

Высокорезистивные материалы

Раджабов Евгений Александрович

Импедансная спектроскопия

Лекция 3

Основные концепции метода
Эквивалентные электрические схемы
Экспериментальное оснащение метода

Литература

Иванов-Шиц А.К., Мурин И.В. Ионика твердого тела: В 2 т. Т. I. — СПб.: Изд-во С.-Петербур. ун-та, 2000. — 616 с.

Процессы

Диапазон частот внешнего переменного электрического поля, накладываемого на образец, варьируется от 10^{-6} до 10^{12} Гц. В таком диапазоне удается изучать диэлектрические объемные свойства образцов и электродные процессы, протекающие на межфазных границах (рис. III.10.1). Разные экспериментальные методики применяются для работы в различных частотных диапазонах: мостовые — от 10^{-2} до 10^{10} Гц; резонансные — от 10^3 до 10^8 Гц; резонаторные — от 10^9 до 10^{11} Гц; волноводные — от 10^{10} до 10^{12} Гц.

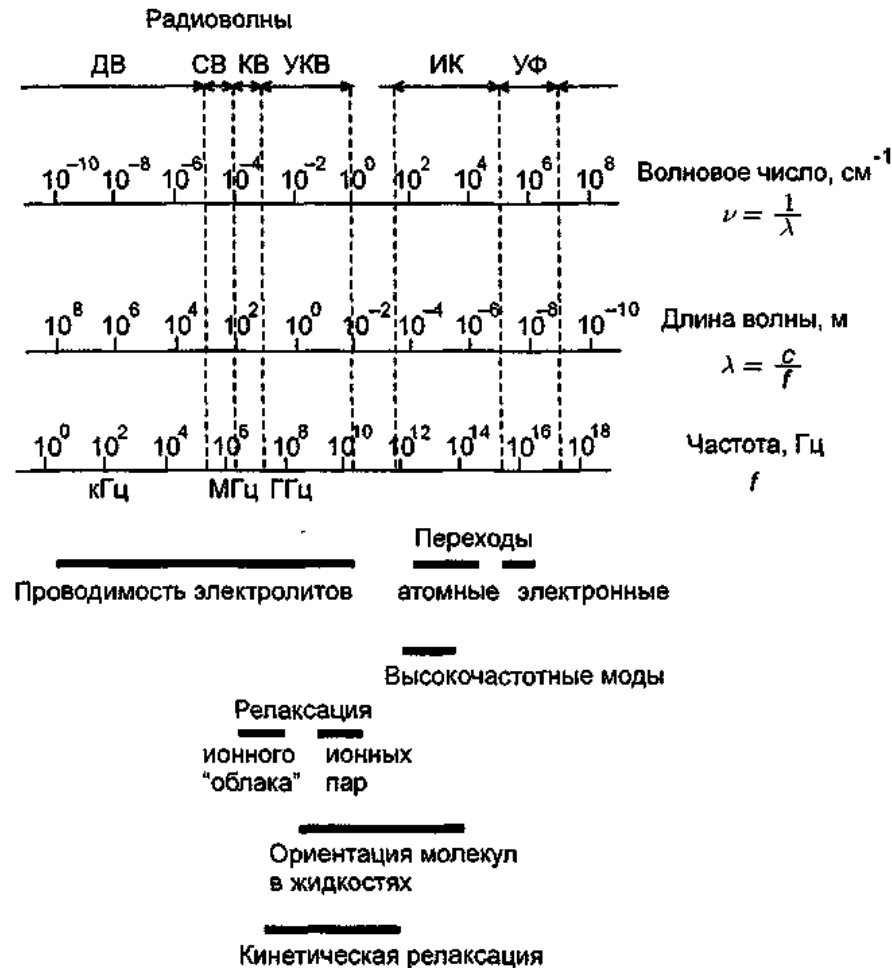


Рис. III 10 1 Процессы и частотные области, которые дают вклад в обобщенную проводимость.

Основные концепции

Пусть переменное напряжение $V^* = V_0 \exp(j\omega t)$ наложено на ЭХЯ, т.е. образец с электродами. Тогда через ячейку будет протекать электрический ток $I^* = I_0 \exp[j(\omega t + \varphi)]$, причем в общем случае ток может быть сдвинут по фазе на угол φ относительно напряжения. Полное комплексное сопротивление (импеданс) Z^* ячейки определяется в соответствии с обобщенным законом Ома следующим образом:

$$\begin{aligned} Z^* &= V^* / I^* = V_0 \exp(j\omega t) / I_0 \exp[j(\omega t + \varphi)] = (V_0 / I_0) \exp(-j\varphi) = \\ &= Z \cos\varphi - jZ \sin\varphi = Z - jZ'. \end{aligned} \quad (1)$$

Здесь Z , Z' — активная и реактивная составляющие импеданса. Наряду с сопротивлением рассматривают и комплексную проводимость:

$$Y^* = 1/Z^* = Y + jY'. \quad (2)$$

Для одновременного обозначения импеданса и адмиттанса используют название “иммиттанс”.

Функции и представления ИММИТАНСА

Кроме указанных выше представлений данных электрических измерений в виде импеданса и адмиттанса используют и другие представления: модуль отклика [9], $M^* = j\omega C_0 Z^*$ (где C_0 — емкость пустой разомкнутой ячейки); тангенс угла диэлектрических потерь, $\operatorname{tg}\delta = -Z''/Z'$; диэлектрические проницаемость (ϵ^*) и восприимчивость (χ^*). Соотношения между различными представлениями даны в табл. 1 и 2.

Таблица 1. Связь между параметрами различных представлений

Параметр	Z^*	Y^*	M^*/C_0
$Z^* =$	$Z' + jZ''$	$\frac{1}{Y^*} = \frac{Y'}{ Y ^2} + j\frac{-Y''}{ Y ^2}$	$\frac{M^*}{j\omega C_0} = \frac{M^*}{\omega C_0} - j\frac{-M'}{\omega C_0}$
$Y^* =$	$\frac{1}{Z^*} = \frac{Z'}{ Z ^2} + j\frac{-Z''}{ Z ^2}$	$Y' + jY''$	$\frac{j\omega C_0}{M^*} = \frac{\omega C_0 M''}{ M ^2} + j\frac{\omega C_0 M'}{ M ^2}$
$M^*/C_0 =$	$j\omega Z^* = -\omega Z'' + j\omega Z'$	$\frac{j\omega}{Y^*} = \frac{\omega Y''}{ Y ^2} + j\frac{\omega Y'}{ Y ^2}$	$M^*/C_0 + jM''/C_0$
$\operatorname{tg}\delta =$	$-Z''/Z'$	Y'/Y''	M'/M''

Функции иммитанса

Table 1.1.1. Relations Between the Four Basic Immittance Functions^a

	M	Z	Y	ε
M	M	μZ	μY^{-1}	ε^{-1}
Z	$\mu^{-1}M$	Z	Y^{-1}	$\mu^{-1}\varepsilon^{-1}$
Y	μM^{-1}	Z^{-1}	Y	$\mu\varepsilon$
ε	M^{-1}	$\mu^{-1}Z^{-1}$	$\mu^{-1}Y$	ε

^a $\mu \equiv j\omega C_c$, where C_c is the capacitance of the empty cell.

$$Z = R_s(\omega) - jX_s(\omega)$$

$$Y = G_p(\omega) + jB_p(\omega), \quad B_p \equiv \omega C_p(\omega). \quad \text{admittance, } Y \equiv Z^{-1} \equiv Y' + jY''.$$

Простейшие цепи

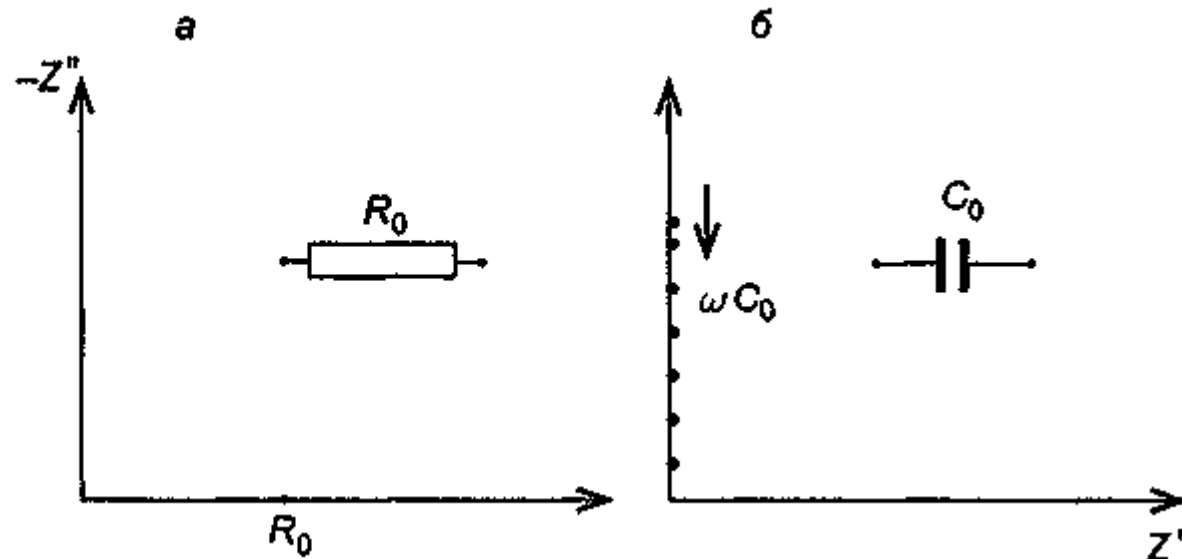


Рис. III.10.3 Годографы импеданса для чисто активного (а) и емкостного (б) сопротивлений.

Нетрудно видеть, что для чисто активного сопротивления R имеем $Z'_R = R$, $Z''_R = 0$ и $Y'_R = 1/R$, $Y''_R = 0$. В плоскости Z' , Z'' сопротивление R представлено точкой на оси Z' при любой частоте ω (рис. III.10.3, а). При замене сопротивления R на емкость C получим, что $Z^* = 1/j\omega C$, поэтому $Z'_C = 0$, $Z''_C = -j/\omega C$; $Y'_C = 0$, $Y''_C = j\omega C$. Как видно, емкость имеет чисто реактивный импеданс (адмиттанс), и Z^* зависит от частоты. На комплексной плоскости Z' , Z'' зависимость $Z^*(\omega)$ для емкости изображается прямой, совпадающей с осью Z'' (рис. III.10.3, б). Графическая зависимость $Z^*(\omega)$ в координатах Z' , Z'' (координаты Найквиста (Nyquist plots)) называется годографом импеданса, или его спектром. Построение годогра-

Последовательное соединение

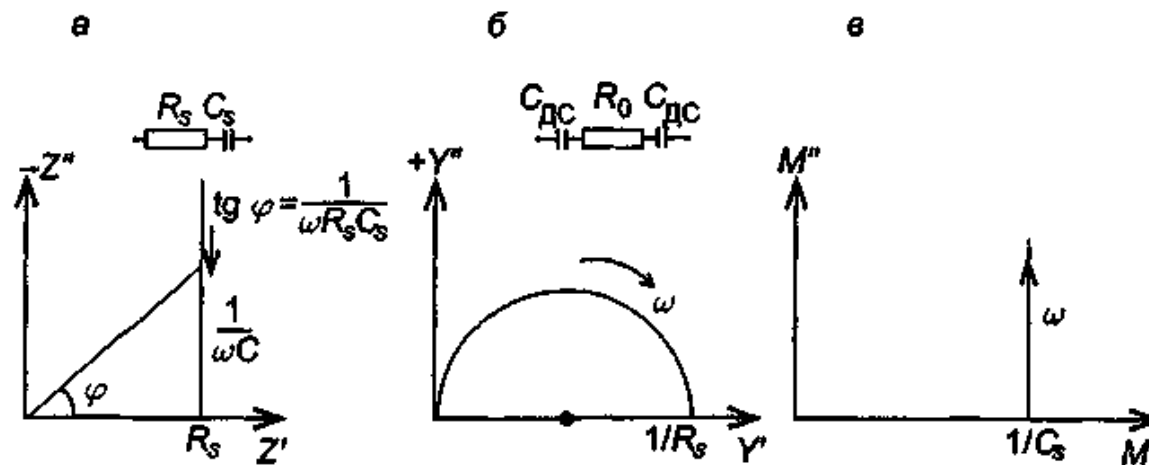


Рис. III.10.4. Годографы импеданса (а), адмиттанса (б) и модуля отклика (в) для цепи из последовательно соединенных сопротивления и емкости.

Схема I (рис. III.10.4). Для последовательно соединенных сопротивления R_s и емкости C_s импеданс записывается в виде

$$Z_s^* = R_s - j \frac{1}{\omega C_s}, \quad Z_s^I = R_s, \quad Z_s^{II} = \frac{1}{\omega C_s}. \quad (3a)$$

Ясно, что годограф импеданса представляет прямую линию (рис. III.10.4, а). Адмиттанс этой схемы рассчитывается следующим образом:

$$Y_s^* = 1/Z_s^* = 1/(R_s + 1/j\omega C_s) = \omega^2 R_s C_s^2 / [1 + \omega^2 R_s^2 C_s^2] + j\omega C_s / [1 + \omega^2 R_s^2 C_s^2]. \quad (3б)$$

Из выражения (3б) следует, что обе составляющие адмиттанса Y_s^I и Y_s^{II} являются частотно-зависимыми (ω входит в выражения как параметр). Для построения годографа Y_s^* воспользуемся тем, что $Y_s^{II}/Y_s^I = 1/\omega R_s C_s$. Подставляя это соотношение в выражение для Y_s^I , получим

$$(Y_s^I)^2 + (Y_s^{II})^2 - Y_s^I/R_s = 0.$$

Последнее выражение представляет уравнение окружности $(Y_s^I - 1/2R_s)^2 + (Y_s^{II})^2 = (1/2R_s)^2$ с центром, лежащим на оси абсцисс в точке $(1/2R_s, 0)$ и радиусом $1/2R_s$. Нижняя часть окружности не имеет фи-

Параллельное соединение

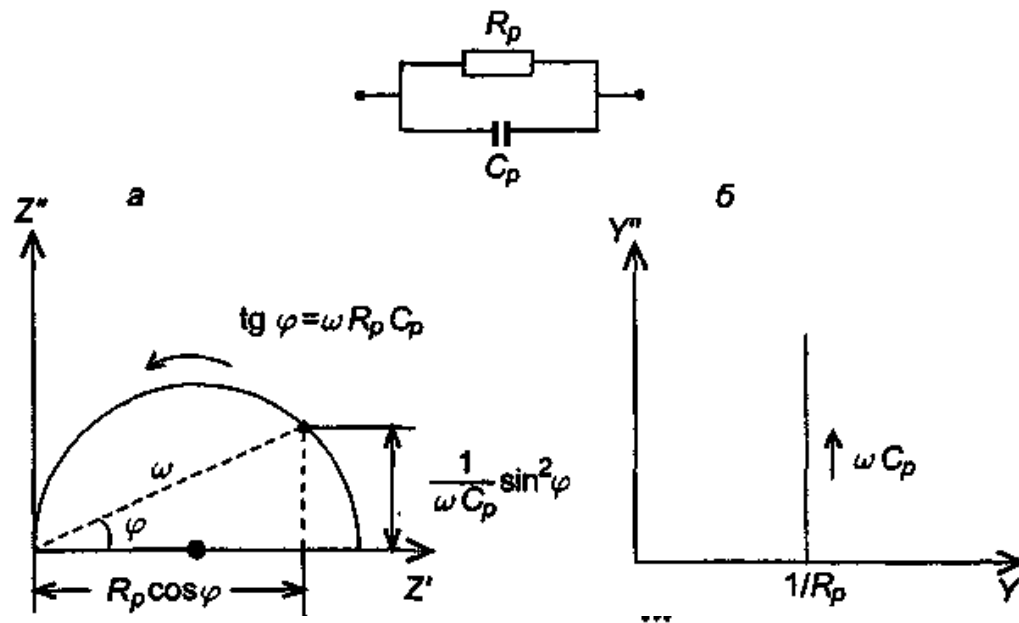


Схема II (рис. III.10.5). Для параллельно соединенных сопротивления R_p и емкости C_p адмиттанс записывается в виде

$$Y_p^* = 1/R_p + j\omega C_p, \text{ или } Y_p' = 1/R_p, Y_p'' = j\omega C_p \quad (4a)$$

Для этого случая годограф адмиттанса представляет прямую линию (рис. III 10 5, б) Импеданс этой схемы рассчитывается аналогично адмиттансу схемы I:

$$Z_p^* = 1/Y_p^* = R_p/(1 + j\omega R_p C_p) = R_p/[1 + \omega^2 R_p^2 C_p^2] - j\omega R_p^2 C_p/[1 + \omega^2 R_p^2 C_p^2]. \quad (4б)$$

Нетрудно показать, что выражение $(Z_p' - R_p/2)^2 + (Z_p'')^2$ является величиной постоянной, равной $(R_p/2)^2$, т.е

$$(Z_p' - R_p/2)^2 + (Z_p'')^2 = (R_p/2)^2. \quad (4в)$$

Уравнение (4в) представляет уравнение окружности с центром в точке с координатами $(R_p/2, 0)$ и радиусом $R_p/2$.

Еще одна схема

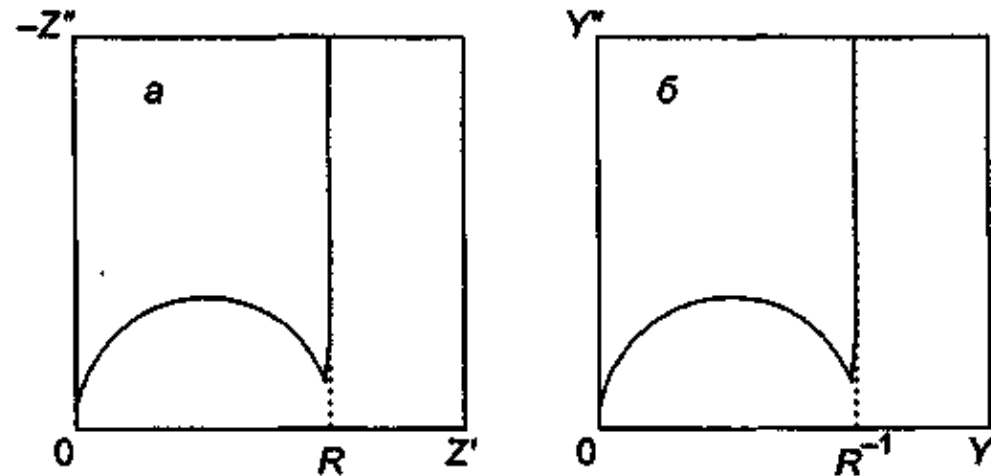
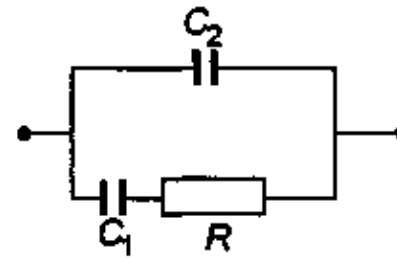
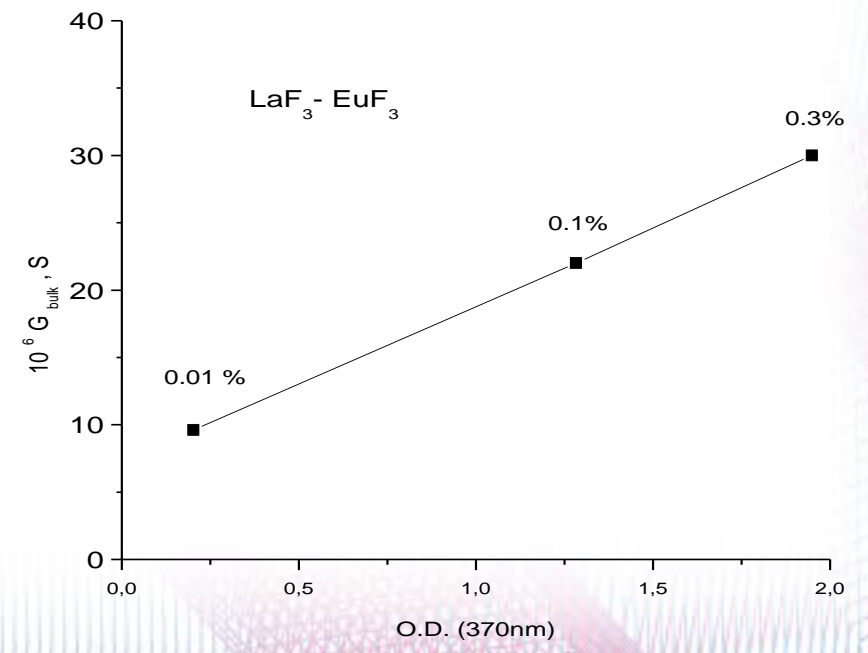
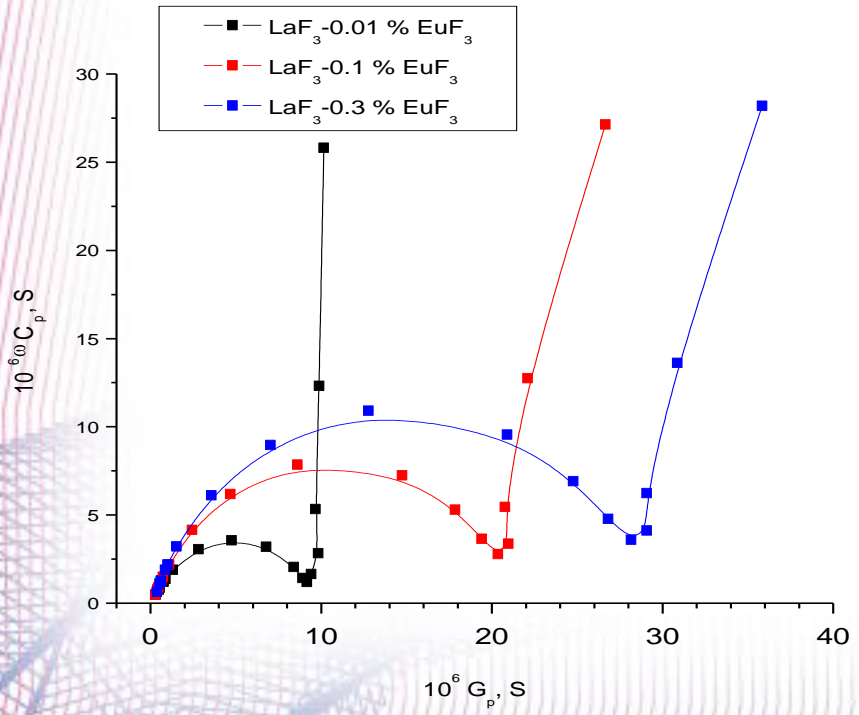
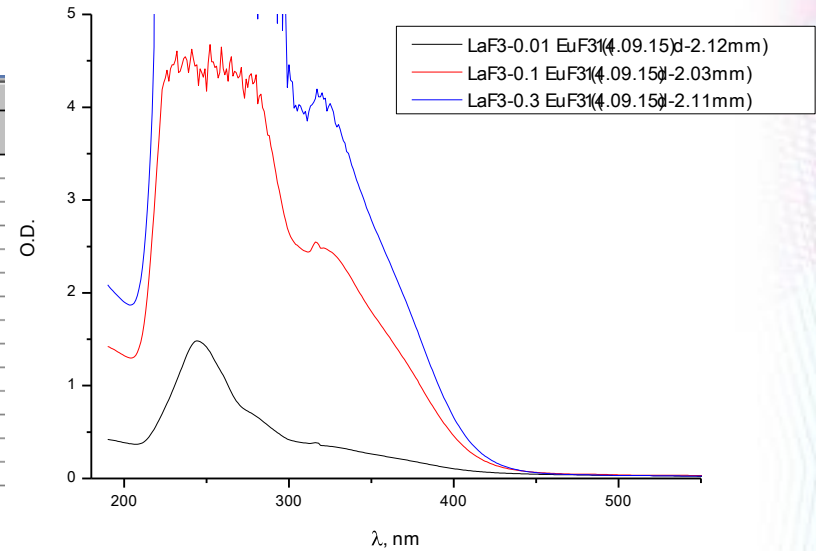


Рис. III.10.7. ЭЭС и годографы ее импеданса (а) и адмиттанса (б).

Схема IV (рис. III.10.7). Аналитическое выражение для импеданса рассматриваемой цепи имеет достаточно громоздкий вид и трудно поддается анализу, однако качественно поведение годографа импеданса можно описать, не прибегая к вычислениям [10]. Действительно, для высоких частот можно пренебречь влиянием емкости C_1 (ее комплексное сопротивление мало по сравнению с R), и получаем стандартную схему II. Потому высокочастотная часть годографа — это полуокружность радиуса $R/2$, проходящая через начало координат. В низкочастотном пределе ($\omega \rightarrow 0$) наоборот, можно пренебречь влиянием емкости C_2 (очень большой импеданс $1/\omega C_2$), и получаем схему I. В этом случае спектр импеданса выглядит как вертикальная прямая, проходящая через точку $(R, 0)$. Полный годограф импеданса показан на рис. III.10.7, а. Аналогичные рассуждения приводят к годографу адмиттанса, приведенному на рис. III.10.7, б.

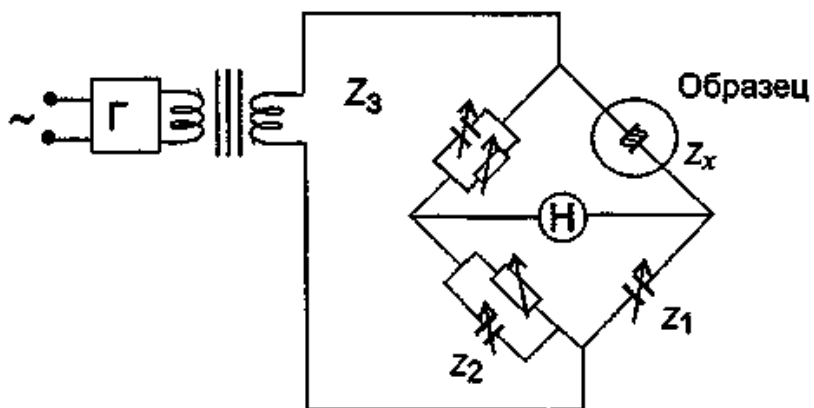
Пример - $\text{LaF}_3\text{-Eu}^{2+}$

	D(X3)	G(Y3)	H(Y3)	I(X4)	J(Y4)	K(Y4)
		LaF3-0.1 Eu(14.09.15) tg(D)	LaF3-0.1 Eu(14.09.15) Cp, F	LaF3-0.1 Eu(14.09.15) Gp, S	LaF3-0.1 Eu(14.09.15) Cp, F	LaF3-0.1 Eu(14.09.15) 2Pi*f*Cp
4	100	0,6217	2,3573E-9	6,4222E-7	2,0822E-9	1,30762E-6
5	120	0,6234	2,1917E-9	7,3057E-7	1,9897E-9	1,49944E-6
6	200	0,629	1,8208E-9	1,0851E-6	1,7429E-9	2,18908E-6
7	500	0,6857	1,2957E-9	2,4254E-6	1,3206E-9	4,14668E-6
8	1000	0,8346	9,439E-10	4,6741E-6	9,8479E-10	6,18448E-6
9	2000	1,1555	5,944E-10	8,6048E-6	6,251E-10	7,85126E-6
10	5000	2,0749	2,214E-10	1,4741E-5	2,309E-10	7,25026E-6
11	10000	3,3944	8,168E-11	1,7837E-5	8,448E-11	5,30534E-6
12	20000	5,3372	2,825E-11	1,9398E-5	2,899E-11	3,64114E-6
13	50000	7,2244	8,75E-12	2,0349E-5	8,87E-12	2,78518E-6
14	100000	6,1058	5,346E-12	2,097E-5	5,376E-12	3,37613E-6
15	200000	3,7406	4,32E-12	2,077E-5	4,34E-12	5,45104E-6
16	500000	1,696	4,06E-12	2,21E-5	4,06E-12	1,27484E-5
17	1000000	0,9644	4,32E-12	2,666E-5	4,32E-12	2,71296E-5



Приборы для измерения иммитанса

а



Для моста Шерринга (рис. III.10.16, а) условие равновесия будет

$$Z_1 Z_3 = Z_2 Z_x$$

откуда можно найти значения Z_x .

ходе регистрируется сигнал V_1/V_2 , который имеет две составляющие: $V_1/V_2 = a + jb$. Тогда в случае использования схемы III.10.16, б получаем

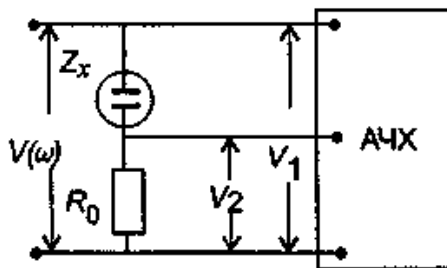
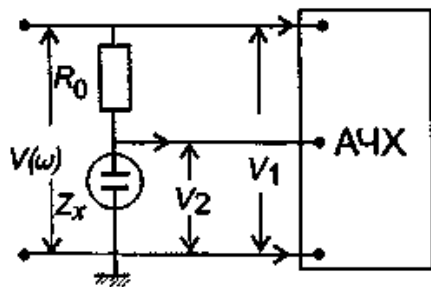
$$Y_x = \frac{a-1}{R_0} + j \frac{b}{R_0},$$

а для схемы III.10.16, в

$$Z_x = R_0(a-1) + jR_0b.$$

б

в



Поправки на паразитный импеданс измерительной ячейки могут достигать десятков процентов при измерениях малых сопротивлений и малых емкостей при частотах выше 100 кГц.

Рис III 10 16 Мост переменного тока типа Шерринга (а) и измерения импеданса ЭХЯ (Z_x) с помощью анализатора частотных характеристик (АЧХ) (б, в)
Г — генератор, Н — нуль-индикатор, Z_x — импеданс образца, Z_1 , Z_2 и Z_3 — импедансы плеч моста, R_0 — сопротивление измерения

Измеритель E7-20



1.2.1 Прибор измеряет следующие параметры:

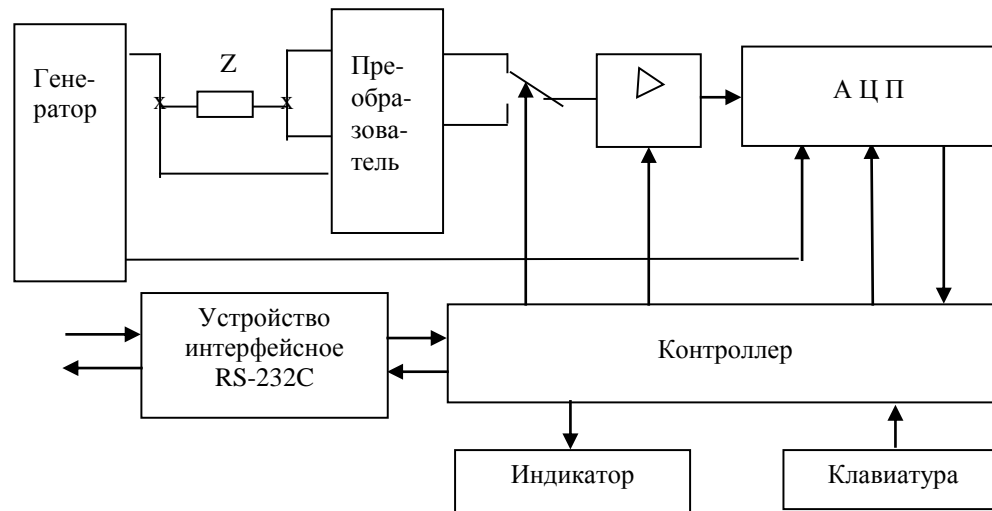
- индуктивность - L_p, L_s ;
- емкость - C_p, C_s ;
- активное сопротивление - R_p, R_s ;
- реактивное сопротивление - X_s ;
- проводимость - G_p ;
- тангенс угла потерь - $\operatorname{tg} \delta$; (обознач. D)
- добротность - Q;
- модуль комплексного сопротивления - $|Z|$;
- угол фазового сдвига комплексного сопротивления - φ ;
- ток утечки - I.

Примечания

1 $L_p, C_p, R_p, G_p (L_s, C_s, R_s, X_s)$ – измеряемые параметры при параллельной (последовательной) схеме замещения.

Параметр	Диапазон измерений
$R_s, R_p, X_s, Z $	От 0,01 мОм до 1 ГОм
L_s, L_p	От 0,01 нГн до 10 кГн
C_s, C_p	От 0,001 пФ до 1 Ф
G_p	От 0,01 нСм до 10 См
D, Q	От 10^{-4} до 10^4
φ	От минус 90° до плюс 90°
I	От 0,01 мкА до 10 мА

Схема прибора Е7-20

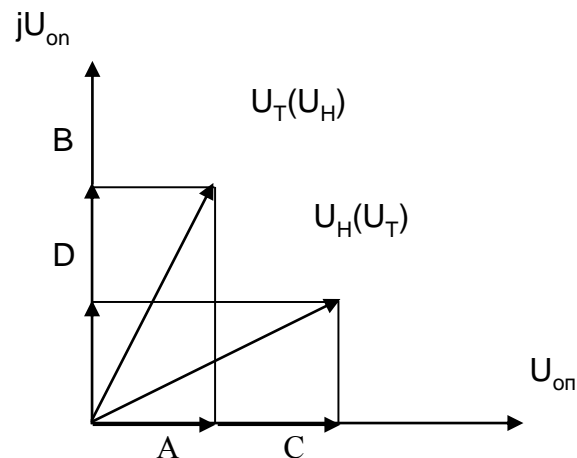


В основу работы прибора положен метод вольтметра-амперметра. Структурная схема прибора приведена на рисунке 1.5.

Напряжение рабочей частоты от генератора подается на измеряемый объект. Преобразователь формирует два напряжения, одно из которых (U_T) пропорционально току, протекающему через измеряемый объект, другое (U_H) – напряжению на нем. Отношение этих напряжений равно комплексной проводимости (Y) или комплексному сопротивлению (Z) объекта.

Измерение отношения напряжений проводится аппаратно-программным логометром.

Работа E7-20



Проекции векторов U_T , U_H на опорное напряжение $U_{оп}$ и $jU_{оп}$ выделяются синхронным детектором (СД) и измеряются в некотором произвольном масштабе измерителем интегрирующего типа.

Очевидны соотношения:

$$Y = G + jB' = \frac{U_T}{U_H} = \frac{U_X}{U_O} = \frac{A + jB}{C + jD}, \quad (1.5)$$

где G – активная проводимость;
 B' – реактивная проводимость;
 U_X – числитель измеряемого отношения;
 U_O – знаменатель измеряемого отношения;

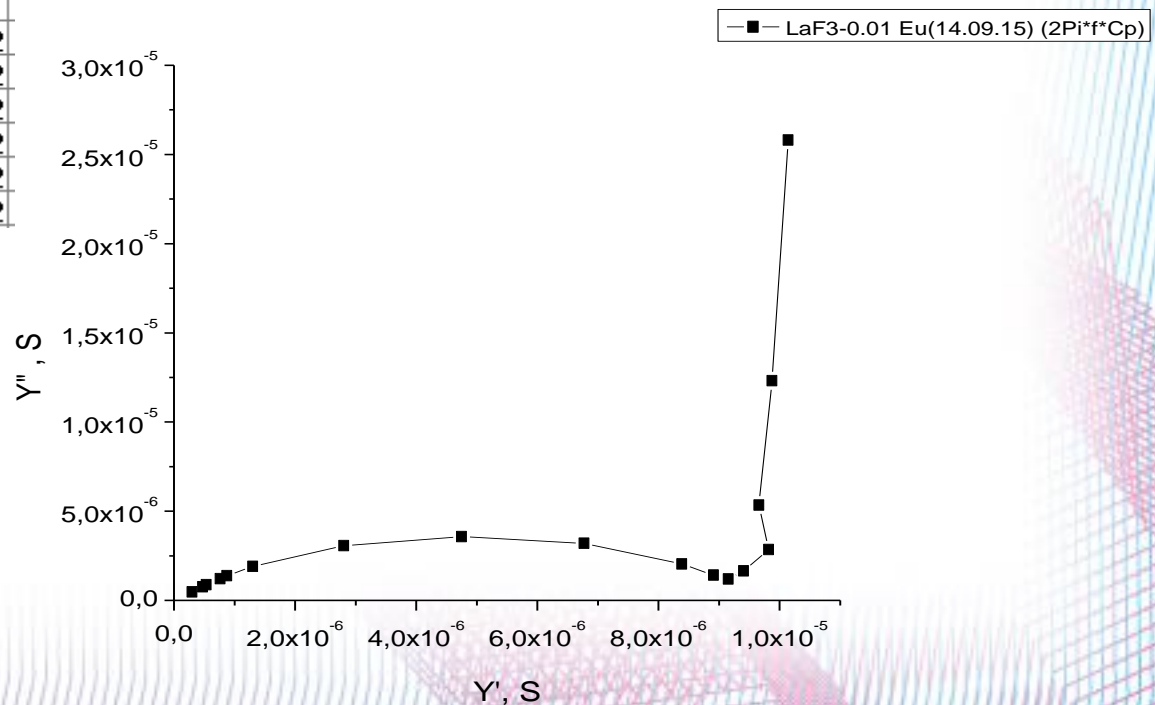
Пример измерения

Data2					
	A[X1]	B[Y1]	C[Y1]	E[X2]	F[Y2]
		0.01 Eu(14.09.15) tg[D]	0.01 Eu(14.09.15) Cp, F	0.01 Eu(14.09.15) Gp, S	0.01 Eu(14.09.15) Cp, F
1	25	0,6628	3,0961E-9	2,9912E-7	3,047E-9
2	50	0,6389	2,4836E-9	4,7129E-7	2,4406E-9
3	60	0,639	2,333E-9	5,3213E-7	2,3039E-9
4	100	0,6474	1,9581E-9	7,6322E-7	1,9413E-9
5	120	0,6572	1,8365E-9	8,7299E-7	1,8237E-9
6	200	0,7034	1,5182E-9	1,2991E-6	1,5123E-9
7	500	0,9352	9,704E-10	2,8047E-6	9,74E-10
8	1000	1,3512	5,6343E-10	4,7464E-6	5,682E-10
9	2000	2,1473	2,5129E-10	6,77E-6	2,5429E-10
10	5000	4,1429	6,43E-11	8,3857E-6	6,513E-11
11	10000	6,3137	2,2392E-11	8,907E-6	2,2641E-11
12	20000	7,6342	9,51E-12	9,154E-6	9,58E-12
13	50000	5,6875	5,24E-12	9,404E-6	5,25E-12
14	100000	3,4494	4,515E-12	9,8207E-6	4,522E-12
15	200000	1,8138	4,22E-12	9,656E-6	4,25E-12
16	500000	0,7987	3,92E-12	9,872E-6	3,92E-12
17	1000000	0,3901	4,11E-12	1,014E-5	4,11E-12

Реактивная $Y'' = \omega C_p = 2\pi f C_p$
 Активная $Y' = G_p$

$Z' = R_p = 1/G_p$
 $Z'' = 1/Y'' = 1/2\pi f C_p$

$\text{tg}\delta = Z''/Z' = G_p/2\pi f C_p$



Практическая работа на E7-20

1. На измерителе иммитанса E7-20 измерить пары величин $\text{tg}D$, C_p и G_p , C_p в диапазоне частот 25 гц — 1Мгц для образцов LaF_3 - с разной концентрацией SmF_3
2. Построить спектры импеданса (зависимости Y'' от Y' и Z'' от Z') для всех образцов
3. Рассчитать $\text{tg}\delta$ из величин G_p f и C_p ($\text{tg}\delta = G_p / 2\pi f C_p$) и убедиться что пары измеряемых величин $\text{tg}\delta$, C_p и G_p , C_p взаимосвязаны