medición discrepa de los valores teóricos esperados.

Para frecuencias mayores a 1GHz, los valores obtenidos en las mediciones comienzan a ser erráticos y no responden al comportamiento esperado.

IX. CONCLUSIONES

Con respecto a la sonda, se considera un buen primer prototipo para realizar mediciones por debajo de los 20MHz. En caso de necesitar evaluar el comportamiento de la permitividad dieléctrica por sobre dicha frecuencia, debe ser rediseñada.

Según lo discutido en VIII, se deben modificar las dimensiones "D" y "d" de acuerdo a una frecuencia de corte de al menos 3 o 3.5GHz con un $\varepsilon_r = 81$ (agua destilada), y que mantenga una $Z_0 = 50 \Omega$ para el aire.

Partiendo de (10), la frecuencia de corte, y (5), la impedancia característica, se calculan los valores de "D" y "d":

De (10)
$$\rightarrow (D+d)_{[mm]} = \frac{190.5}{\sqrt{\varepsilon_r} f_{C_{[GHz]}}}$$
 (11)

Denominando $K_2 = \frac{190,5}{\sqrt{\varepsilon_r} f_{C_{[GHZ]}}}$ (valor (12)

De (2)
$$\rightarrow \left(\frac{D}{d}\right) = e^{\frac{Zo\sqrt{\varepsilon_r}}{60}}$$
 (13)

Denominando $K_1 = e^{\frac{Zo\sqrt{\varepsilon_r}}{60}}$ (valor numérico) (14)

K₁ se obtiene considerando:

$$Zo = 50\Omega$$
 y $\varepsilon_r = 1$ (aire) $\rightarrow K_1 = 2,301$

Y K₂ lo tenemos que calcular considerando:

$$f_{C_{[GHz]}} = 3.2$$
 y $\varepsilon_r = 81$ (agua) $\rightarrow K_2 = 6,6146$

Partiendo de (11) y (13) y teniendo en cuenta las definiciones de las constantes $K_1 y K_2$,

$$(D+d)_{[mm]} = K_2 \qquad \qquad \left(\frac{D}{d}\right) = K_1$$

Donde de la última se despeja $D = K_1$. d y se sustituye en su anterior, para lograr encontrar la expresión de "d" en función de las constantes del sistema:

$$K_1.d + d = K_2 \rightarrow d(1 + K_1) = K_2 \rightarrow d = \frac{K_2}{1 + K_1}$$

Finalmente, reemplazando los valores calculados de las constantes:

$$d = 2,004mm$$
 y $D = 4,611mm$

Como se puede observar, las dimensiones son más pequeñas y plantea un desafío mecánico a la hora de construir la sonda. El conector más cercano a estas dimensiones es el SMA.

Además, para garantizar que los conductores estén siempre concéntricos, se debería reemplazar la carga open por una terminación tipo short hecho a medida para la sonda (dimensiones y rosca).

Esto traería dos ventajas:

• La misma terminación short diseñada correctamente sirve como guía para mantener la coaxialidad del sistema.

• Se elimina cualquier tipo de deformación del campo TEM en el plano del borde donde está definido el open. Esto se traduce en la aparición de capacidades parásitas variables con la frecuencia y el valor de ZL deja de ser infinito. Además un short coaxial siempre es una referencia mucho más precisa en alta frecuencia.

Otro punto analizado del método de medición, es que por tener una línea de transmisión terminada con una carga tipo open (o short como se propone mejorar el sistema), se producirán *fenómenos de resonancia a distintas frecuencias*. Estas frecuencias dependen de las dimensiones "D", "d" y el largo de la sonda, como así su dieléctrico. Es por ello que, en frecuencias más bajas de las esperadas, se encuentra dispersión en las mediciones realizadas.

Por último, al realizar las mediciones se observa que el cobre contamina la muestra de agua al elevar su temperatura, por lo cual no resultaba lo mismo medir a temperaturas bajas e ir aumentando la temperatura de la sonda, o medir a alta temperatura dejar enfriar la sonda para realizar las mediciones a temperaturas bajas. Debido al efecto causado por el material de la sonda, se debió reemplazar el agua cada vez que se hacía un cambio de temperatura, con el fin de garantizar que se encuentre en su estado más puro.

De todos modos, se concluye que el presente trabajo es un buen avance para demostrar que el método de medición prueba ser útil para caracterizar materiales líquidos donde su preparación en otros métodos convencionales puede ser engorrosa y en algunos casos poco realizables.

X. REFERENCIAS

- [1] Dielectrics and Waves, Von Hippel, Chapter 1.1.
- [2] Advance Engineering Electromagnetics, Balanis, Chapter 2.2.
- [3] AN 5989-2589EN ,Agilent Technologies.
- [4] Field and Wave Electromagnetics, Cheng, Chapter 9-4.1.
- [5] http://docs.scipy.org/doc/scipy-0.17.0/reference/generated/scipy.optimize.fsolve.html
- [6] Documentation for MINPACK subroutine HYBRD, Garbow, Hillstrom, More.
- [7] Dielectrics and Waves, Von Hippel, Chapter 2.22.
- [8] Permittivity and Measurements. Komarov, Wang, Tang.
- [9] Transmission Line for Broadcast Applications, Fanton.
- [10] IEEE Transactions on instrumentation and measurement, VOL 46 NO 5 October 1997.