

福岡工業大学 機関リポジトリ

FITREPO

Title	光学結晶を参照物質として用いたマイクロ波同軸プローブ反射法
Author(s)	中西 真大
Citation	福岡工業大学総合研究機構研究所所報 第2巻 P67-P71
Issue Date	2020-2
URI	http://hdl.handle.net/11478/1534
Right	
Type	Departmental Bulletin Paper
Textversion	Publisher

Fukuoka Institute of Technology

光学結晶を参照物質として用いたマイクロ波同軸プローブ反射法

中西 真大 (工学部電気工学科)

Microwave Coaxial Probe Reflectometry Using Optical Crystals as References

Masahiro NAKANISHI (Department of Electrical Engineering, Faculty of Engineering)

Abstract

Coaxial probe reflectometry is a powerful method to evaluate complex permittivity of materials in broadband microwave frequency range. This method requires reference materials, and then water is typically used because of its easy availability and high dielectric constant. However, water is no longer used below 0 °C since it freezes. In this paper, some of optical crystals, KRS-5 and sapphire, are proposed as alternative reference materials to water. These materials have high and frequency independent dielectric constant in microwave frequency range. A fixture to install a disc-shaped crystal to the probe was also developed. The performance of using these optical crystals as references was evaluated by measuring ethanol and compared to conventional method. The result reveals KRS-5 and sapphire can be actually used as reference materials with comparable accuracy to water.

Keywords : microwave, coaxial probe reflectometry, complex permittivity, KRS-5, sapphire

1. 緒言

マイクロ波領域における誘電率測定は物性科学, 電気・電子材料開発, 電磁波と生体の相互作用の評価など, 様々な分野を支えている。例えば, 多くの液体の配向緩和時間は 1 ps から 1 ns (約 100 MHz から 100 GHz) 程度であり, マイクロ波領域の誘電率周波数依存性を調べることで, 分子の配向運動を調べることができる。一方, IOT を支える高度な通信技術には新規の材料とそれらの評価が不可欠であるが, 高周波での誘電率は最も基本的な性質のひとつであろう。また, そうした情報を搬送する電磁波の人体への影響を調べるためには, GHz 周辺での水や生体高分子の電場への応答, すなわち誘電率の知見が欠かせない。このように, マイクロ波における誘電率測定の重要性は, 高速通信の進化とともにますます高まっていくと考えられる。

こうした誘電率測定の中で, 同軸プローブ反射法は 1 MHz ~ 50 GHz における最も一般的な方法の一つである。広帯域測定が可能で, 一つの周波数における誘電率の値だけでなく, 対数軸で 1 桁~2 桁程度にわたる周波数依存性(誘電スペクトル)を測定できることが最大のメリットであろう。一方, この方法は相対測定であるので, 参照物質を用いた校正が必要で, 空洞共振法などと比べると精度が低いことがデメリットである。

この同軸プローブ反射法では, 水が参照物質として使われることが最も多い。これは, 水の誘電率が約 80 程度と液体の中では極めて大きく, なおかつ安価で非常に手に入りやすいことが最大の理由であろう。また, プローブ先端を水の中に浸すだけで測定できるという簡便さも特筆すべき点である。水を参照にすることは, 水溶液などの水とよく似た電気的性質の物質を測定する場合には, 理にかなっていると言える。

一方で, 水は 0 °C で凍結するため, それ以下の温度で測定ができないという強い制約が生じる。また, 水は 20 GHz 付近に電子レンジの誘電加熱でよく知られる誘電緩和モードがあり, その周波数付近で誘電率が大きく変化するため, わずかな温度のずれによっても, 得られた誘電スペクトルに系統的な歪が生じやすい。

こうした水の弱点を補完する参照物質として, 本稿では sapphire と KRS-5 という二つの光学結晶を用いることを提案する。これらの物質は固体であるため, 水のような液体とは試料の接触のさせ方が異なる。そのため, 固体試料を接触させる治具の開発も行った。最後に, これらの参照物質を用いて ethanol の誘電率測定を行い, 水と遜色ない結果を得ることができることを示す。

2. 同軸プローブ反射法とその校正方法

本稿で提案する光学結晶を用いた校正について述べる前に、まず同軸プローブ反射法の測定原理とその校正法について簡単にまとめることにする。

同軸プローブ反射法はベクトルネットワークアナライザ (VNA) に同軸構造のプローブを接続し、VNA で複素反射係数を測定することで、誘電率を測定する方法である。一般的に、特性インピーダンス Z_0 の線路の終端に接続されたインピーダンス Z_L の負荷からの複素反射係数 Γ は

$$\Gamma = \frac{Z_L - Z_0}{Z_L + Z_0} \quad (1)$$

で与えられるから、反射係数を測定することで終端のインピーダンスを知ることができる。

同軸プローブは、中心導体と外部導体からなる円筒同軸管を、プローブの先端において軸と垂直な方向に切断した構造を持つ。同軸管では電場は中心導体から外部導体へ向かって、直径と平行になっているが、プローブ先端の切断面では、電場は先端の先の空間に湾曲しながら漏れ出す。この漏れ電場はプローブの終端に接続されたコンデンサとみなせる。このコンデンサの静電容量を C_0 とすると、終端のインピーダンスは $Z_L = 1/(i2\pi f C_0)$ となる。ただし、 f は周波数、 $i = \sqrt{-1}$ である。

プローブの終端が複素誘電率 $\epsilon^* = \epsilon' - i\epsilon''$ (ϵ' は比誘電率、 ϵ'' は比誘電損率) の媒質で満たされている場合には、静電容量が ϵ^* 倍になり、終端のインピーダンスは $Z_L = 1/(i2\pi f C_0 \epsilon^*)$ となる。プローブ終端を複素誘電率が既知の媒質で満たしたとき、終端を開放した場合の反射係数との比較から、 C_0 の値を決めることができる。その値を用いて、プローブ先端を未知試料で満たしたときの反射係数の測定(従ってインピーダンス)からその誘電率を求めることができる。これを適当な周波数範囲で、周波数を変えながら繰り返すことで、広帯域での誘電率を測定できる。

実際の測定では、VNA とプローブ終端との間のケーブルやプローブにおける電磁波の伝搬によって生じる位相の変化や強度の減衰の寄与を、VNA で測定した反射係数から除き、プローブ先端における反射係数を求めるために、校正を行う必要がある。この校正には、開放 (Open)、短絡 (Short)、整合負荷 (Load) を用いた OSL 校正法などがあるが、プローブの場合には先端に整合負荷を接続することは難しいため、対称性を仮定してパラメータを一つ減らした OS 校正法が用いられるのが一般的である。これに参照物質の測定を加えて終端の静電容量 C_0 も除くと、未知試料の複素誘電率 ϵ_x^* は

$$\epsilon_x^* = \frac{(\Gamma_m^{OP} - \Gamma_m^{ST})(\Gamma_m^{REF} - \Gamma_m^X) - (\Gamma_m^{REF} - \Gamma_m^{ST})(\Gamma_m^{OP} - \Gamma_m^X)}{(\Gamma_m^X - \Gamma_m^{ST})(\Gamma_m^{REF} - \Gamma_m^{OP})} \epsilon_{REF}^* \quad (2)$$

で求めることができる。ここで、 Γ_m^{OP} 、 Γ_m^{ST} 、 Γ_m^{REF} 、 Γ_m^X は、それぞれプローブ先端を開放したとき、短絡したとき、参照物

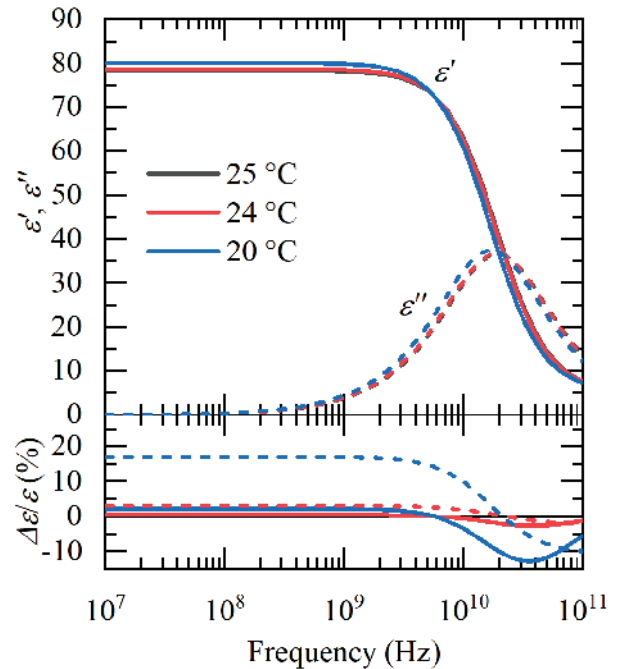


図 1. 25 °C, 24 °C, 20 °C における水の誘電スペクトル (上部) と. 25 °C, 24 °C のスペクトルと 20 °C のスペクトルの差 (下部). 図中では 25 °C のスペクトルと 24 °C のスペクトルはほとんど重なって判別しづらくなっている。

質を接触させたとき、未知試料を接触させたときに VNA で測定される複素反射係数、 ϵ_{REF}^* は参照物質の複素誘電率である。

同軸プローブ反射法で一般的に用いられる参照物質は水である。水は誘電率液体の中では最も誘電率が大きな物質の一つで、安価で手に入りやすく、容器に入れた水中にプローブを浸すだけで参照物質の測定ができる簡便さから、参照として好都合な物質である。特に、水溶液など、水とよく似た誘電特性の物質を測定するには最適である。

一方で、水は 0 °C で凍結するため、その温度より低温では参照物質としての用をなさない。精密な測定では、各温度点ごとに参照物質の測定を行う必要があるため、このような温度の制限は実用上大きな問題である。

さらに、水は 20 GHz 付近に誘電緩和モードがあり、その周波数付近で誘電率が大きく変化する。この周波数は温度によって変化するため、スペクトルに不均一な歪をもたらす。図 1 上部は文献に報告されているパラメータを用いて再現した 25 °C, 24 °C, 20 °C 水における水の誘電スペクトルである。周波数の増加に従って比誘電率 ϵ' の減少がみられる。それに伴って、20 GHz 辺りで誘電損率 ϵ'' がピークを示している。これが水の誘電緩和モードである。この周波数は温度によって変化し、図 1 では温度が 25 °C から 20 °C へ変化する

るに従って、ピークの位置が低周波側へのシフトしていることが確認できる。

この変化をプロットしたのが図1下部である。温度 T における誘電率 $\epsilon'(T)$ と温度 25 °C における誘電率との差 $\Delta\epsilon'(T) = \epsilon'(T) - \epsilon'(25\text{ °C})$ を $\epsilon'(25\text{ °C})$ で除して、相対値を%で表した。実際の温度と参照値の温度が 1 °C ずれていただけでも数%程度の誤差になり、その誤差は周波数によって一定ではなく系統的な変化を示すことが分かる。これは誘電緩和モードのピーク位置が温度によって変化するためであるが、こうした不均一な誤差はスペクトルの歪につながるため、スペクトルの形状を議論する場合には厄介な問題となる。



図2. 本研究で作成した光学結晶を参照物質として測定するための治具。

3. 光学結晶を用いた校正

上述の凍結と誘電緩和モードの干渉の問題を解決するために、本稿では水の代わりに光学結晶を参照として用いることを提案する。まず、結晶であれば、ほとんどの場合（構造相転移点をまたがない限り）、凍結のような不連続性の問題は生じえない。また、光学結晶の中には、マイクロ波領域に誘電緩和モードを持たず、広い周波数領域で一定の誘電率を示すものが存在する。さらに、光学結晶は光学用窓材などとして市販されており、高精度に研磨された面を持つ材料が手に入りやすい。

こうした要請を満たす実用的な参照物質として、本稿では sapphire と KRS-5 を用いた結果を報告する。

sapphire は Al_2O_3 の三方晶結晶で光学結晶として最もよく用いられるものの一つである。誘電率は軸方向によって異なり、 $\epsilon_{11} = \epsilon_{22} = 9.34$, $\epsilon_{33} = 11.54$ (298 K) で 100 Hz ~ 8 GHz の間でほぼ一定である。これは $\tan \delta$ が無視できるほど小さいこと意味する。本研究では、3つの軸方向の誘電率の平均をとり、さらに誘電率が周波数によらず一定であるとみなして、 $\epsilon_{\text{ref}}^* = 10.07 - i 0$ とした。

KRS-5はタリウムハライドの混晶 $(\text{Tl Br})_{45.7}(\text{Tl I})_{54.3}$ である。赤外用窓材や高い屈折率を生かして全反射吸収プリズムとしてよく用いられる材料である。sapphire などと比べて、

マイクロ波領域での誘電率はあまり詳細には調べられていないが、文献によると 10 GHz における室温での誘電率が 30.6 で $\tan \delta = 4 \times 10^{-3}$ である。水への溶解度は 0.02 g/100 g で水にほとんど解けないが、毒物であるタリウムを含むので、切削した際の粉じんなどには十分注意する必要がある。

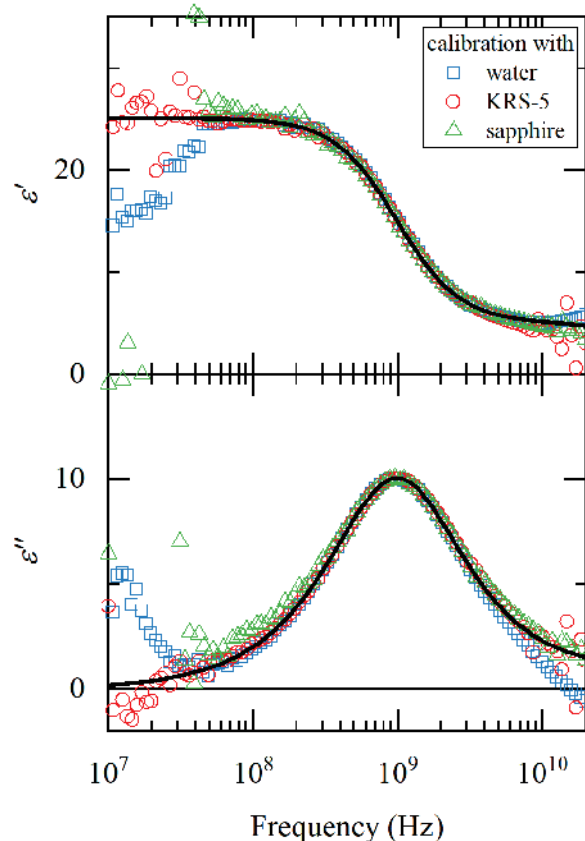


図3. 水、KRS-5、sapphire のそれぞれを参照物質として測定した ethanol の誘電スペクトル。

4. 固体参照物質の測定治具の作製

本研究では同軸プローブとして市販の高温プローブ (85070D, Keysight, Santa Rosa, CA, USA) を用いた。適用周波数範囲は 200 MHz ~ 20 GHz である。このプローブは先端に固定用のフランジがついているのが特徴で、短絡板をプローブ先端に押し付ける治具を取り付けることができる。

このプローブ先端のフランジを利用して、参照物質をプローブ端面に押し付ける治具を製作した。治具の写真を図2に示す。銀色の部分が Keysight の高温プローブ、真鍮でできた部分が製作した治具である。治具下部のハンドルを回すことによって、中心部の小ステージを上下に動かすことができるようになっている。ステージの上には参照物質（写真では桃色の KRS-5）が載せられている。ステージと参照物質の間には、ウレタンゲル (PN30L, プロセブン, 大阪市) をディスク

ク状に切り出したものを挟み、プローブ端面と参照物質の表面を互いに平行に接触させ、参照物質をプローブ端面に密着させることができるようになっている。

5. 実験方法

複素反射係数を測定するために、VNA (E8364B, Keysight) を用いた。VNA のポートにケーブルを介して同軸プローブを接続した。ケーブルとプローブの間を校正面として OSL 校正 (85056D, Keysight) を行い、この面から見たプローブ側の反射係数を取得した。プローブを開放したとき、短絡させたとき、参照物質を押し当てたとき、未知試料に浸したときの校正面での反射係数をそれぞれ Γ_m^{op} , Γ_m^{st} , Γ_m^{ref} , Γ_m^x として、式(2)に代入し、未知試料の複素誘電率 ϵ_x^* を求めた。すべての実験は温度 24.5 °C ~ 25.0 °C の室温中で行った。

光学結晶の参照物質として、sapphire (SA13-2, ピアーオプティックス社, 館林市) と KRS-5 (S5/13-2, ピアーオプティックス社) を用いた。いずれも直径 13 mm, 厚さ 2 mm のディスク状の窓材である。sapphire はランダムカットの物であり、結晶方向は不明である。光学結晶の測定では、上述の測定治具を用いて参照物質を押し当てて測定を行った。

比較のために水も参照試料として測定した。ビーカーに満たした超純水 (富士フィルム和光純薬, 大阪市) にプローブの先端を浸して、測定を行った。

参照物質の測定後、被測定物質として ethanol の測定を行った。水と同様に、ethanol (富士フィルム和光純薬, 大阪市) 中に、プローブ端面を浸して測定した。

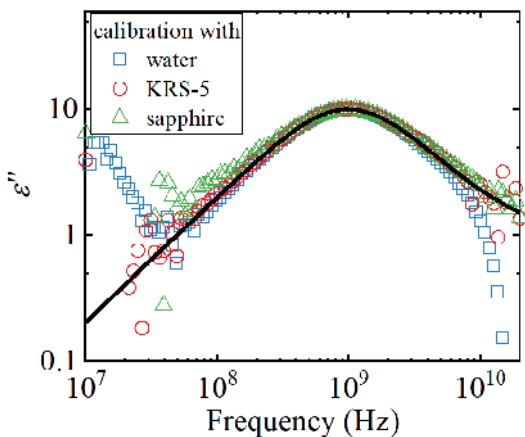


図 4. 図 3 の誘電損率 ϵ'' の周波数依存性の対数表示。

6. 結果と考察

図 3 は水、KRS-5、sapphire のそれぞれを参照物質として測定された ethanol の誘電スペクトルである。太線は Petong らによる文献値である (図 4 は図 3 の ϵ'' の対数表示)。ここでは、 ϵ'' のピークが文献値に合うようにスペクトル全体に定数をかけて比較した。これは反射法が相対測定であり、絶

対値よりもスペクトルの形状が精度よく得られているかが重要なためである。KRS-5 の誘電率は温度によって変化し、温度依存性まで含めた精密な参照データは見つからなかった。sapphire については、誘電率もその温度依存性も詳しく調べられているが、参照試料自体がランダムカットで結晶軸の方向が不明なため、正確な絶対値は不明である。

図 3 の KRS-5 参照の ethanol のスペクトルは ϵ' , ϵ'' ともに 50 MHz から 10 GHz 程度まで文献値とよく一致した。sapphire 参照のスペクトルは、200 MHz 以下の周波数では文献値からのずれが大きくなったが、逆に高周波側では 20 GHz 付近までよく文献値と一致した。これは KRS-5 と sapphire の誘電率の大きさの違いによる。前者は誘電率が約 30、後者は約 10 と、3 倍程度異なる。低周波では静電容量の大きい方が感度が高いため、KRS-5 の方が精度が高い。逆に高周波では静電容量が大きいものほど共鳴の効果が低周波に入り込むため、誘電率の小さな sapphire の方が精度がよくなったものと理解できる。

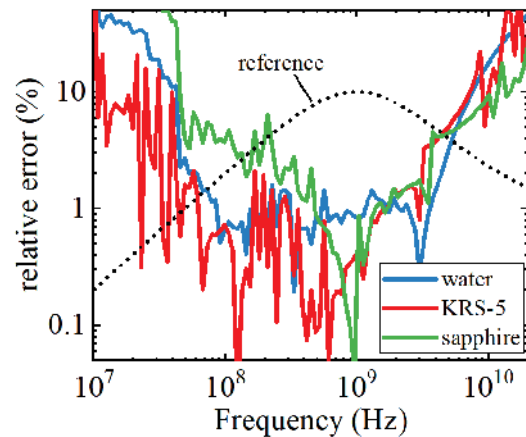


図 5. 水、KRS-5、sapphire のそれぞれを参照物質として測定した ethanol の複素誘電率の文献値からの相対誤差。

この比較をより定量的に行うために、図 3 に示した水、KRS-5、sapphire のそれぞれを参照物質として測定された ethanol の誘電スペクトルの文献のスペクトルからの相対誤差を

$$(\text{相対誤差}) = \left| \frac{(\text{参照物質による } \epsilon^*) - (\text{文献の } \epsilon^*)}{(\text{文献の } \epsilon^*)} \right| \quad (3)$$

によって計算し、図 5 に示した。KRS-5 は 50 MHz 程度から 20 GHz まで水とほぼ同程度か、周波数によってはわずかに良い精度で測定できていることが確認できる。sapphire の場合は、500 MHz 程度から 20 GHz まで、水と同程度かわずかに良い精度で測定できている。

以上の結果から、KRS-5 を参照物質として用いることで、水と同程度かやや高い精度で ethanol の誘電スペクトルを測定できることが明らかになった。一方、sapphire の場合には、

その誘電率が小さいため低周波での精度が水よりも劣るが、より容量の大きな他のプローブを用いる場合には、KRS-5と同様に参照物質として用いることができると考えられる。

7. 結論

同軸プローブ反射法では、これまで水が参照物質として用いられることが多かったが、本研究では光学結晶であるKRS-5とsapphireを参照物質として用いる方法を検討した。光学結晶は水のように0℃で凍結しないため、低温でも機能するほか、誘電率が周波数に依存せずにおおむね一定なため、スペクトルの系統的な歪が小さくなる。本研究では、光学結晶を同軸プローブ先端に押し付ける治具を開発し、それを用いることで、実際にKRS-5とsapphireが参照物質として機能することを示した。この測定法を用いることで、同軸プローブ反射法の適用範囲を広げることができ、現在よりも多様な状況下での広帯域の誘電率測定が可能になると期待される。

謝辞

本研究は福岡工業大学総合研究機構の平成29年度科研費リトライ支援制度によって行われました。ここに謝意を表します。

(令和元年10月18日受付)

文 献

- 1) U. Kaatz: J. Chem. Eng. Data, 34 (1989) 371.
- 2) Ed. W. M. Haynes: CRC Handbook of Chemistry and Physics 94th Edition, CRC Press/Taylor and Francis, Boca Raton, FL (2014).
- 3) W. B. Bridges, M. B. Klein and E. Schweig: IEEE Trans. Microwave Theory Tech., 30 (1982) 286.
- 4) P. Petong, R. Pottel and U. Kaatz: J. Phys. Chem. A, 103 (1999) 6114.