

УДК 621.317.745, 538.956, 539.1.075

УСТАНОВКА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ИМПЕДАНСА ДИЭЛЕКТРИКОВ НА НИЗКИХ И СВЕРХНИЗКИХ ЧАСТОТАХ

Евдокимов С.В., Притуленко А.С., Сапига А.А., Яценко А.В.

*Таврический национальный университет имени В.И. Вернадского, Симферополь, Украина
E-mail: lab2@crimea.edu*

Приводится описание устройства для экспериментального исследования электрических свойств и импеданса высокоомных диэлектрических материалов в диапазоне частот (0,0001 ÷ 10000) Гц. Импеданс определяется на основании анализа частотных зависимостей коэффициента передачи и фазового сдвига цепи, включающей в себя исследуемый объект. Возможности разработанного устройства иллюстрируются результатами исследования электрических свойств кристалла LiNbO₃, прошедшего восстановительный отжиг в водороде.

Ключевые слова: импеданс, диэлектрики, электрическая проводимость, электрометрия.

ВВЕДЕНИЕ

Импедансная спектроскопия является очень распространённым методом исследования электрических свойств и механизмов электрической проводимости кристаллических материалов с низкой подвижностью носителей [1]. Для проведения таких исследований обычно используются либо специализированные анализаторы импеданса, либо прецизионные *LCR*-измерители. Одними из лучших приборов такого назначения являются анализаторы импеданса фирмы Hewlett-Packard (HP4195) и прецизионные *LCR*-измерители Agilent 4284A [2]. Общей особенностью таких приборов является невысокое входное сопротивление измерительного блока (стандартное значение - 1 МОм) и ограниченный снизу диапазон рабочих частот – обычно минимальная рабочая частота таких приборов составляет (1÷10)Гц. Высокие технические характеристики подобных приборов полностью реализуются только в случае исследования объектов с относительно низким электрическим сопротивлением. Поэтому корректное изучение электрических свойств высокоомных диэлектриков (ВД) возможно только при достаточно высоких температурах ($T > 600\text{K}$), когда сопротивление образца уменьшается на несколько порядков [3-5]. Это обстоятельство существенно снижает информативность экспериментов по исследованию многих ВД методом импедансной спектроскопии при температурах, близких к комнатной.

Целью настоящей работы была разработка и создание недорогого устройства, позволяющего существенно расширить возможности исследования электрических свойств ВД, в том числе сегнетоэлектриков типа смещения и цеолитов.

1. МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ ИМПЕДАНСА ДИЭЛЕКТРИКОВ

Рассмотрим основные методы измерения импеданса диэлектрических материалов. Классическая эквивалентная схема монодоменного сегнетоэлектрического кристалла [6] изображена на рис.1, где резисторы R_{b1} и R_{b2} представляют сопротивления первого и второго поверхностных приэлектродных слоёв кристалла; R_v - сопротивление внутренней части кристалла, а емкости соответствующих областей обозначены как C_{b1} , C_{b2} и C_v .

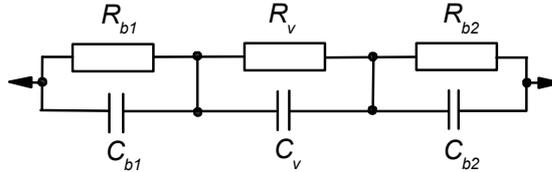


Рис. 1. Эквивалентная схема сегнетоэлектрического кристалла [3].

Выражение для импеданса $Z(\omega)$ этой цепочки имеет следующий вид:

$$Z(\omega) = \frac{R_{b1}}{1 + i\omega R_{b1} C_{b1}} + \frac{R_{b2}}{1 + i\omega R_{b2} C_{b2}} + \frac{R_v}{1 + i\omega R_v C_v} \tag{1}$$

Прямые измерения мнимой и действительной части $Z(\omega)$ могут быть выполнены с помощью анализатора импеданса или измерителя LCR и при этом исследуемый образец подключается непосредственно к измерительным входам прибора. На основании этих измерений обычно строится так называемая диаграмма Коул-Коула, которая и является основным источником информации о электрических свойствах исследуемого кристалла [2-5].

Однако аналогичная информация может быть получена и другим методом – при помощи исследования частотной зависимости коэффициента передачи $K(\omega)$ и фазового сдвига $\varphi(\omega)$ цепи, содержащей исследуемый образец с импедансом $Z(\omega)$ и RC цепочки с известными параметрами. Блок схема устройства, реализующего такой принцип измерений импеданса, представлена на рис.2.

Если ЭМУ имеет идеальную амплитудную и фазовую характеристики, то выражения для модуля коэффициента передачи $K(\omega)$ и фазового сдвига $\varphi(\omega)$ такой цепи могут быть записаны в следующем виде:

$$|K(\omega)| = \frac{U_2}{U_1} = \frac{R_1 K}{\left\{ [\omega C_1 R_1 \operatorname{Re}(Z) + \operatorname{Im}(Z)]^2 + [R_1 + \operatorname{Re}(Z) - \omega C_1 R_1 \operatorname{Im}(Z)]^2 \right\}^{1/2}} \tag{2}$$

$$\operatorname{tg}(\varphi) = -\frac{\omega C_1 R_1 \operatorname{Re}(Z) + \operatorname{Im}(Z)}{R_1 + \operatorname{Re}(Z) - \omega C_1 R_1 \operatorname{Im}(Z)} \tag{3}$$

где K – коэффициент усиления ЭМУ.

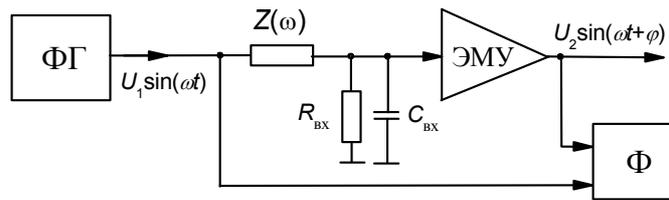


Рис. 2. Блок-схема устройства для измерения импеданса. ФГ – функциональный генератор; Ф – измеритель разности фаз; ЭМУ – электрометрический усилитель; R_1 и C_1 – входное сопротивление и емкость ЭМУ.

Экспериментально полученные при исследовании конкретного кристалла зависимости $|K(\omega)|$ и $\varphi(\omega)$ можно аппроксимировать при помощи выражений (2) и (3) с использованием метода последовательных приближений. Для выбора наиболее адекватного набора параметров, которые описывают электрические свойства кристалла, можно использовать относительное среднеквадратичное отклонение (σ) реальных зависимостей $|K(\omega)|$ и $\varphi(\omega)$ от расчетных. Соответствующее выражение для анализа модуля коэффициента передачи имеет вид:

$$\sigma_K = \left\{ \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left[\frac{K(\omega_i)_э - K(\omega_i)_р}{K(\omega_i)_э} \right]^2 \right\}^{1/2} \quad (4)$$

где n – количество точек измерения $|K(\omega)|$; $|K(\omega_i)_э|$ и $|K(\omega_i)_р|$ – экспериментальное и расчетное значения модуля коэффициента передачи на частоте ω_i . Применяя такой подход можно достаточно точно определить все параметры, которые учитываются в эквивалентной схеме кристалла.

Измерения импеданса по этому методу можно проводить при помощи профессиональных анализаторов линейных цепей, например, Solartron 1260. Этот прибор обладает сверхшироким частотным диапазоном (10 мкГц ÷ 32 МГц) и высоким фазовым разрешением – меньше 0.1° . Однако его входное сопротивление также равно 1 МОм, поэтому исследования ВД и в этом случае будут ограничены областью высоких температур.

2. ОПИСАНИЕ УСТРОЙСТВА

Нами разработано относительно простое и недорогое универсальное устройство для исследования электрических свойств ВД, позволяющее не только проводить изучение импеданса в диапазоне частот (10^{-4} ÷ 10^4) Гц, но и исследовать их пьезоэлектрические свойства и проводимость по постоянному току. Функциональная схема устройства приводится на рис.3.

Функциональный генератор осуществляет формирование напряжения специальной формы для исследования электрической проводимости по постоянному току и формирование синусоидального напряжения в диапазоне частот (10^{-4} ÷ 10^4) Гц. Генератор реализован по принципу прямого цифрового

синтеза сигналов [7] с использованием 12 разрядного ЦАП типа AD667JP и 8 разрядного ЦАП типа AD7528JN, что обеспечивает малые нелинейные искажения ($< 0.2\%$) и высокое отношение сигнал/помеха во всей полосе рабочих частот при генерации гармонического сигнала. Амплитуда выходного напряжения – до 20 В.

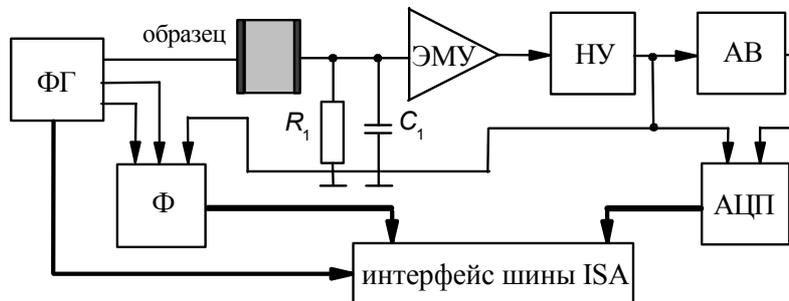


Рис. 3. Блок-схема анализатора импеданса. НУ – нормирующий усилитель; АВ – активный выпрямитель; Ф – измеритель разности фаз.

В установке использован прецизионный ЭМУ [8] с большим входным сопротивлением R_1 (до 4 ГОм), малым температурным дрейфом (≤ 1 мкВ/°С) и коэффициентом усиления $K=5$ в полосе частот $(0 \div 20000)$ Гц. Это позволяет проводить как исследование пьезоэлектрических свойств ВД, так и исследование импеданса. Широкополосный нормирующий усилитель и активный выпрямитель выполнены на быстродействующих ОУ. Измерение амплитуды сигнала на выходе устройства осуществляется 12-разрядным АЦП типа AD574AJN. Если $(\omega/2\pi) \leq 10$ Гц, измеряемое напряжение подается непосредственно на вход АЦП при частоте выборки до 10 кГц, а при $(\omega/2\pi) > 10$ Гц вход АЦП подключается к выходу активного выпрямителя.

Измеритель разности фаз работает по принципу измерения временного интервала и содержит быстродействующий усилитель-ограничитель, схему управления и двоичный счетчик. Точность измерения разности фаз не хуже 1° во всем диапазоне рабочих частот.

Информация от ФГ, измерителя фазового сдвига и АЦП через интерфейс шины ISA передается в IBM-совместимый ПК и последующая обработка данных проводится специальной программой разработанной в среде DELPHI.

Реальные возможности разработанного устройства хорошо иллюстрируют результаты исследования импеданса кристалла LiNbO_3 , прошедшего восстановительную обработку в водороде. Кристалл был синтезирован в НПО «Карат», г. Львов. На рис.4 представлена экспериментальная зависимость $|K(\omega)|$, полученная при $T=294\text{K}$ и результаты ее аппроксимации выражением (2). На рис.5 изображена соответствующая диаграмма Коул-Коула.

Наглядно видно, что в исследованном образце приповерхностные слои имеют электрические свойства, отличные от свойств кристалла в объеме. Очевидно, что

применение анализаторов импеданса Hewlett-Packard или *LCR*-измерителя Agilent 4284A в данном случае привело бы к потере части информации, которая лежит в диапазоне частот $(\omega/2\pi) \leq 1$ Гц, то есть информации о электрических свойствах приповерхностных барьеров.

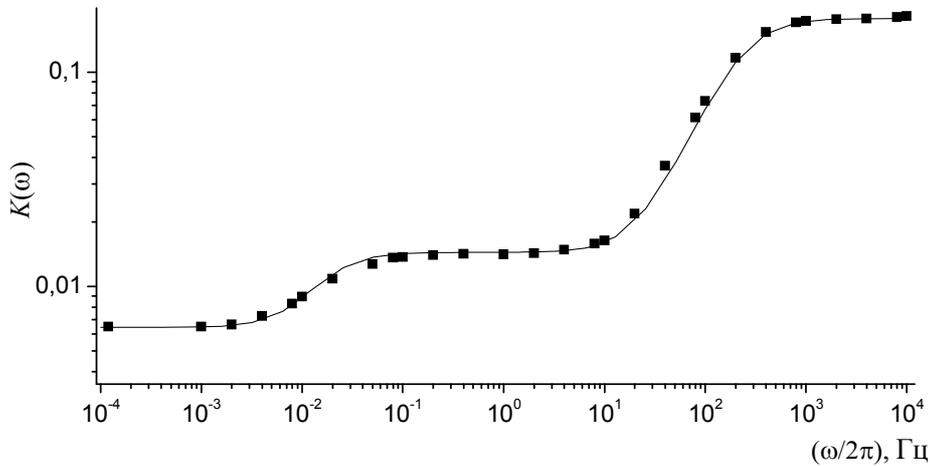


Рис. 4. Частотная зависимость коэффициента передачи цепи, содержащей кристалл LiNbO_3 , полученная при $T=294\text{K}$. $R_1=44$ Мом, $C_1=12$ пФ. Точки – эксперимент, сплошная линия – оптимальная аппроксимация ($\sigma_k = 1.1\%$).

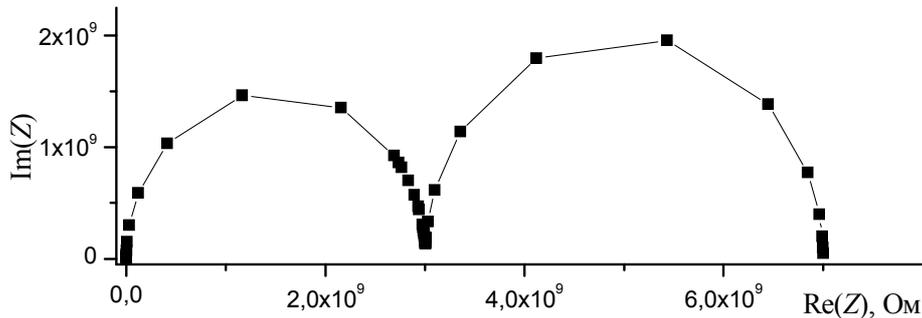


Рис. 5. Диаграмма Коул - Коула, построенная на основании обработки результатов эксперимента, приведенных на рис.4.

ВЫВОДЫ

Приведенный выше анализ результатов экспериментального исследования образца LiNbO_3 при $T=294\text{K}$ показывает, что разработанное нами устройство обладает существенными преимуществами перед дорогостоящими промышленными измерительными приборами, которые применяются для

изучения импеданса в ВД. Его использование существенно расширяет возможности исследования электрических свойств ВД при температурах, близких к комнатной. Вторым преимуществом этого устройства является возможность исследования пьезоэлектрического эффекта в сегнетоэлектриках и электрической проводимости ВД в режиме измерений по постоянному току.

Список литературы

1. Low-frequency dielectric dispersion in ferroelectric crystals / Araujo J., Mendes Filho J., Melo F., et al. // Phys. Rev. B. – 1998. – V.57. – P.783-788.
2. Impedance spectroscopy of iron-doped lithium niobate crystals / Brands K., Falk M., Woike T., Buse K. // Appl. Phys. B. - 2009. – V.91. – P.279-281.
3. Lanfredi S. Impedance spectroscopy study of the electrical conductivity and dielectric constant of polycrystalline LiNbO₃ / Lanfredi S., Rodrigues A. // J. Appl. Phys. – 1999. – V.86. – P.2215-2219.
4. Nobre M. Dielectric loss and phase transition of sodium potassium niobate ceramic investigated by impedance spectroscopy / Nobre M., Lanfredi S. // Catalysis Today. – 2003. – V.78. – P.529-538.
5. Bennani F. Impedance spectroscopy analysis of pure and Ni-doped lithium tantalate / Bennani F., Husson E. // J. Eur. Ceram. Soc. – 2001. – V.21. – P.847-854.
6. Chynoweth A. Surface space-charge layers in barium titanate // Phys. Rev. – 1956. – V.102. – P.705-714.
7. Дьяконов В.П. Генерация и генераторы сигналов / Дьяконов В.П. - М.: ДМК Пресс. – 2009. – 384 с.
8. Евдокимов С.В. Простой усилитель для пьезоэлектрических измерений / Евдокимов С.В., Яценко А.А., Яценко А.В. // Учёные Записки Таврического национального университета имени В.И. Вернадского. – Серия: “Физико-математические науки». – 2010. – Т.23(62), №. 1. Ч. I. – С.125-130.

Євдокимов С.В. Прилад для дослідження імпедансу діелектриків на низьких та наднизьких частотах / Євдокимов С.В., Пritуленко А.С., Сапіга О.О., Яценко О.В. // Вчені записки Таврійського національного університету імені В.І. Вернадського. Серія: Фізико-математичні науки. – 2011. – Т. 24(63), №2. – С. 187-192.

Наводиться опис приладу для експериментального дослідження електричних властивостей та імпеданса високоомних діелектричних матеріалів в діапазоні частот (0.0001 ÷ 10000) Гц. Імпеданс встановлюється на підставі аналізу частотних залежностей коефіцієнту передачі та фазового зсуву електричного кола, яке містить об'єкт, що досліджується. Можливості приладу, який був розроблений, ілюструються результатами дослідження електричних властивостей кристала LiNbO₃, який пройшов відновлювальний відпал у водні.

Ключові слова: імпеданс, діелектрики, електрична провідність, електрометрія

Yevdokimov S.V. Device for low and ultra low frequency impedance investigation in dielectric materials / Yevdokimov S.V., Pritulenko A.S., Sapiga A.A., Yatsenko A.V. // Scientific Notes of Taurida National V.I. Vernadsky University. – Series: Physics and Mathematics Sciences. – 2011 – Vol. 24(63), No.2 – P. 187-192.

Simple device for the electrical properties and impedance investigation of dielectric materials with high electric resistivity in the frequency range (0.0001 ÷ 10000) Hz is described. Impedance values are obtained by the analysis of the frequency dependences of transmission coefficient and a phase shift of a circuit, which contains the investigated sample. The possibilities of designed device are illustrates by the results of the experimental investigation of LiNbO₃ crystal, reduced in hydrogen atmosphere.

Key words: impedance, dielectrics, electric conductivity, electrometry.

Поступила в редакцію 03.09.2011 г.