

Pažangus keturių elektrodų pilnutinės varžos spektrometras kietakūnių joninių laidininkų tyrimui

Advanced four electrode impedance spectrometer for characterization of ionic conductors

Dalius Petrulionis¹, Algimantas Kežionis¹

¹Vilniaus universitetas, Fizikos fakultetas, Nanojonikos laboratorija, Saulėtekio al. 3, LT-10257 Vilnius, Lietuva
dalius.petrulionis@ff.stud.vu.lt

Vienas pagrindinių įrankių tiriant kietuosius joninius laidininkus yra pilnutinės varžos spektroskopija. Nepaisant plataus šio metodo taikymo, minėtųjų medžiagų elektrinių savybių matavimas yra problematiškas. Išskirtinai joniniai laidininkai iš principo yra tokios medžiagos, kurių elektrinių savybių matavimas yra sudėtingas dėl krūvininkų – šiuo atveju jonų – susikaupimo ties, kaip taisyklė, jonams nelaidžiais matavimo elektrodais. Ši problema gali būti dalinai išspręsta panaudojant gerai žinomą keturių elektrodų matavimo metodiką. Matuojant medžiagas keturiais elektrodais įtampos matavimas vyksta tiesiogiai bandinio tūryje, o srovė teka pro atskirus tam skirtus elektrodus. Taip išvengiama jonų sankaupų sukiamų efektų, nes galima laikyti, jog per įtampos elektrodus tekanti srovė yra labai maža.

Komerciniai prietaisai, pasitelkiantys keturių elektrodų metodiką yra reti. Apžvelgus tokių komercinių prietaisų pasiūlymus matyti, jog jų savybės neatitinka specifinių reikalavimų, atsirandančių dėl kietakūnių joninių laidininkų matavimo specifikos. Joniniai laidininkai yra ypatingi savo didele varža (paprastai viršijančia $10^6 \Omega$ kambario temperatūroje), smulkios bandinių geometrijos (paprastai nei viena bandinio dimensija neviršija 5 mm) bei plataus matavimo temperatūrų diapazono, reikalingo pilnai suprasti fizikinius procesus šiose medžiagose.

Tęsiant ankstesnę autorių darbą [1], šiame darbe yra pristatomas keturių elektrodų spektrometras, įgalinantis atlikti matavimus nuo 1 Hz iki 2 MHz temperatūrose nuo kambario iki 1273 K ore arba inertinių dujų atmosferoje. Šis prietaisas išsiskiria iš egzistuojančių prietaisų ypatingai maža savo įėjimo talpa (mažesne už 0,4 pF) ir aukšta įėjimo varža (didesne už 10 G Ω). Viena pagrindinių šio prietaiso savybių yra naudojamas naujas matavimo sistemos modelis (MSM), kuriame bandinys yra modeliuojamas penkiomis kompleksinėmis varžomis. Kartu su elektroninės matavimo schemos ekvivalentiniu modeliu MSM leidžia apskaičiuoti visų bandinys-elektrodas sandūrų kompleksinius elektrinius parametrus kartu su bandinio tūrio elektriniais parametrais. Šie duomenys taip pat yra panaudojami išplėsti matavimo dažnių diapazoną, atmetant jų sukeltus nepageidaujamus efektus aukštame dažnyje. Tokiu atveju ekvivalentinė prietaiso talpa sumažėja iki mažiau nei 0,1 pF.

Galimybė suskaičiuoti ir kompensuoti matavimo prietaiso parazitines talpas leidžia atlikti tikslus matavimus aukštame dažnyje. Eksperimento tikslumas

gali būti užtikrintas stebint visų elektrodų ir bandinio sandūrų varžas. Prietaisas matavimo metu taip pat pateikia potencialo pasiskirstymą bandinyje. Tai taip pat padeda užtikrinti patikimus matavimo rezultatus.

Visi aukščiau išvardinti privalumai leidžia ženkliai palengvinti pilnutinės varžos spektroskopijos rezultatų interpretaciją. Pranešime yra pateikiami pavyzdžiai su gadoliniu legiruoto cerio oksido keramikomis, kuriuo atveju šis matavimo prietaisas leidžia nustatyti minėtųjų keramikų tarpkristalitinės terpės pilnutinę varžą nepaisant elektrodo įtakos tokiems matavimams. Taip pat yra pateikiami pavyzdžiai su monokristalinio pilnai itriu stabilizuoto cirkonio matavimais, kur yra stebima papildoma antra elektrinių parametrų dispersija žemame dažnyje, nematoma su kitais prietaisais. Ši dispersija priskiriama jonų sankaupomis ties priemaišomis ar kitais nereguliarumais kristalinėje gardelėje.

Pranešime taip pat yra pateikiami matavimai iliustruojantys prietaiso elektrines savybes. Šie pavyzdiniai matavimai, atlikti matuojant standartinius SMD (Surface mount device) tipo komponentus ir jų grandines, parodo, jog keturių elektrodų spektrometras gali atlikti tikslus vektorinius įtampos ir srovės matavimus dažniuose nuo 1 Hz iki 2 MHz kai $\tan(\delta)$ (nuostolių kampo tangento) vertė svyruoja nuo 10^{-3} iki 10^3 .

Reikšminiai žodžiai: spektroskopija, varža, kietieji elektrolitai, joniniai laidininkai.

Literatūra

[1] A. Kežionis et. al., Rev. Sci. Instrum., Vol. 84 (2013) 013902.