

Кирющенко Н.А.

*Муромский институт (филиал) федерального государственного образовательного учреждения высшего образования «Владимирский государственный университет имени Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых»
602264, г. Муром, Владимирская обл., ул. Орловская, 23
e-mail: na-makarova89@mail.ru*

Исследование физических свойств конденсированных систем методом широкополосной диэлектрической спектроскопии

Известно, что кристаллы конденсированных систем обладают склонностью к электризации и накоплению статических зарядов, характеризующихся высокими значениями электрического потенциала. Электризация конденсированных систем на производстве является нежелательным эффектом. Внедрение новых технологий, недостаточно исследованных с точки зрения электростатики, может приводить к возникновению аварийных ситуаций.

Следует отметить, что процессы накопления и релаксации электрических зарядов зависят от многих факторов: физико-химических свойств материалов, условий окружающей среды, природы контактирующих материалов и т.д. В реальных условиях эти факторы накладываются друг на друга, усиливая или ослабляя процессы электризации. В то же время, существующие методы исследования электризации не достаточно совершенны, а существующие способы защиты от проявлений статической электризации не всегда эффективны. Поэтому вопрос электростатической безопасности на предприятиях остается весьма актуальным.

Изучение диэлектрических свойств конденсированных систем вызывает не только научный интерес, но также имеет важное практическое значение, например электропроводность порошков конденсированных систем, является одним из важнейших факторов, определяющих электризацию и накопление статического электричества в технологических процессах их переработки.

Для изучения электрофизических свойств твердых диэлектриков используются современные физические и физико-химические методы исследования [1]. Среди этих методов важное место принадлежит диэлектрической спектроскопии, получившей в последнее десятилетие значительное теоретическое и экспериментальное развитие. Данный метод позволяет исследовать такие сложные системы как пористые среды, органические и водные системы, сложные вязкие жидкости, полимеры, коллоиды, микроэмульсии, жидкие кристаллы, стекла, гели, нефтяные дисперсные системы, лекарственные препараты и композитные наноматериалы. Возможности современной компьютерной техники позволили автоматизировать проведение эксперимента, использовать новые методы измерения диэлектрических параметров, повысить точность измерения и разработать систему оценки достоверности данных о диэлектрических свойствах веществ. Развитие экспериментальных методов измерения диэлектрических свойств дали возможность расширить перечень объектов исследования, диапазон частот и температур.

На сегодняшний день разработаны и производятся установки, позволяющие производить измерения в широком диапазоне частот при изменении температуры образца в заданном температурном интервале. Мировое признание получили диэлектрические спектрометры фирмы «Novocontrol».

В рамках данной работы методом широкополосной диэлектрической спектроскопии (BDS) были изучены диэлектрические свойства конденсированных систем с использованием диэлектрического спектрометра «NOVOCONTROL CONCEPT-80» в широких диапазонах частот ($1 \cdot 10^{-2}$ до $1 \cdot 10^6$ Гц) и температур (от 113 К до 673 К). Объектами исследования являлись монокристаллические и порошкообразные вещества.

Для придания требуемых размеров, монокристаллические образцы выпиливались нитяной пилой, смачивая нить труднотлетучим растворителем DMSO (диметил сульфоксид). При окончательной обработки образцы шлифовались на алмазной пластине. Размеры образца определялись с помощью микрометра и оптического микроскопа с объект-микрометром. Электроды на поверхность монокристаллических образцов наносились с помощью токопроводящей композиции «Жидкое серебро». Медные токопроводящие проводки прикреплялись к электродам также

с помощью токопроводящей композиции. Измерения проводились по схеме плоского конденсатора. Монокристаллический образец, с помощью соединительных проводов, подсоединялся непосредственно к контактам активной измерительной ячейки. В качестве измерительной ячейки использовались позолоченные пластины диаметром 20 мм.

Особенностью диэлектрических исследований монокристаллических образцов является то, что геометрическая ёмкость образцов незначительна, поэтому калибровка ячейки производилась с особой тщательностью. Нужно отметить, что точность измерения абсолютных значений ϵ' и ϵ'' зависит в значительной степени от геометрии образца. В данном случае, монокристаллический образец имел небольшое значение отношения d/h . Соответственно, геометрическая ёмкость $C_0 = 0,13$ pF, а ёмкость ячейки, измеренная в результате калибровки $C_{\text{я}} = 1,2$ pF. Таким образом, геометрическая ёмкость образца была на порядок меньше паразитной ёмкости. Погрешность определения абсолютных значений диэлектрических функций определяли точностью определения $C_{\text{я}}$ и геометрии образца. Точность относительных параметров диэлектрических спектров, таких как $\text{tg}\delta = \epsilon''/\epsilon'$, характеризующих релаксационные процессы вещества, не зависела от геометрии образца. Очевидно, что для повышения точности измерений абсолютных величин необходимо улучшить соотношение d/h , либо за счет увеличения размеров монокристаллов, либо за счет совершенствования методики получения тонких срезов, т.е. уменьшение h .

Для изучения электрофизических свойств порошкообразных образцов, навеска исследуемого вещества, в количестве 0,30 г., помещалась в ячейку BDS 1308, которая устанавливалась в измерительную головку Alpha Active Sample Cell, а затем в криостат. Используя управляющую программу WinDeta, создавался протокол съёмки диэлектрического спектра: диапазон частот, температуры и времени. Контроль и автоматическое регулирование температуры осуществлялось системой «Quatro Cryosystem», а теплоносителем служили пары сжиженного азота. В исходных данных программы указывалась геометрия образца и калибровочные данные ячейки BDS 1308. В процессе съёмки диэлектрического спектра регистрировались и сохранялись все диэлектрические параметры образца.

Следует отметить, что в рамках данной работы был впервые применен метод широкополосной диэлектрической спектроскопии для исследования диэлектрических свойств кристаллических конденсированных систем. В результате проведенных исследований установлено, что данные материалы обладают сравнительно невысокими значениями параметров диэлектрического отклика - диэлектрической проницаемости (ϵ') и диэлектрических потерь (ϵ''). Установлена анизотропия их диэлектрических свойств (20 %) и получен тензор диэлектрической проницаемости.

Выявлено, что существенное влияние на результаты измерения абсолютных значений диэлектрической проницаемости оказывает пористость образцов, точность измерения геометрии образца, краевые эффекты, характер взаимодействия токопроводящих электродов с поверхностью образца. Это приводит к тому, что точность измерений абсолютных значений ϵ' находится в пределах 5-10% [2]. Характер диэлектрических спектров в области низких частот в значительной степени обусловлен макроскопическими эффектами поляризации, такими как: межслоевая поляризация Максвелл-Вагнер-Силларса и электродной поляризацией.

Таким образом, проведенные исследования свидетельствуют о широких возможностях метода широкополосной спектроскопии для исследования диэлектрических свойств конденсированных систем. Несмотря на отсутствие молекулярной релаксации в кристаллических диэлектриках, к которым относятся исследованные конденсированные системы, метод широкополосной диэлектрической спектроскопии представляет возможность исследования межфазных взаимодействий в этих системах на основе анализа Максвелл-Вагнеровской поляризации и транспорта носителей электрических зарядов.

Литература

1. Желудев И. С. Физика кристаллических диэлектриков / И.С. Желудев. М.: Наука, 1968.- 463 с.
2. Ф р ё л и х Г. Теория диэлектриков, пер. с англ. / Г. Фрёлих. М., 1960. – 213 с.

