

A 位非化学计量对 BiNbO<sub>4</sub> 陶瓷性能的影响王 宁<sup>1,2</sup>, 赵梅瑜<sup>1</sup>, 李 蔚<sup>1</sup>, 殷之文<sup>1</sup>

(1.中国科学院上海硅酸盐研究所, 上海 200050; 2.浙江嘉康电子股份有限公司, 浙江 嘉兴 314000)

**摘要:** 为了研究烧成过程中可能的 Bi 挥发对 BiNbO<sub>4</sub> 系材料造成的影响, 对 A 位非化学计量的 Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub> 材料烧结性能、晶相结构、显微结构及微波介电性能作了详细研究, 结果表明, A 位 Bi 少量缺量可以促进 BiNbO<sub>4</sub> 陶瓷晶粒的生长, 使其烧结温度降低, 烧结样品的晶相组成仍为正交 *a*-BiNbO<sub>4</sub> 相, 微波介电性能有所改善; A 位 Bi 过量对 BiNbO<sub>4</sub> 陶瓷的烧结性没有明显影响, Bi 过量达 0.030 时, 烧结样品内有富 Bi 的 Bi<sub>5</sub>Nb<sub>3</sub>O<sub>15</sub> 第二相产生, 样品的微波介电性能急剧恶化。

**关键词:** 微波介质陶瓷; 非化学计量; 铋酸铌

中图分类号: TM28

文献标识码: A

文章编号: 1001-2028 (2004) 04-0011-04

Effect of Non-stoichiometric Bi on Properties of BiNbO<sub>4</sub> CeramicsWANG Ning<sup>1,2</sup>, ZHAO Mei-yu<sup>1</sup>, LI Wei<sup>1</sup>, YIN Zhi-wen<sup>1</sup>

(1. Shanghai Institute of Ceramics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200050, China; 2. Zhejiang Jiakang Electronics Co. Ltd., Jiaxing 314000, China)

**Abstract:** In order to clarify the influence of Bi evaporation, which might be caused in the sintering process, on the properties of BiNbO<sub>4</sub> ceramics, the sintering behavior, crystal structure, microstructure, and microwave dielectric properties of non-stoichiometric Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub> ceramics are investigated. The results show that the presence of small amount of A-site vacancy promotes the grain growth of BiNbO<sub>4</sub> and reduces the sintering temperatures of BiNbO<sub>4</sub> ceramics. The crystal phase of sintered samples is pure orthorhombic *a*-BiNbO<sub>4</sub> and the microwave dielectric properties are improved slightly. The sinterability of Bi-enriched Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub> ceramics is not apparently changed compared with that of BiNbO<sub>4</sub> samples. There is the second phase, Bi<sub>5</sub>Nb<sub>3</sub>O<sub>15</sub> phase, appeared in sintered samples and the microwave dielectric properties critically deteriorated for Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub> ceramics with  $x = 0.030$ .

**Key words:** microwave dielectric ceramics; non-stoichiometry; BiNbO<sub>4</sub>

为满足移动通信终端日益小型化的需要, 在微波电路中使用以低温共烧技术制得的片式多层微波元器件成为当前发展的主要趋势。在多层微波元器件的制造过程中, 具有较高的介电常数, 低的介质损耗和近零的谐振频率温度系数的微波介质材料, 需要同低电阻、低熔点的贱金属电极如 Ag 或 Cu 等共烧。BiNbO<sub>4</sub> 陶瓷通过适当的掺杂改性, 可以在很低的烧结温度下获得优异的微波介电性能, 是一种非常具有应用前景的低温烧结微波介质材料<sup>[1-4]</sup>。但配制 BiNbO<sub>4</sub> 所使用的基本原料 Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 是一个低熔点、易挥发氧化物, 在 BiNbO<sub>4</sub> 陶瓷的烧成过程中可能会有部分组分挥发, 使得烧结样品产生晶格缺陷或第二相, 造成结构上的不

均匀, 从而影响其烧结及微波介电性能。因此, 研究 BiNbO<sub>4</sub> 陶瓷 A 位 Bi 的非化学计量对其烧结性能、晶相结构、显微结构及微波介电性能的影响, 对于实现 BiNbO<sub>4</sub> 陶瓷的真正产业化具有重要的现实意义。

笔者系统研究了 A 位 Bi 缺量及过量的情况下, BiNbO<sub>4</sub> 陶瓷的烧结性能、晶相结构、显微结构及微波介电性能。为了保证材料能在 920 以下烧结, 选取了具有低共熔点的 CuO-V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 混合物作为烧结助剂。

## 1 实验

采用传统的陶瓷制备工艺, 将原料 Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (99.99%)、Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (99.97%) 按 Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub> ( $x = -0.030, -0.010$ ,

收稿日期: 2003-12-05 修回日期: 2003-12-25

作者简介: 王宁 (1976-), 男, 山西长治人, 博士, 从事功能陶瓷材料与器件的研发。Tel: (0573)2311896; E-mail: wningemail@yahoo.com.cn.

-0.005, 0, 0.005, 0.010, 0.030)化学计量比称量,混磨,预烧(800, 3 h),然后加入0.3%(质量分数)的CuO-V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>混合物作为烧结助剂进行细磨,烘干造粒,压片成型。样品放在气密的氧化铝坩埚内在760~940之间烧结3 h。

烧结样品的体密度用阿基米德法测得。用X射线衍射仪(XRD)分析样品的晶相组成,用扫描电镜(SEM)观测样品烧结表面的晶粒形貌,样品的平均晶粒尺寸用直线截距法计算。将烧结样品加工成直径12 mm,高度6 mm的标准圆柱体,并抛光其表面,用Hakki-Coleman介电谐振法测量样品的微波介电性能<sup>[5,6]</sup>。样品的谐振频率温度系数在-25~+85温度范围内测得。

## 2 结果与讨论

### 2.1 A位非化学计量对BiNbO<sub>4</sub>陶瓷烧结性能的影响

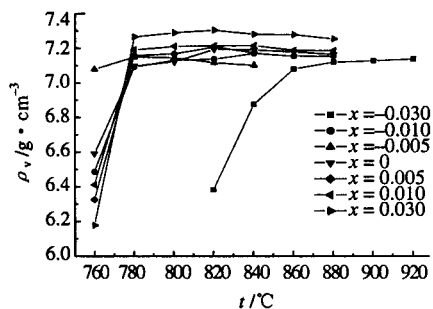
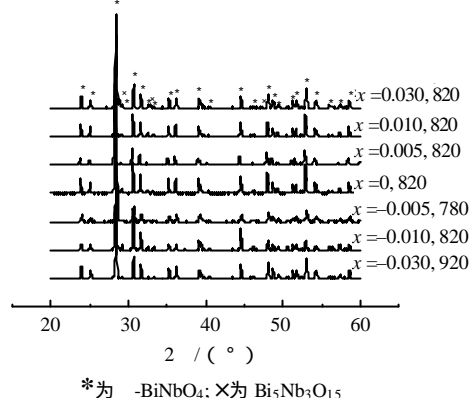


图1 Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub>陶瓷体密度随烧结温度变化曲线  
Fig.1 Bulk densities of Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub> ceramics with  $x = -0.030 \sim 0.030$  as a function of sintering temperature

图1示出了不同 $x$ 值的Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub>样品的体密度随烧结温度的变化曲线。所有 $x$ 值的Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub>陶瓷其体密度均随烧结温度的升高而至最大值,然后稍稍下降。但是Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub>样品的致密温度受 $x$ 值的影响较大。当Bi少量缺量时( $x = -0.005$ ),样品的致密温度从 $x$ 值为0时的820降低至780;Bi缺量增大至-0.030,样品致密温度转而升高至920。而对于Bi过量的样品来讲,样品致密温度都在820。这说明Bi过量对于BiNbO<sub>4</sub>陶瓷的烧结性能影响不大,而Bi少量缺量可以促进BiNbO<sub>4</sub>陶瓷的烧结。陶瓷的致密化过程是通过离子的迁移和扩散来实现的,而离子的迁移和扩散速度与离子晶体中的缺陷种类和数量有关。少量的Bi缺量会在BiNbO<sub>4</sub>晶格中产生Bi缺位即A位缺陷,而BiNbO<sub>4</sub>陶瓷的烧结过程可能主要是通过Bi离子的迁移和扩散来完成,因此产生的A位Bi缺陷会使Bi离子的迁移和扩散速度加快,从而促进BiNbO<sub>4</sub>陶瓷的烧结。以前有学者在研究A位非化学计量的Ba<sub>(1+x)</sub>(Mg<sub>1/3</sub>Ta<sub>2/3</sub>)O<sub>3</sub>陶瓷时也发现A位Ba少量缺量时可以促进样品的烧结<sup>[7,8]</sup>,这与本研究的

结果相似。Bi缺量进一步增大时,由于低熔点的Bi基组分含量减少过多,使得BiNbO<sub>4</sub>陶瓷的致密温度升高。Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub>陶瓷的饱和体密度随 $x$ 值从-0.030增至0.030而从7.13 g/cm<sup>3</sup>增大至7.30 g/cm<sup>3</sup>,这是由于具有较大原子量的Bi原子数目增多的缘故。

### 2.2 A位非化学计量对BiNbO<sub>4</sub>陶瓷晶相结构及显微结构的影响



\*为 BiNbO<sub>4</sub>; X为 Bi<sub>5</sub>Nb<sub>3</sub>O<sub>15</sub>  
图2 Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub>陶瓷典型的XRD图谱  
Fig.2 Typical XRD patterns of Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub> ceramics

不同 $x$ 值的Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub>烧结样品的典型XRD图谱在图2中示出。BiNbO<sub>4</sub>样品A位Bi缺量时,虽然对样品的烧结性能有较大影响,但其烧结良好样品的晶相组成与纯的BiNbO<sub>4</sub>样品完全相同,晶相都为正交相 $\alpha$ -BiNbO<sub>4</sub>。对于A位Bi过量样品, $x$ 值为0.005和0.010时,烧结样品晶相组成仍为纯的 $\alpha$ -BiNbO<sub>4</sub>相, $x$ 值增加至0.030,烧结样品的XRD谱线中有明显的富Bi的Bi<sub>5</sub>Nb<sub>3</sub>O<sub>15</sub>相的衍射峰出现,样品的晶相组成为 $\alpha$ -BiNbO<sub>4</sub>和Bi<sub>5</sub>Nb<sub>3</sub>O<sub>15</sub>的混合相。

图3是不同 $x$ 值的Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub>样品自然烧结表面SEM照片。烧结温度同为820时,对于 $x$ 值为-0.005的样品,烧结表面已有异常长大的晶粒出现,样品已经过烧; $x$ 值为-0.010时,烧结样品表面还有少量气孔存在,样品还未完全致密,但样品的平均晶粒尺寸为0.97  $\mu$ m,比在同样条件下烧结的纯的BiNbO<sub>4</sub>样品的平均晶粒尺寸略大,说明少量的Bi缺量促进了BiNbO<sub>4</sub>晶粒的生长,这与图1所示的结果相符合。Bi缺量达-0.030时,在820的烧结温度下样品的致密化还远未完成,图3中示出了该样品在920, 3 h烧结时自然表面显微形貌,样品的晶粒形状与其它样品有很大区别,烧结样品主要由棒状晶粒组成,这可能是由于在较高的烧结温度下BiNbO<sub>4</sub>晶粒生长的各向异性更显著造成的。Bi过量为0.005的样品在820烧结,其自然表面与同样条件下的纯的BiNbO<sub>4</sub>样品基本相同,样品晶粒致密均匀,平均晶粒尺寸为0.85  $\mu$ m; $x$ 值增加至0.010时,烧结样品表面晶粒大小不是很均匀,这可能与过量的游离Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

与烧结助剂一起形成液相，使得样品在烧结过程中低熔点液相量较多有关；Bi 过量继续增加至 0.030，由于烧结样品内形成了富铋的 Bi<sub>5</sub>Nb<sub>3</sub>O<sub>15</sub> 相而使得游离 Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 含量减少，烧结样品晶粒的均匀性也得到改善。

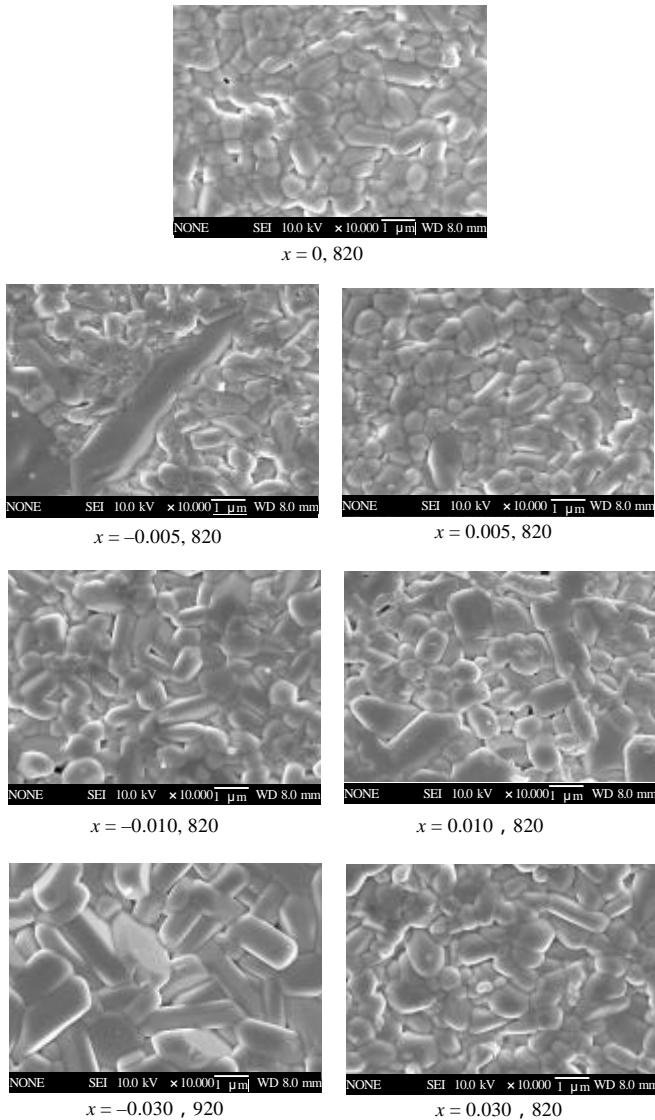


图 3 Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub> 陶瓷烧结表面 SEM 照片  
Fig.3 SEM micrographs of Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub> ceramics

### 2.3 A 位非化学计量对 BiNbO<sub>4</sub> 陶瓷微波介电性能的影响

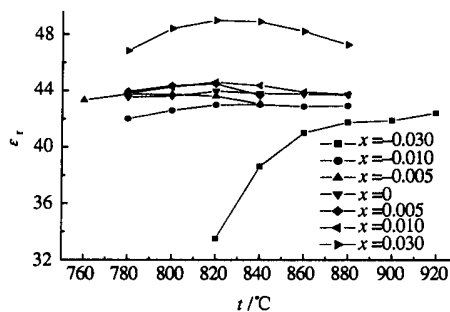


图 4 Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub> 陶瓷相对介电常数随烧结温度变化曲线  
Fig.4 Dielectric constants of Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub> ceramics with x = -0.030 ~ 0.030 as a function of sintering temperature

图 4 示出了不同 x 值的 Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub> 样品相对介电常数随烧结温度的变化曲线。所有样品的 ε<sub>r</sub> 值随烧结温度变化的趋势与其体密度随烧结温度的变化趋势相同，说明烧结样品的体密度随烧结温度的变化决定了其相对介电常数的变化。Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub> 样品的饱和相对介电常数随 x 值从 -0.030 增加至 0.030 而从 42.39 增大至 48.96。在样品的晶体结构基本保持不变的情况下，BiNbO<sub>4</sub> 样品的相对介电常数与组离子之间的关系主要遵循 Clausius-Mosotti 关系式。Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub> 的摩尔极化率可以表示为：

$$\alpha(\text{Bi}_{(1+x)}\text{NbO}_4) = (1+x) \alpha(\text{Bi}^{3+}) + \alpha(\text{Nb}^{5+}) + 4 \alpha(\text{O}^{2-}) \quad (1)$$

由 Shannon 给出的数据可知，Bi<sup>3+</sup>、Nb<sup>5+</sup> 和 O<sup>2-</sup> 离子的离子极化率分别为 0.612、0.397 和 0.201 nm<sup>3[9]</sup>，Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub> 的摩尔极化率随着 x 值的增加而增大，由 Clausius-Mosotti 关系式：

$$\epsilon_r = \frac{3V_m + 8 \delta \alpha_D}{3V_m - 4 \delta \alpha_D} \quad (2)$$

式中：V<sub>m</sub> 代表晶胞的摩尔体积；α<sub>D</sub> 代表 Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub> 的摩尔极化率；可以预测出 Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub> 的相对介电常数也会随 x 值的增加而增大。但是对于 x 值为 0.030 的 Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub> 样品来讲，其饱和相对介电常数增大尤其明显，这可能还与烧结样品内出现的 Bi<sub>5</sub>Nb<sub>3</sub>O<sub>15</sub> 相有关。

不同 x 值的 Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub> 陶瓷 Q · f 值随烧结温度的变化曲线示于图 5。所有 x 值的 Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub> 陶瓷的 Q · f 值均随烧结温度的升高而至最大值，然后下降。介质材料在微波频率下的介质损耗包括本征损耗和非本征损耗<sup>[10]</sup>。介质材料的本征介质损耗主要通过微波电场分量与极性光学声子（主要是横光学声子）之间的非谐相互作用来实现，本征损耗产生于晶格的非谐声子衰减过程，而非本征损耗则由晶体的缺陷（包括

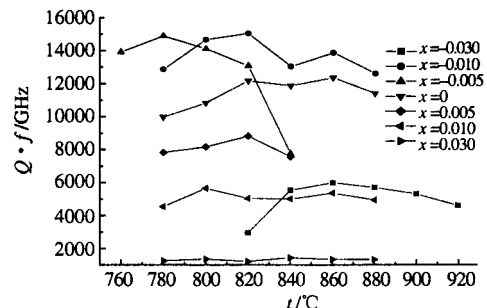


图 5 Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub> 陶瓷 Q · f 值随烧结温度变化曲线  
Fig.5 Q · f values of Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub> ceramics with x = -0.030 ~ 0.030 as a function of sintering temperature

晶格畸变，杂质原子，空位等）位错、晶界、气孔、第二相等造成<sup>[10]</sup>。Bi<sub>(1+x)</sub>NbO<sub>4</sub> 样品的晶粒随烧结温度的升高而长大，晶界面积和气孔率随之减小，因而晶

格缺陷和介质损耗也随之减小；若烧结温度进一步升高，烧结样品内有晶粒异常长大发生（如图3所示），使样品晶格的缺陷或不完整增多，气孔率增加，样品介质损耗也增大， $Q \cdot f$ 值下降。从图5看出， $x$ 值对 $\text{Bi}_{(1+x)}\text{NbO}_4$ 样品的 $Q \cdot f$ 值有更大影响。当Bi少量缺量时（ $x$ 从0减小至-0.010），样品的饱和 $Q \cdot f$ 值从12 293 GHz增大至15 043 GHz， $x$ 值继续减小至-0.030，样品饱和 $Q \cdot f$ 值急剧减小为5994 GHz。对于Bi过量样品，随着 $x$ 值的逐渐增加，样品的饱和 $Q \cdot f$ 值持续降低， $x$ 值为0.030时的样品的 $Q \cdot f$ 值已降低至1 500 GHz以下。 $\text{BiNbO}_4$ 样品A位Bi偏离化学计量比，无论是缺量还是过量，都会造成 $\text{BiNbO}_4$ 晶体的缺陷，使样品的非本征介质损耗增大。但是介质材料的本征介质损耗主要通过微波电场分量与极性光学声子（主要是横光学声子）之间的非谐相互作用来实现，这种非谐的衰减过程在一定条件下可以用经典的阻尼谐振子模型来近似。当只考虑单声子情况时，材料的本征损耗可用下式表示：

$$\tilde{\alpha}'' = \tilde{\alpha}' (\tilde{\alpha}_0 - \tilde{\alpha}')^2 \tilde{\alpha}' / S \quad (3)$$

式中： $\tilde{\alpha}'$ 为阻尼系数； $S$ 为振子强度。从式(3)可以看出，介质损耗与所使用的频率、阻尼系数及介电常数的平方成正比，与振子的强度成反比。由于经典阻尼谐振子模型没有考虑到介电常数对阻尼系数和振子强度的影响，也没有考虑到模型适用的低频极限，因此实际的介质损耗随介电常数的变化要比二次方快得多。在Bi少量缺量时，虽然由于A位Bi缺量造成了 $\text{BiNbO}_4$ 晶体产生空位或晶格畸变等缺陷使得样品的非本征介质损耗增大，但同时 $\text{Bi}_{(1+x)}\text{NbO}_4$ 样品的相对介电常数也减小，使得样品的本征介质损耗减小，二者的综合作用对 $\text{Bi}_{(1+x)}\text{NbO}_4$ 样品的饱和 $Q \cdot f$ 值产生影响。Bi少量缺量时，由于晶体缺陷造成的样品非本征介质损耗的增大小于由于样品介电常数减小造成的本征介质损耗的减小，因此样品的饱和 $Q \cdot f$ 值随 $x$ 值的减小而增大；Bi缺量较多时，在 $\text{BiNbO}_4$ 晶体中产生的缺陷也较多，晶体缺陷对样品介质损耗的影响相对更大，因此样品的饱和 $Q \cdot f$ 值急剧减小。而对于Bi过量样品，不仅由于A位Bi偏离化学计量比而在 $\text{BiNbO}_4$ 晶体中造成类似于杂质原子的缺陷，同时 $\text{Bi}_{(1+x)}\text{NbO}_4$ 样品的相对介电常数也增大，使得样品的介质损耗随 $x$ 值的增加而增大；特别是在 $x$ 值增加至0.030时，烧结样品内出现了富Bi的 $\text{Bi}_5\text{Nb}_3\text{O}_{15}$ 相，这第二相的出现使样品的非本征介质损耗迅速增大，因此样品的 $Q \cdot f$ 值急剧降低至1 500 GHz以下。

图6显示了A位Bi偏离化学计量比对烧结致密

的 $\text{Bi}_{(1+x)}\text{NbO}_4$ 样品谐振频率温度系数 $\delta_f$ 值的影响。随

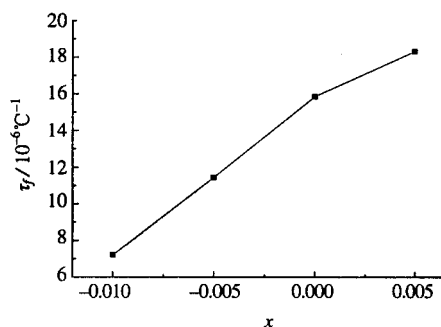


图6 致密 $\text{Bi}_{(1+x)}\text{NbO}_4$ 陶瓷 $\tau_f$ 值随 $x$ 值变化曲线  
Fig.6  $\tau_f$  values of densified  $\text{Bi}_{(1+x)}\text{NbO}_4$  ceramics as a function of  $x$  value

着 $x$ 值从缺量时的-0.01增加为少量过量的0.005，烧结致密样品的 $\delta_f$ 值持续地从 $7.21 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ 升高至 $18.32 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ ，这一变化趋势与样品饱和相对介电常数随 $x$ 值变化趋势相同。由图2可知， $x$ 值在-0.01至0.005之间的 $\text{Bi}_{(1+x)}\text{NbO}_4$ 烧结样品晶相组成均为正交 $\tilde{\alpha}$ - $\text{BiNbO}_4$ 相，样品 $\delta_f$ 值随 $x$ 值的变化不是由于样品晶相变化引起。微波介质材料的谐振频率温度系数 $\delta_f$ 值与其介电常数温度系数 $\delta_\epsilon$ 值和线性热膨胀系数 $\tilde{\alpha}_L$ 有如下关系<sup>[11]</sup>：

$$\delta_f = -1/2\delta_\epsilon - \tilde{\alpha}_L \quad (4)$$

式中： $\tilde{\alpha}_L$ 对于一般的微波介质陶瓷材料来讲是一恒定值，约为 $10 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ ，因此样品 $\delta_f$ 值变化主要决定于其 $\delta_\epsilon$ 值的变化，而对于 $\tilde{\alpha}$ - $\text{BiNbO}_4$ 来讲，其 $\delta_\epsilon$ 值随 $\tilde{\alpha}_r$ 值的增大而向更大的负值变化，因此其 $\delta_f$ 值随 $\tilde{\alpha}_r$ 值的增大而升高。

### 3 结论

(1) A位Bi少量缺量可以促进 $\text{BiNbO}_4$ 陶瓷晶粒的生长，使其烧结温度降低，Bi缺量增加后，由于低熔点的Bi基组分含量减少过多，使得 $\text{BiNbO}_4$ 陶瓷的致密温度升高；Bi过量对于 $\text{BiNbO}_4$ 陶瓷的烧结性能影响不大。

(2) 在本实验范围内A位Bi缺量和少量过量的 $\text{Bi}_{(1+x)}\text{NbO}_4$ 烧结样品晶相组成均为正交相 $\tilde{\alpha}$ - $\text{BiNbO}_4$ ，Bi过量达0.030时，烧结样品内产生富Bi的 $\text{Bi}_5\text{Nb}_3\text{O}_{15}$ 相。

(3) A位Bi非化学计量的 $\text{BiNbO}_4$ 陶瓷的相对介电常数及 $Q \cdot f$ 值随烧结温度的变化趋势与其体密度随烧结温度的变化趋势相一致；Bi缺量 $\text{Bi}_{(1+x)}\text{NbO}_4$ 样品的饱和介电常数随 $x$ 值的减小而降低，饱和 $Q \cdot f$ 值则先增大而后再急剧减小；Bi过量样品的饱和介电常数随 $x$ 值的增加而增大，饱和 $Q \cdot f$ 值持续下降。

(下转第18页)

(2)只利用  $\bar{Z}_0$  , 由式(4)得到 :

$$e_r \Big|_{\bar{Z}_0} = \left[ \frac{I_0}{I_c} \right]^2 + \frac{1}{\bar{Z}_0^2} \cdot \left\{ 1 - \left[ \frac{I_0}{I_c} \right]^2 \right\} \quad (12)$$

上二式中 :

$$g = \frac{1}{l} \cdot \ln \left[ \frac{S_{21}^2 - S_{11}^2 + 1}{2S_{21}} \pm \sqrt{\left[ \frac{S_{21}^2 - S_{11}^2 + 1}{2S_{21}} \right]^2 - 1} \right]$$

式中 :  $g$  取满足  $\text{Im}(g) > 0$  的解。

$$\bar{Z}_0 = \sqrt{\frac{(1+S_{11})^2 - S_{21}^2}{(1-S_{11})^2 - S_{21}^2}}$$

在电介质(即 $m=1$ )测量方面,当由式(10)、式(11)、式(12)分别得到的相对介电常数 $e_r$ 若完全不同时,即表明出现多值性或厚度谐振问题,此时就可以通过修正来得到正确的测量结果。另外,式(12)是与厚度无关的,因此,可用来对厚度未知的材料进行测量,然后利用式(11)或式(10)反过来测量材料厚度。综合利用式(10)、式(11)、式(12)三个方程,即通过比较它们的值并结合反演方法,可以解决厚度谐振问题、多值性问题。空气的例子中,也存在多值性问题,只是已经根据空气复介电常数的先验知识,解决了该问题,因此未在图4中表示出多值性现象。理论分析与实验结果表明,对于低损耗材料,当其厚度远小于样品中的波导波长时(例如:小于十分之一波导波长),式(10)的

测量不确定度最小<sup>[8]</sup>。本文方法主要针对待测介质样品厚度远小于波导波长(即 $2l \ll \delta$ )进行测量,即采用式(10)计算所得结果。

### 3 结语

笔者应用等效网络法分别测量了空气、聚四氟乙烯及微波介质陶瓷材料片状试样的介电常数及损耗,测量值与已知值基本吻合。理论分析计算与实验结果表明,上述方法在片状微波介质陶瓷材料试样的介电常数及损耗的测量中是可行的。该方法模型简单、计算量小、精度较高且操作容易。是一种无损测量片状微波介质陶瓷材料介电参数的简单方法。上述测量系统还可以很容易地在六端口反射计、矢量网络分析仪以及测量线等多种仪器上实现。并可用于其它片状介质材料介电常数及损耗的测量。

### 参考文献 :

- [1] Boughriet A H, Legrand C, Chapoton A. Noniterative stable transmission / reflection method for low loss material complex permittivity determination [J]. IEEE Trans Microwave Theory Tech, 1997, 45(1): 52-57.
- [2] Lynch A C. Precise measurement on dielectric and magnetic materials [J]. IEEE Trans Instrum Meas, 1974, 23(4): 425-430.
- [3] 陈振国. 微波技术基础与应用 [M]. 北京: 北京邮电大学出版社, 2002.
- [4] 梁联倬. 微波网络及其应用 [M]. 北京: 电子工业出版社, 1985.
- [5] 刘学观, 郭辉萍. 微波技术与天线 [M]. 西安: 西安电子科技大学出版社, 2001.
- [6] 吴毅强. sol-gel 法制备微波介质陶瓷材料 [J]. 电子元件与材料, 1999, 18(1): 5-7.
- [7] Li Ching-lieh, Chen Kun-mu. Determination of electron agnetic properties of materials using flanged open-ended coaxial probe-full-wave analysis [J]. IEEE Trans Instrum Meas, 1995, 44(1): 19-27.
- [8] 田步宁, 杨德顺, 唐家明, 等. 传输/反射法测量材料电磁参数的研究 [J]. 电波科学学报, 2001, 16(1): 57-60.

(编辑: 傅成君)

(上接第 14 页)

(4) 烧结致密的  $\text{Bi}_{(1+x)}\text{NbO}_4$  样品谐振频率温度系数  $\delta_f$  值随  $x$  值从 -0.010 增加为 0.005 而持续地从  $7.21 \times 10^{-6} \text{ } ^{-1}$  升高至  $18.32 \times 10^{-6} \text{ } ^{-1}$ 。

### 参考文献 :

- [1] Kagata H, Inoue T, Kato J, et al. Low-fire bismuth-based dielectric ceramics for microwave use [J]. Jpn J Appl Phys, 1992, 31: 3152-3155.
- [2] Huang C L, Weng M H, Wu C C. The microwave dielectric properties and the microstructures of  $\text{La}_2\text{O}_3$ -modified  $\text{BiNbO}_4$  ceramics [J]. Jpn J Appl Phys, 2000, 39: 3506-3510.
- [3] Choi W, Kim K Y, Moon M R, et al. Effects of  $\text{Nd}_2\text{O}_3$  on the microwave dielectric properties of  $\text{BiNbO}_4$  ceramics [J]. J Mater Res, 1998, 13: 2945-2949.
- [4] Wang Ning, Zhao Mei-yu, Yin Zhi-wen. Effects of  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  on the microwave dielectric properties of  $\text{BiNbO}_4$  ceramics [J]. Mater Sci Eng B,

2003, B99: 238-242.

- [5] Hakki B W, Coleman P D. A dielectric resonator method of measuring inductive capacities in the millimeter range [J]. IEEE Trans MTT, 1960, MTT 8: 402-410.
- [6] Courtney W E. Analysis and evaluation of a method of measuring the complex permittivity and permeability of microwave insulators [J]. IEEE Trans MIT, 1985, MTT 18: 476-485.
- [7] Lu C H, Tsai C C. Reaction kinetics, sintering characteristics and ordering behavior of  $\text{Ba}(\text{Mg}_{1/3}\text{Ta}_{2/3})\text{O}_3$  [J]. J Mater Res, 1996, 11: 1219-1227.
- [8] 卞建江.  $\text{Ba}_{(1+x)}(\text{Mg}_{1/3}\text{Ta}_{2/3})\text{O}_3$  高  $Q$  微波介质材料的研究 [D]. 北京: 中国科学院, 1998.
- [9] Shannon R D. Dielectric polarizabilities of ions in oxides and fluorides [J]. J Appl Phys, 1993, 73: 348-366.
- [10] Wersing W. High frequency ceramic dielectrics and their application for microwave components [A]. Electronic Ceramics [C]. London and New York: Elsevier Applied Science, 1991.
- [11] Moulson A J, Herbert J M. Electroceramics [M]. London: Chapman & Hall, 1990.

(编辑: 傅成君)