



ИНЖЕНЕРИЯ ЖӘНЕ ИНЖЕНЕРЛІК ІС
ИНЖЕНЕРИЯ И ИНЖЕНЕРНОЕ ДЕЛО
ENGINEERING AND ENGINEERING

ЭЛЕКТРОТЕХНИКА
ЭЛЕКТРОТЕХНИКА
ELECTRICAL ENGINEERING

DOI 10.51885/1561-4212_2024_4_23
MFTAA 45.00.00

В.А. Калытка¹, А.Д. Мехтиев¹, П.А. Дунаев²

¹Әбілқас Сағынов атындағы Қарағанды техникалық университеті, Қарағанды қ., Қазақстан

E-mail: kalytka@mail.ru

E-mail: barton.kz@mail.ru

²С. Сейфуллин атындағы Қазақ агротехникалық зерттеу университеті, Астана қ., Қазақстан

E-mail: dunayev.kz@mail.ru*

ҚАТТЫ ДЕНЕЛІ ДИЭЛЕКТРИКТЕРДЕГІ ҚҰРЫЛЫМНЫҢ МИКРОСКОПИЯЛЫҚ АҚАУЛАРЫНЫҢ ПАРАМЕТРЛЕРІН ӨЛШЕУДІҢ ӘМБЕБАП ӘДІСТЕМЕСІН ӘЗІРЛЕУ

РАЗРАБОТКА УНИВЕРСАЛЬНОЙ МЕТОДОЛОГИИ ИЗМЕРЕНИЯ ПАРАМЕТРОВ МИКРОСКОПИЧЕСКИХ ДЕФЕКТОВ СТРУКТУРЫ В ТВЕРДОТЕЛЬНЫХ ДИЭЛЕКТРИКАХ

DEVELOPMENT OF A UNIVERSAL METHODOLOGY FOR MEASURING THE PARAMETERS OF MICROSCOPIC STRUCTURAL DEFECTS IN SOLID STATE DIELECTRIC

Аңдатпа. Күрделі кристалды құрылымы бар диэлектриктерде (сутегі байланысы бар кристалдар (СБК); керамианың әртүрлі сорттары; перовскиттер; сілтілі-галоидты кристалдар және т.б.) көлемді-зарядты поляризацияны қалыптастыру процесстеріне қатысатын құрылымның микроскопиялық ақауларының параметрлерін өлшеу (жетілдірілген эксперименттік қондырғы негізінде) және есептеудің әмбебап әдістемесі ұсынылған. Полярсыздандырудың термоынталандырылған токтарының әдісі диэлектрлік шығындар бұрышының тангенсін өлшеумен бірге кристалдардың сутегі байланысы бар диэлектрлік спектроскопиясын (СБК) жүзеге асыруға және құрылым ақауларының қасиеттері мен параметрлерін талдауға мүмкіндік береді. ЭЕМ дыбыстық картасының көмегімен, сигналды модуляция – демодуляция әдісімен (МДМ – әдісімен), полярсыздандырудың термоынталандырылған тогын (ПТЫТ) өлшеудің автоматтандырылған схемасы әзірленді. Бұл схеманы практикалық сынақтан өткізу табиғи флогопит кристалының мысалында СБК протонды релаксацияның кинетикалық теориясының әдістерімен есептелген теориялық тәуелділіктермен салыстыру функциясын азайту әдісімен салыстырылатын ПТЫТ тығыздығының температуралық спектрін өлшеу арқылы жүргізілді. Эксперименттің қателіктерін статистикалық өңдеу арқылы компьютерлендірілген өлшеу схемасының дәлдігінің жоғары дәрежесі негізделді

Түйін сөздер: Полярсыздандырудың термоынталандырылған токтары (ПТЫТ); ЭЕМ дыбыстық картасының сандық арнасы; модуляция – демодуляция әдісі (МДМ – әдіс); сутектік байланысы бар кристалдар (СБК); табиғи флогопит.

Аннотация. Предложена универсальная методология измерения (на основе усовершенствованной экспериментальной установки) и расчета параметров микроскопических дефектов структуры, участвующих в процессах формирования объемно-зарядовой поляризации в диэлектриках со сложной кристаллической структурой (кристаллы с водородными связями (КВС); различные сорта керамики; перовскиты; щелочно-галоидные кристаллы и др.). Метод термостимулированных токов деполяризации, в комплексе с измерением тангенса угла диэлектрических потерь, позволяет осуществить диэлектрическую спектроскопию

кристаллов с водородными связями (КВС) и выполнить анализ свойств и параметров дефектов структуры. Разработана автоматизированная с помощью звуковой карты ЭВМ, методом модуляции – демодуляции (МДМ – методом) сигнала, схема измерения термостимулированного тока деполяризации (ТСТД). Практическая апробация данной схемы проведена путем измерения температурного спектра плотности ТСТД, сравнимого, методом минимизации функции сравнения (МФС), с теоретическими зависимостями, рассчитанными методами кинетической теории протонной релаксации в КВС, на примере кристалла природного флогопита. Путем статистической обработки ошибок эксперимента обоснована высокая степень точности компьютеризированной схемы измерения.

Ключевые слова: термостимулированные токи деполяризации (ТСТД); цифровой канал звуковой карты ЭВМ; методом модуляции – демодуляции (МДМ – метод); кристаллы с водородными связями (КВС); природный флогопит передача энергии.

Abstract. A universal methodology is proposed for measuring (based on an improved experimental setup) and calculating the parameters of microscopic structural defects involved in the formation of volume-charge polarization in dielectrics with a complex crystal structure (hydrogen bonded crystals (HBC); various types of ceramics; perovskites; alkali-halide crystals, etc.). The method of thermally stimulated depolarization currents, in combination with the measurement of the dielectric loss tangent, makes it possible to perform dielectric spectroscopy of hydrogen bonded crystals (HBC) and to analyze the properties and parameters of structural defects. A circuit for measuring the thermally stimulated depolarization current (TSTD), automated with the help of a computer sound card, by the method of modulation - demodulation (MDM - method) of the signal, has been developed. Practical approbation of this scheme was carried out by measuring the temperature spectrum of the density of TSTD, compared by the method of minimizing the comparison function (MCF), with theoretical dependences calculated by the methods of the kinetic theory of proton relaxation in HBC, using the example of a natural phlogopite crystal. By statistical processing of experimental errors, a high degree of accuracy of the computerized measurement scheme is substantiated.

Keywords: thermally stimulated depolarization currents (TSTD); digital channel of the computer sound card; modulation - demodulation method (MDM – method); crystals with hydrogen bonds (HBC); natural phlogopite.

Кіріспе. Кристалл тордың күрделі құрылымы бар диэлектриктердің электрофизикалық қасиеттерін, атап айтқанда сутектік байланысы бар кристалдарды (СБК) (Калытка и Коровкин, 2015; Kalytka, 2021; Астапов, 2016) зерттеу поляризацияның (ПТЫТ), полясыздандырудың (ПТЫТ) және материалдардың кешенді диэлектрлік өткізгіштігінің термоинталандырылған токтарының спектрлерін өлшеу кезінде алынған эксперименттік нәтижелермен теорияны салыстыру негізінде кешенді түрде құрылады (Mironov, 2020; Mironov, et al., 2018; Миронов и Лукин, 2019).

Қазіргі заманғы бағдарламалық жасақтаманың, цифрлық және компьютерлік техниканың техникалық мүмкіндіктері диэлектриктерді (СБК, керамика және т. б. сияқты) поляризациялау (және полясыздандыру) кезінде болатын жеткілікті күрделі физикалық процестерді нақты уақыт режимінде имитациялық модельдеу және басқару (сигналдарды аналогтық – цифрлық түрлендіру арқылы) мүмкіндігімен экспериментті автоматтандырылған реттеудің жылдам әрекет ететін көпфункционалды схемаларын әзірлеуге және іске асыруға мүмкіндік береді.) (Емельянова и др., 2017; Gagkaeva, et al., 2021; Тихомиров и др., 2014; Иванов, 2018; Motovilov, et al., 2020).

Протонды релаксация мен өткізгіштіктің квазиклассикалық кинетикалық теориясының әдістерімен (Motovilov, et al., 2019; Gagkaeva, et al., 2019) температураның (70-550 К) және электр өрісінің кернеулігінің (100 кВ/м-10 МВ/м) кең диапазонындағы экспериментпен жақсы үйлесетін КВС көшпелік поляризациясының әртүрлі математикалық модельдері әзірленді және сыналды (сандық әдістердің көмегімен). Төмен (70-100 К) және өте төмен (4-25 К) температуралар саласында СБК көрінетін туннельдік поляризацияның кванттық кинетикалық теориясының негіздері қаланды (Gagkaeva, et al., 2019). Теориялық нәтижелерді имитациялық модельдеу әдістерімен де өндеуге болады (Annenkov Yu. M., Kalytka V.A., Korovkin M.V., 2017; Хуснулина и Воскобойникова, 2017; Кротов, 2016; Kalytka, et al., 2019).

Күрделі кристалл торлы құрылымы бар диэлектриктер және олардың композиттері

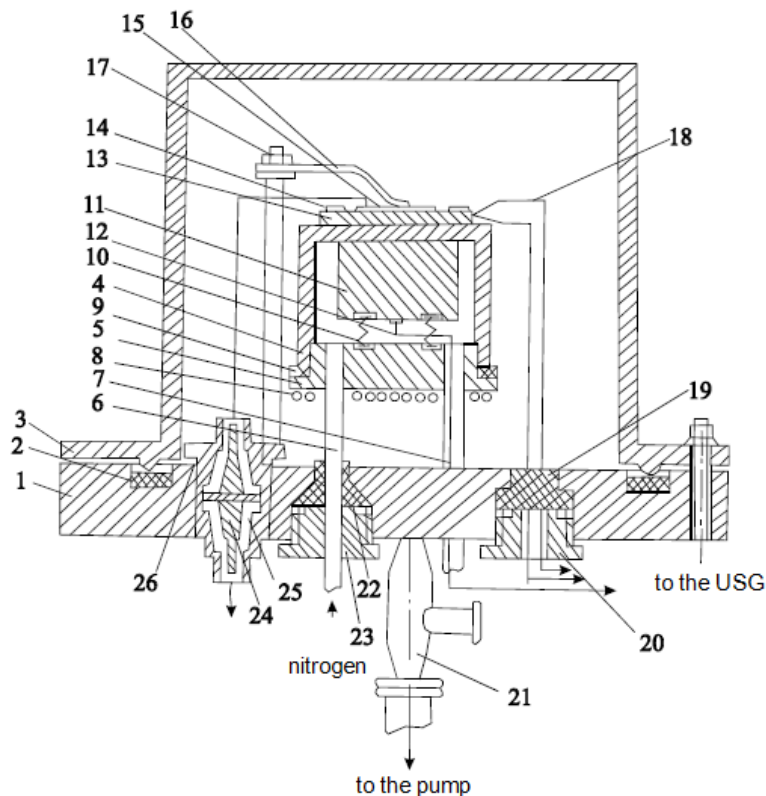
қазіргі заманғы өнеркәсіптің көптеген салаларында әртүрлі практикалық қолданысқа ие, бұл осы кластағы кристалдарды радиоэлектроника, микроэлектроника, электрохимиялық технологиялар үшін перспективалық материалдар ретінде және оқшаулау техникасы мен жоғары кернеу техникасы саласында анықтайды (Kalytka, Korovkin, 2017; Khannanov, et al., 2017).

Осы жұмыстың мақсаты күрделі кристалды құрылымы бар диэлектриктердегі (сутегі байланысы бар кристалдар (СБК); керамиканың әртүрлі сорттары; перовскиттер; сілтілі-галоидты кристалдар және т.б.) құрылымның микроскопиялық ақауларының параметрлерін есептеу және дәл өлшеудің әмбебап әдіснамасын әзірлеу және апробациялау болып табылады. Біз автоматтандырылған (дыбыстық картаның МДМ күшейткіштерін қолдана отырып) өлшеу схемасын ұсындық, ал оның көмегімен алынған ПТЫТ $J_{exp}(T)$ тығыздығының эксперименттік спектрі, оны (Kalytka, 2021) теориясынан есептелген температураға $J_{theory}(T)$ тәуелділіктермен салыстырғаннан кейін, $T=70-550$ К температура диапазонында СБК релаксаторлардың параметрлерін сандық есептеу үшін қолданылады.

Материалдар мен әдістер. Термоинтандырылған токтардың токтарын және диэлектрлік шығындар бұрышының тангенсін өлшеуге арналған эксперименттік қондырғы.

Біз ультрадыбыстық үлгіге әсер ету мүмкіндігімен поляризацияның (ПТЫТ) және деполяризацияның (птыт) термоинтандырылған токтарының температуралық спектрлерін өлшеуге, кешенді диэлектриялық өткізгіштігін ($\hat{\epsilon} = \epsilon' - i\epsilon''$), меншікті көлемді электр өткізгіштігін (σ) анықтауға мүмкіндік беретін әмбебап қондырғыны (1-сурет) әзірлеп, апробацияладық. Өлшемдер $\nu = 50$ кГц – 35 МГц поляризациялық электр өрісінің жиілік диапазонында $T = 70 - 550$ К температурада жүзеге асырылды. Резеңке тығыздағышпен 2 және вакуумды экрандау қақпағымен 3 резеңке негізде 1 қуыс төменгі электрод 4 бекітіледі, оның қақпағына 5 түтік 6,7 дәнекерленген, азот буының кірісі мен шығысына арналған. Төменгі электрод қақпағының төменгі бетінде тұрақты токпен қоректенетін 8 жылытқыш спиралы орналасқан. 5 қақпақ фторопластикалық тығыздағышты пайдаланып герметикалық түрде бұралады 9. 4 электродының ішінде 10 серіппелерін пайдаланып, 11 сәулелендіруші ультрадыбыстық түрлендіргіш бекітілген. Ультрадыбыстық тербеліс генераторынан (УДГ) оқшауланған 12 енгізу 7 азот шығару түтігі арқылы жүзеге асырылды, бұл 5 қақпағының конструкциясын жеңілдетеді. Ультрадыбыстық түрлендіргіштің электрод корпусымен байланысын жақсарту үшін вакуумдық майлау қолданылады. Азот Дьюар ыдысындағы сұйық азотқа түтікпен түсірілген кедергі спиралын қыздырған кезде оның буларының қысымының жоғарылауына байланысты сорып алынады. Зерттелетін үлгі (диэлектрик) 13 қорғаушы 14 және өлшеу 15 электродтары 4 төменгі қуыс электродқа орналастырылады және оқшауланған тіреуге бекітілген 16 жұқа пластинкалы серіппенің көмегімен жабысады 17. Температураны өлшеу төменгі электродтың жоғарғы бөлігіндегі саңылауға бекітілген 18 хромель-алюмель термопара арқылы жүргізілді.

Термопараны енгізу 19 тығыз резеңке тығыздағыштан және 20 қысқыш гайкадан тұратын жалғағыш арқылы жүзеге асырылады. Ауа негізге дәнекерленген 21 келтекосқыш арқылы айдап шығарылады. Азотты айдауға арналған 6 және 7 түтікшелер 22 фторопластты төсемдер мен 23 қысқыш гайкалардың көмегімен негізге бекітіледі. Вакуумдық электр кірісі 24 металл ядросынан, 25 фторопластикалық тығыздағыштардан және 26 қысқыш гайкадан тұрады. Жалғағыштың төменгі бөлігінде жалғағышты қуат көзінен немесе электрометрден жалғау үшін бұранда бар.



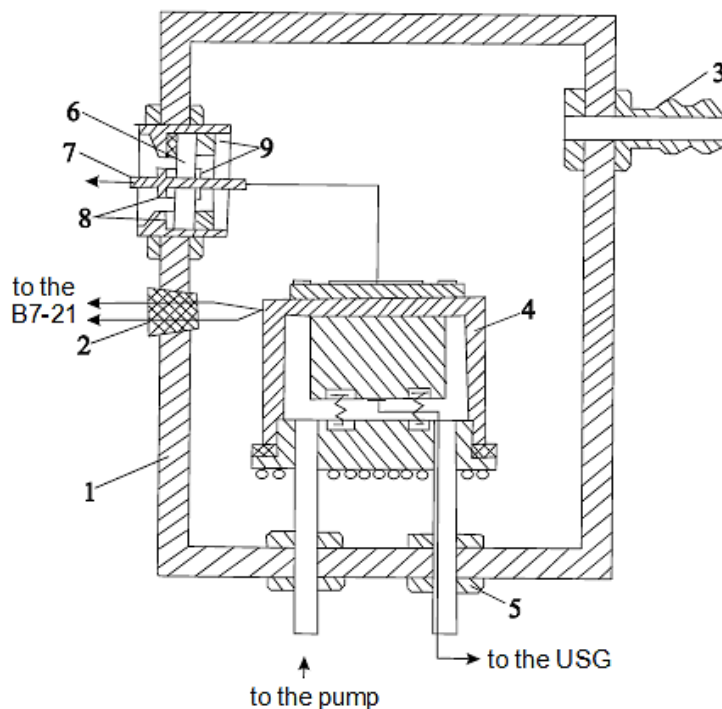
1-сурет. Поляризацияның, поляриздандырудың термоинталандырылған токтарын және диэлектрлік шығын бұрышының тангенсін өлшеуге арналған қондырғының конструкциясы
Ескерту – автормен құрастырылған

Үлгінің табиғи қыздыру жылдамдығы $0,1 \frac{K}{c}$ қабылданады. Тұрақты қыздыру жылдамдығын сақтау үшін 8 жылытқышы қолданылады. Қысым 5Па ($\sim 10^{-2}$ мм.рт.ст.) қамтамасыз етіледі. Қондырғының өлшеу қателігі ток арқылы $\pm(3 \div 5) \cdot 10^{-15}$ А аспайды. Алайда бұл қондырғы $C < 10^{-11}$ Ф және $tg\delta < 10^{-3}$ электр сыйымдылығын өлшеуге мүмкіндік бермеді.

$tg\delta$ и ε' кішігірім мәндерді өлшеу үшін біз қосымша ықшам құрылғыны (2-сурет) жасадық, оның өлшемі 1-суретте көрсетілген қондырғымен салыстырғанда кішірек.

1 корпусы (жоғарыдан көрініс) фторопластан жасалған. Корпуста термопара 2 және ауаны сығып шығаруға арналған келтеқосқыш 3 үшін резеңке бекіткіштер бар. Төменгі қуыс электрод 4 құрылғысы 1-суретте көрсетілгенге ұқсас. Азотты енгізу және шығару түтіктері корпусқа қысқыш гайкалардың көмегімен 5 бекітіледі. Вакуумдық электр кірісі $(1-2) \cdot 10^{-4}$ диэлектрлік шығын бұрышы бар балқытылған кварцтың 6 пластинасының негізінде жиналады. Электрлік түйіспе 7 пластинаның ортасындағы саңылау арқылы енгізіледі. Пластиналар мен енгізу резеңке төсемдердің 8 және 9 қысқыш гайкалардың көмегімен саңылаусыздандырылады.

Қысым шамамен 1 Па құрайды. Қақпақ органикалық әйнектен жасалған және резеңке тығыздағыш арқылы 1 корпусына басылған. Барлық құрылғы металл экранға орналас-тырылған.



2-сурет. $tg\delta$ және ε' шағын мәндерін өлшеуге арналған қондырғының конструкциясы

Ескерту – автормен құрастырылған

ВМ-560 сапа өлшегішінің конструкциясын ескере отырып, біз ұсынған құрылғы тікелей аспапқа орнатылады, бұл жеткізу сымдарының ұзындығын 5-6 см дейін азайтуға мүмкіндік берді. Нәтижесінде пикофарада үлесіне дейін электр сыйымдылығын $tg\delta \geq 3 \cdot 10^{-4}$ өлшеу қамтамасыз етілді.

Көрсетілген диапазонда өлшеу $tg\delta$ кезіндегі қате $\frac{\Delta(tg\delta)}{tg\delta}$ едәуір. Мәселен, $tg\delta < 10^{-3}$,

$\frac{\Delta(tg\delta)}{tg\delta} = (40 \div 50) \%$ кезінде, ал $tg\delta \geq 10^{-3}$ $\frac{\Delta(tg\delta)}{tg\delta} = (6 \div 10) \%$ кезінде. Алайда, $tg\delta$ және ε'

өлшеудің барлық күрделілігін ескере отырып және вакуумдағы төмен температура аймағында (70-100 К) қазіргі уақытта дәлдікке қол жеткізу мүмкін болмайды.

Беттік өткізгіштіктің әсері қорғаныш сақиналы электродтармен немесе электродтар арасындағы жолдың үлкен айырмашылығын қамтамасыз ететін үлгі өлшемдерін таңдаумен жойылады. Диаметрдің қалыңдыққа қатынасы 20:1 таңдалды.

Материалдардың диэлектрлік сипаттамаларын өлшеу үшін біз мыналарды қамтитын схеманы жинадық: 1) (Астапов, 2016) баяндалған әдістемеге сәйкес дайындалған үлгі; 2) УИП-2 моделінің тұрақтандырылған кернеу көзі; 3) токтарды өлшеуге арналған аспап (В7-30 электр метрі) немесе электр сыйымдылығын және $tg\delta < 10^{-3}$ өлшеуге арналған ВМ-560 сапа өлшегіші 4) Шығару аспабы (КСП-4 потенциометрі); шунт, ультрадыбыстық түрлендіргіш, ультрадыбыстық генератор, қорғау блогы. Температураны өлшеу үшін дифференциалды термодары бар В7-21 вольтметр қолданылды, оның дәнекерлеп біріктіру еріген мұздың температурасы сақталатын нөл-термостатқа (НТ) орналастырылды. Термодары өлшемдеу $\pm 0,5$ К дәлдікпен МОД-61 тұрақты ток көпірінің көмегімен жүргізілді.

Жиілігі бойынша ВМ-560 генератор шкаласын өлшемдеу қателігі $\pm 0,5\%$ аспады. Өлшенетін мәннен пайызбен сапалылықты өлшеу қателігі $\pm \left(3 + \frac{Q_x}{Q}\right)$ аспайды, мұндағы Q_x сапа есебі жүргізілетін шкаланың жұмыс бөлігінің соңғы мәні, Q – сапалылықтың өлшенген мәні. Өлшеу конденсаторының бөліну бағасы $0,1$ пФ, сыйымдылық бойынша негізгі қателік 1% -дан аспады. ВМ-560 сапалылық өлшеуішінде есептеу мына формула бойынша жүргізілді

$$\operatorname{tg}\delta = \frac{(Q_1 - Q_2)(C_0 + C_1)}{(C_1 - C_2)Q_1Q_2}, \quad (1)$$

мұндағы C_0 – ауыстырылатын индуктивті катушкалардың өзіндік сыйымдылығы, Q_1, Q_2, C_1, C_2 – конденсаторсыз және объекті арқылы жалғанған конденсатормен резонансқа бапталған контурдың сапа коэффициенті және электр сыйымдылығы.

В7-30 электрометрді екі полярлықтың токтарын 10 А-дан 10 А-ға дейін, тұрақты ток кернеулері 10^{-4} В бастап 10 В дейін, зарядтары 10^{-15} Кл бастап 10^{-9} Кл дейін, кедергісі 10^6 Ом-нан бастап 10^{18} Омға дейін өлшеуге мүмкіндік береді. Токты өлшеудің $\Delta = \pm(A + 0,05I_x)$ рұқсат етілген негізгі қателігінің мәндерінің шектері, мұнда A – электрометрдің дискреттік қатесі, ең аз мәнді разрядтың 2 бірлігіне тең, I_x – өлшенетін шаманың нақты мәні болып табылады. Р589 сандық автоматты көпірі электр сыйымдылығын өлшеу үшін және $\operatorname{tg}\delta$ тіркелген 1 кГц жиілікте қолданылды. Объектіге 80 В кернеуі берілді. Диэлектрик шығындар мен сыйымдылық бұрышының тангенсін өлшеу шегі $3 \cdot 10^{-4} \leq \operatorname{tg}\delta \leq 10^{-1}$, $10^{-14} \leq C \leq 10^{-5}$ Ф тең. Сыйымдылықты өлшеу қателіктері C және сәйкесінше $\operatorname{tg}\delta$

$$\frac{\Delta C}{C} = \pm \left(1 + \frac{2}{C_x}\right), \quad (2.1)$$

$$\frac{\Delta(\operatorname{tg}\delta)}{\operatorname{tg}\delta} = \pm (0,02 \operatorname{tg}\delta_x + 3 \cdot 10^{-4}). \quad (2.2)$$

$\operatorname{tg}\delta > 10^{-1}$ үлкен мәндерді өлшеу үшін жиілігі 1% және бұрышы ± 20 болатын қателігі бар ВМ-507 сапа өлшегіші қолданылды.

Нәтижелер. Өлшеу нәтижелерін статистикалық өңдеу. Шаманы өлшеу қателері стандартты түрде есептелді (Mironov, 2020; Mironov, et al. 2018). Орташа арифметикалық қате

$$m[x] \equiv \langle x \rangle = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i; \quad (3.1)$$

бірлік өлшемнің орташа квадраттық қатесі:

$$\sigma[x] \equiv \sigma_n = \sqrt{\frac{1}{n-1} \left(\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \right)}; \quad (3.2)$$

арифметикалық орташа квадраттық қате:

$$\sigma_{\bar{n}} = \frac{1}{\sqrt{n}} \sigma_n; \quad (3.3)$$

шаманың өлшенген мәндерінің сенімгерлік интервалы:

$$\Delta x = \frac{\sigma_{\bar{n}}}{\sqrt{n}} y_{p,n}, \quad (3.4)$$

мұнда $P = P(\langle x \rangle - y_{p,n} \sigma_n < x < \langle x \rangle + y_{p,n} \sigma_n)$ – сенімділік ықтималдығы, $y_{p,n}$ – Стьюдент коэффициенті. Қажетті өлшемдердің саны $P = 0,9$; $\frac{\Delta x}{x} \geq 1$ жағдайларда анықталды. Бұл жағдайда өлшемдер саны алты болуы керек, бұл экспериментте ескерілген. Функция үшін өлшеу қатесі, $\Delta y = f'(x) \Delta x$, $\frac{\Delta y}{y} = \frac{f'(x)}{f(x)} \Delta x$ салдарынан, $y = f(x_1, x_2, \dots, x_n)$ жағдайда тең

$$\Delta y = \sqrt{\left(\frac{\partial f}{\partial x_1}\right)^2 (\Delta x_1)^2 + \left(\frac{\partial f}{\partial x_2}\right)^2 (\Delta x_2)^2 + \dots + \sqrt{\sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \Delta x_i\right)^2}}. \quad (4)$$

Нормаланған ауытқу төмендегі формула бойынша анықталды

$$y = \frac{x_i^k - \langle x \rangle^k}{\sigma_n \sqrt{n+1}}, \quad (5)$$

мұнда x_i^k – k таңдамадагі x_i экстремалды мәні; $\langle x \rangle$ – k таңдамаға арналған орташа арифметикалық мән.

(2.1),(2.2),(3.1)-(3.4) және (4),(5) формулалар көмегімен полярсыздандырудың термоынталандырылған тогы тығыздығының үшінші эксперименттік максимумының T_{max} температурасы төңірегіндегі флогопитте белсендірілген релаксаторлар үшін $U_{0,exp}$ белсендіру энергиясын өлшеу кезіндегі қателерді есептейміз: $U_{0,exp,3} = 0,25$ эВ, $n = 7$, $\sigma_n = 3 \cdot 10^{-2}$, $\sigma_n = 1,1 \cdot 10^{-2}$, $y_{p,n} = 1,9$, $\Delta x = 2,2 \cdot 10^{-2}$. Сонда $U_{0,exp,3} = 0,25 \pm 0,02$. (5) $U_{0,exp,3}$ үшін алынған 0,18 эВ және 0,35 эВ мәндерінің таңдамада қалатындығын анықтаймыз. (5)-тен $y = \frac{0,35 - 0,25}{1,1 \cdot 10^{-2} \sqrt{6}} = 3,7$ аламыз. $y_{p,n} = 1,9$ болғандықтан, $y > y_{p,n}$ салдарынан, $U_{0,exp,3} = 0,35$ эВ таңдамада қалмайды. осыған ұқсас $U_{0,exp,3} = 0,18$ эВ үшін, $y = 2,2$, мұнда $y > y_{p,n}$.

Жанама өлшеулердің қателіктері келесі өрнектерден анықталды. Ток тығыздығы j мен электр өрісінің E кернеуі үшін (Mironov, et al. 2018)

$$\frac{\Delta j}{j} = \sqrt{\left(\frac{\Delta I}{I}\right)^2 + \left(\frac{\Delta S}{S}\right)^2}, \quad \frac{\Delta E}{E} = \sqrt{\left(\frac{\Delta V}{V}\right)^2 + \left(\frac{\Delta d}{d}\right)^2}. \quad (6.1)$$

Буччи – Рив формуласының экспоненциалды көбейткіші үшін [5]

$$\frac{\Delta \tau_0}{\tau_0} = \sqrt{\left(\frac{\Delta C}{C}\right)^2 + \left(\frac{U_{0,exp} + 2k_B T_{max}}{k_B T_{max}}\right)^2 \left(\frac{\Delta T_{max}}{T_{max}}\right)^2 + \left(\frac{U_{0,exp} + k_B T_{max}}{k_B T_{max}}\right)^2 \left(\frac{\Delta U_{0,exp}}{U_{0,exp}}\right)^2}. \quad (6.2)$$

Диэлектрлік шығындар бұрышының тангенсі үшін [5]

$$\frac{\Delta(tg\delta)}{tg\delta} = \left[\left(\frac{C_2}{C_1 - C_2}\right)^2 \left(\frac{\Delta C_1}{C_1}\right)^2 + \left(\frac{C_1}{C_1 - C_2}\right)^2 \left(\frac{\Delta C_2}{C_2}\right)^2 + \left(\frac{Q_2}{Q_1 - Q_2}\right)^2 \left(\frac{\Delta Q_1}{Q_1}\right)^2 + \left(\frac{Q_1}{Q_1 - Q_2}\right)^2 \left(\frac{\Delta Q_2}{Q_2}\right)^2 \right]^{1/2}. \quad (6.3)$$

Өлшеу процесінде температура бойынша полярсыздандырудың термоынталандырылған токтары максимумдарының жай-күйінің шашырауы орташа есеппен 5К аспайды.

Гарлик-Гибсон әдісімен белсендіру энергиясын есептеу кезінде (бастапқы көтеру әдісі) (Kalytka, 2021) формула қолданылды.

$$U_{0,exp} = \frac{k_B T_{max,1} T_{max,2}}{T_{max,2} - T_{max,1}} \ln \left(\frac{I_1}{I_2} \right). \quad (7)$$

Осы әдіс бойынша белсендіру энергиясын анықтау кезінде қатені есептеу үшін [5] формула алынады

$$\frac{\Delta U_{0,exp}}{U_{0,exp}} = \sqrt{2 \left(\frac{I}{\ln I} \right)^2 \left(\frac{\Delta I}{I} \right)^2 + \left[\left(\frac{1}{1 - \frac{T_{max,1}}{T_{max,2}}} \right)^2 + \left(\frac{1 - 2 \frac{T_{max,2}}{T_{max,1}}}{1 - \frac{T_{max,2}}{T_{max,1}}} \right)^2 \right] \left(\frac{T_{max,2}}{T_{max,1}} \right)^2}. \quad (8)$$

Параболалық потенциалды кедергі моделі үшін: $U_{0,exp} = \frac{m\omega^2 \delta_0^2}{8}$, мұнда δ_0 – кедергі ені (Kalytka, 2021). Қатені есептеу $\frac{\Delta \delta_0}{\delta_0} = \frac{1}{2} \cdot \frac{\Delta(U_{0,exp})}{U_{0,exp}}$ береді.

(1), (2.1), (2.2), (3.1)-(3.4), (4)-(8) формулалар бойынша есептелген өлшеу қателері 1-кестеде келтірілген.

1-кесте. Өлшеу қателері

№	Өлшенетін шама	Салыстырмалы қате, %	
1	Электр кернеуі, V	0,5	
2	Үлгі қалыңдығы, d	0,1-0,2	
3	Электродтың диаметрі, D	0,2	
4	Электродтың ауданы, S	0,5	
5	Ток күші, I	5	
6	Ток тығыздығы, j	5	
7	Электр өрісінің кернеулігі, E	1	
8	tgδ спектр бойынша есептелген $U_{0,exp}$ белсендіру энергиясы	30	
9	ПТЫТ тығыздық спектрі бойынша есептелген $U_{0,exp}$ белсендіру энергиясы	10	
10	Экспоненциалды көбейткіш, τ_0	tgδ спектр бойынша	40
		ПТЫТ спектр бойынша	10
11	Диэлектрлік шығындар бұрышының тангенсі, tgδ	$tg\delta \geq 10^{-3}$	6-10
		$tg\delta < 10^{-3}$	40-50
12	Ықтимал кедергінің ені, δ_0	5	
Ескерту – автормен құрастырылған			

Полярсыздандырудың термоинталандырылған токтарының спектрі бойынша есептелген $U_{0,exp}$ белсендіру энергиясы мен τ_0 экспоненциалды көбейткішті анықтаудағы салыстырмалы қателер резонанстық немесе көпір әдісіне қарағанда (диэлектрлік шығын бұрышының тангенс спектрі бойынша) едәуір аз.

Талқылау. Термоинталандырылған токтардың температуралық спектрлерін өлшеудің автоматтандырылған схемасы

Эксперимент нәтижесінде алынған ақпараттың сенімділігі мен көлемі өлшеудің дәлдігі мен жағдайларына байланысты, өйткені диэлектриктің поляризациясы кезінде пайда болатын релаксация процестерінің механизмі өзгеретін параметрлердің (температура, айнымалы электр өрісінің жиілігі) уақыт өте келе өзгеру жылдамдығына өте сезімтал (Астапов, 2016).

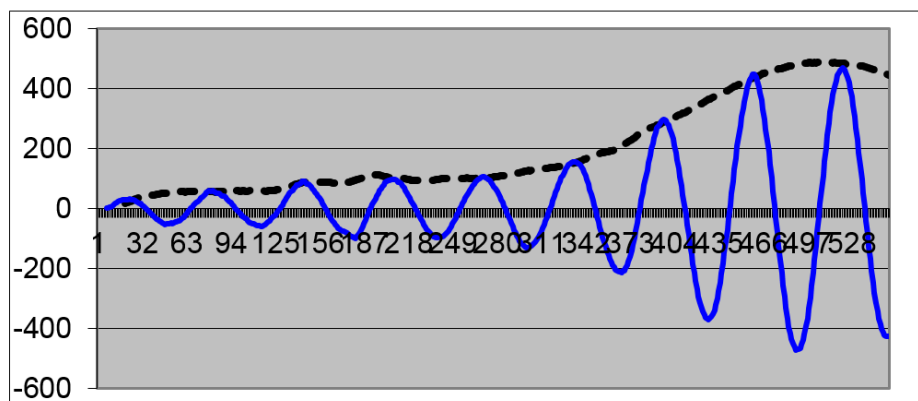
Автоматтандырылған экспериментті басқару схемасын енгізу кезінде барлық шығыс ақпарат аналогтық сигнал түрінде ұсынылады, бұл ретте деректерді кейіннен өңдеу үшін ЭЕМ көмегімен, бұл ақпаратты цифрлық түрге түрлендіру қажет (Астапов, 2016).

Тұрақты компоненті бар сигналды цифрландырудың және оларды ЭЕМ өңдеудің көптеген балама әдістері бар. Төменде келтірілген әдіс, қолданыстағы әдістердің жалпы санынан оны ең керекті құралдармен жүзеге асыру тұрғысынан ең оңай - микроконтроллердің бағдарламалық жасақтамасы, ТЦК қолдану және т.б. қажет емес, ал дайын драйверлері бар дыбыстық карта кез келген компьютердің бөлігі ретінде жабдықталады (Астапов, 2016).

3-суретте амплитудалық модуляцияға дейін (нүктелі сызық) және амплитудалық модуляциядан кейін (қатты сызық) модуляторлардың жұмысын көрсететін сигнал фрагменті көрсетілген.

Дыбыстық картаның МДМ күшейткіштерімен өлшенген (3-сурет) (компьютерлік әдіс) табиғи флогопит кристалындағы термоинталандырылған полярсыздандыру тогының эксперименттік спектрі (5-суреттегі 1-график) (Калытка и Коровкин, 2015) алынған нәтижемен бірдей.

(Kalytka, 2021) сияқты, біз 873 К температурада алдын-ала қыздырылған және $T_p=373$ К температурада және $E_p=106$ В/М өріс кернеуінде полярланған $d=30$ мкм табиғи флогопиттің үлгісін зерттедік. Үлгінің сызықтық қыздыру жылдамдығы $c=0,1$ К/с тең болды.



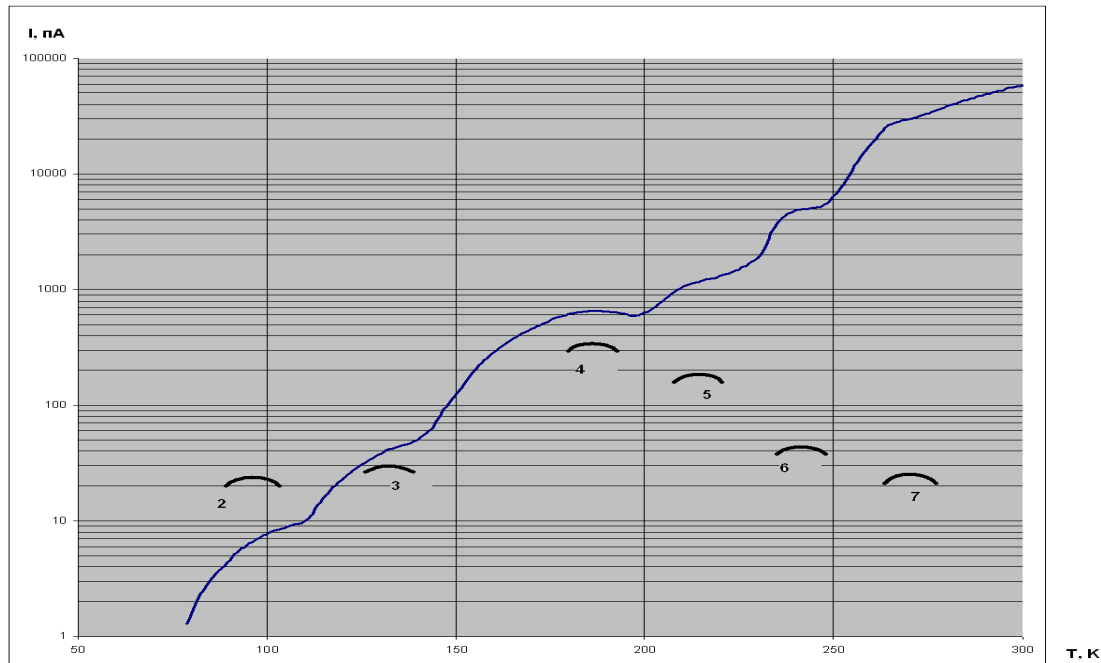
3-сурет. Модуляцияланған сигнал фрагменті

Ескерту – автормен құрастырылған

Теориялық қисықтардың $J_{theory}(T)$ беталысы заңдылықтарын егжей-тегжейлі талдау, олардың 5-суреттегі $J_{exp}(T)$ эксперименттік спектрмен байланысы және теориялық параметрлерді есептеу (белсендіру энергиясы $-U_{0,th}$, тепе-теңдік концентрациясы $-n_{0,th}$, өзіндік тербелістердің сызықтық жиілігі $-v_{0,th}$, ықтимал кедергінің ені $-\delta_{0,th}$), релаксаторлардың барлық түрлері үшін әр эксперименттік нүктенің $T_{max,exp}$ маңында салыстыру функциясын (СФМ) $\Phi(\bar{\xi}) = [T_{max,theory}(\bar{\xi}) - T_{max,exp}]^2$ минимумдау әдісін орындадық [2]. Мұнда $T_{max,theory}(\bar{\xi})$ – $\bar{\xi} = \{U_{0,th}; v_{0,th}; n_{0,th}; \delta_{0,th}\}$ айнымалы кеңістіктегі функция ретінде анықталған $J_{theory}(T)$ функцияның максимум температурасы. Мұнда қолданылатын $J_{theory}(T)$ функциясының аналитикалық өрнегі тығыздықты матрицалық аппараттың көмегімен, блоктайтын электродтар моделі үшін құрылады (Kalytka, 2021).

(Калытка & Коровкин, 2015) монорелаксациялық максимумдардың температурасы № 1-6, (Kalytka, 2021)-дің 13-суретіндегідей $T_{max,exp} = 100, 130, 178, 206, 235, 260$ К тең.

$J_{max,exp}$ және $J_{max,theory}$ амплитудалар мен жоғары температура максимумдары ($T_{max,exp} > 100$ К) арасындағы айырмашылық (Kalytka, 2021) де қарастырылады.



4-сурет. $KMg_3(AlSi_3O_{10})(OH)_2$ табиғи флогопит кристалындағы полярсыздандырудың термоынталандырылған тогының спектрі: (1) – табиғи флогопит кристалы үшін автоматтандырылған схема бойынша (МДМ – әдісінің көмегімен) өлшенген ПТЫТ $J_{exp}(T)$ тығыздығының эксперименттік спектрі; (2-7) – эксперименттік максимумдардың $T_{max,exp}$ тиісті температураларының маңайында құрылған теориялық графиктер $J_{theory}(T)$

Ескерту – автормен құрастырылған

В7-30 электрометрдің көмегімен өлшенген ПТЫГ тығыздығының максимумдарының $T_{max,exp}$ температурасы мен $J_{max,exp}$ амплитудасы (3-сурет (Kalytka, 2021) және дыбыстық карта (4-сурет) бірдей болғандықтан, релаксаторлардың әр түрі үшін $U_{0,exp1}$, $U_{0,exp2}$ мәндері айтарлықтай ерекшеленбеуі керек, бұл 2-кестеден шығады. Бұл ретте, автоматтандырылған схеманы (3-сурет) қолдану № 2-6 (2-кесте) максимумдар үшін белсендіру энергиясының өлшенген мәндерінің сенімді аралығын айтарлықтай қысқартатынын көру қиын емес, бұл эксперимент нәтижелерінің дәлдігін статистикалық және сандық бағалау тұрғысынан да, теория мен экспериментті салыстыру кезінде де өзекті.

2-кесте. $KMg_3(Si_3O_{10})(OH)_2$ табиғи флогопит кристалындағы релаксаторларды белсендіру энергиясы

Экспериментте өлшенген максимум температура	Белсендіру энергиясы, эВ			
	[2]-гі 16-кестеде келтірілген нәтижелер бойынша		Автоматтандырылған схеманы қолдану арқылы орындалған өлшеу нәтижелері бойынша, МДМ – әдіс бойынша (3-сурет)	
T_{max} , К	$U_{0,th2}$	$U_{0,th1}$	$U_{0,exp2}$	$U_{0,th2}$
100	0,05±0,01	0,05	0,05±0,01	0,05
130	0,17±0,02	0,16	0,17±0,01	0,16
178	0,25±0,03	0,25	0,25±0,02	0,25
206	0,31±0,03	0,31	0,31±0,02	0,31
235	0,4±0,04	0,36	0,4±0,02	0,4
260	0,49±0,05	0,45	0,49±0,02	0,47

Ескерту – автормен құрастырылған

Релаксаторлар параметрлерінің теориялық мәндерін есептеу СФМ (Kalytka, 2021) әдісімен жүзеге асырылатындықтан, эксперименттік жағдайлардың математикалық модельге болжамдарға айтарлықтай әсерін ескере отырып, өлшеу процесін автоматтандыру № 5, 6 максимумдар үшін $U_{0,th1}$ салыстырғанда $U_{0,th2}$ мәндеріне оң әсер етті (2-кесте).

СБК қатарының диэлектрлік қасиеттерін зерттеуге ұқсас әдістерді қолдану (мысалы, химиялық таза халькантит $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ (Kalytka, 2021), тальк $Mg_3(Si_4O_{10})(OH)_2$ (Kalytka & Коровкин, 2015; Kalytka, 2021).1,2] және т.б.) анықталған заңдылықтарды растайтыны анық.

Қорытынды. Біз жетілдірген қондырғы және эксперименттер әдістемесі $I \geq 10^{-15}$ А және $tg\delta \geq 3 \cdot 10^{-4}$ тоғының күшін өлшеуге, поляризациялайтын өрістің 50 кГц – 35 МГц жиілігі кезінде температура диапазонында полярсыздандырудың термоынталандырылған токтарының спектрлерін түсіруге, сондай-ақ бірқатар технологиялық процестер үшін аспаптар мен жабдықтар жұмыс істейтін жағдайларды модельдеуге мүмкіндік береді (мысалы, керамика және қабатты минералдар негізінде оқшаулауды дайындау кезінде (слюда, тальк, кристаллогидраттар)).

Өлшеу нәтижелерін математикалық статистика әдістерімен өңдеу резонанстық немесе көпір әдістерімен салыстырғанда релаксация параметрлерін анықтау үшін полярсыздандырудың термоынталандырылған тогы әдісінің айқын артықшылығын анықтады (1-кесте).

Есептеу нәтижелері бойынша (табиғи флогопит кристалы мысалында) полярсыздандырудың термоынталандырылған токтарын өлшеудің автоматтандырылған схемасын қолдану (ЭЕМ негізінде, дыбыстық картаның көмегімен, МДМ – әдісімен) № 2-6 максимумдар температуралары кезінде іске қосылатын $U_{0,exp}$ релаксаторларды өлшеу кезінде дәлдік дәрежесінің елеулі жоғарылауына әкеледі (2-кесте). Сонымен қатар, № 5, 6 максимумдар үшін теориялық белсендіру энергиясының $U_{0,th}$ мәні іс жүзінде $U_{0,exp}$ сәйкес келеді.

Әдебиеттер тізімі

- Калытка В.А., Коровкин М.В. Протонная проводимость. Монография: ISBN-13: 978-3-659-68923-9; ISBN-10: 3659689238; EBAN: 9783659689239. Germany: «LAP LAMBERT Academic Publishing». – 2015. – 180 p. <http://www.lap-publishing.com> // Kalytk V.A., Korovkin M.V. Protonnaya provodimost. Monografiya: ISBN-13: 978-3-659-68923-9; ISBN-10: 3659689238; EBAN: 9783659689239. Germany: «LAP LAMBERT Academic Publishing». – 2015. – 180 p. <http://www.lap-publishing.com>.
- Kalytk V.A. «Electrophysics of proton semiconductors and dielectrics». Publisher: Karaganda Technical University, Karaganda: KTU Publ. House, 2021, 133 p. - Bibliography: p. 133 - 500 copies – ISBN 978-601-320-399-7.
- Астапов В.Н. Аналитический обзор электрофизических характеристик углеводородных жидкостей и применение их в информационно-измерительных системах для контроля качества топлив // Научное обозрение. Технические науки. – 2016. – № 5. – С. 5-27. // Astapov V.N. Anilicheskij obzor elektrofizicheskikh harakteristik uglevodородnyh zhidkostej i primenenie ih v informacionno-izmeritelnyh sistemah dlya kontrolya kachestva topliv // Nauchnoe obozrenie. Tehnicheskie nauki. – 2016. – № 5. – S. 5-27.
- Mironov V. L. A dielectric model of thawed and frozen Arctic soils considering frequency, temperature, texture and dry density // International Journal of Remote Sensing. – 2020. – Vol. 41, no. 10. – P. 3845 – 3865. – URL: <https://doi.org/10.1080/01431161.2019.1708506>.
- Mironov V. L. [et al.]. Joint studies of water phase transitions in Na-bentonite clay by calorimetric and dielectric methods // Cold Reg. Sci. Technol. – 2018. – Vol. 153. – P. 172 – 180. – URL: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0165232X17302598>.
- Миронов В. Л., Лукин Ю. И. Многорелаксационная температурная модель комплексной диэлектрической проницаемости бентонитовой глины в диапазоне частот от 15 МГц до 15 ГГц // Радиотехника. – 2019. – Т. 83, 12(19). – С. 33 – 44 // Mironov V. L., Lukin Yu. I. Mnogorelaksacionnaya temperaturnaya model kompleksnoj dielektricheskoy pronicaemosti bentonitovoj gliny v diapazone chastot ot 15 MGc do 15 GGc // Radiotehnika. – 2019. – Т. 83, 12(19). – S. 33 – 44.
- Емельянова Ю. В., Морозова М. В., Михайловская З. А., Буянова Е. С. Импедансная спектроскопия: теория и применение: учеб. пособие / [под общ. ред. Е. С. Буяновой]; М-во образования и науки Рос. Федерации, Урал. федер. ун-т. – Екатеринбург: ISBN 978-5-7996-2067-7; Изд. во Урал. ун-та, 2017. – 156 с. // Emelyanova Yu. V., Morozova M. V., Mihajlovskaya Z. A., Buyanova E. S. Impedansnaya spektroskopiya: teoriya i primenenie: ucheb. posobie / [pod obsh. red. E. S. Buyanovoj]; M-vo obrazovaniya i nauki Ros. Federacii, Ural. feder. un-t. – Ekaterinburg: ISBN 978-5-7996-2067-7; Izd. vo Ural. un-ta, 2017. – 156 s.
- Gagkaeva Z. V., Sidoruk K. V., Gorshunov B. P., Motovilov K. A. Aqueous cations and excess of translational vibrations as the evidences of charge transport in biomaterials. 5th International Conference on Nanotechnologies and Biomedical Engineering (ICNBME-2021). November 3-5, 2021, Chisinau, Moldova.
- Тихомиров П. О., Емельянов П. В., Плотник Н. С., Зырянов А. В. Минимизация времени простоя процессов при их миграции в облачном хостинге // Вестник НГУ. Серия: Информационные технологии. – 2014. – Том 12. – Выпуск № 4. – С. 112-120. – ISSN 1818-7900 // Tihomirov P. O., Emelyanov P. V., Plotnik N. S., Zyryanov A. V. Minimizaciya vremeni prostoya processov pri ih migracii v oblachnom hostinge // Vestnik NGU. Seriya: Informacionnye tehnologii. – 2014. – Tom 12, Vypusk № 4. – S. 112-120. – ISSN 1818-7900.
- Иванов В. Н. Численные методы исследования механических систем с дополнительными связями // Вестник Пермского университета. Серия: Математика. Механика. Информатика. – 2015. – Том 31, Выпуск № 4. // Ivanov V. N. Chislennye metody issledovaniya mehanicheskikh sistem s dopolnitelnymi svyazyami // Vestnik Permskogo universiteta. Seriya: Matematika. Mehanika. Informatika. – 2015. – Tom 31, Vypusk № 4.
- Motovilov K. A., Savinov M., Zhukov S., Grinenko V., Tyurenkov I. O., Gagkaeva Z. V., Mostert B., Gorshunov B. P. The comparative study of the transport properties and structural organization of peptides enriched with aromatic

- groups and the pigment eumelanin. SPb-POEM. 2020, Saint-Petersburg, Russia.
- Motovilov K.A., Grinenko V., Savinov M., Zhukov S., Mostert B., Tyurenkov I.O., Gagkaeva Z.V., Gorshunov B.P. Transport characteristics of synthetic eumelanin. 62 AllRussia scientific conference in MIPT. November 18-23, 2019, Dolgoprudny, Russia.
- Gagkaeva Z.V., Motovilov K.A., Grinenko V., Savinov M., Bedran Z.V., Mostert A.B., Gorshunov. B.P. Transport properties and dielectric relaxations in eumelanin. Organic Bioelectronics Italy. October 21-23, 2019, Naples, Italy.
- Annenkov Yu. M., Kalytka V.A., Korovkin M.V. Quantum effects under migratory polarization in nanometer layers of proton semiconductors and dielectrics at ultralow temperatures. Russian Physics Journal - Vol., No.1, 2017. - pp. 35- 41. DOI: 10.1007/s11182-015-0459-z.
- Хуснулина А.Л., Воскобойникова О.Б. Автоматизированная система сбора и визуализации технологических данных в производстве полупроводниковых приборов // Вестник НГУ. Серия: Информационные технологии. – 2017. – Том 15, Выпуск № 3. – С. 100-110. – DOI 10.25205/1818-7900-2017-15-3-100-110. – ISSN 1818-7900 // Husnulina A.L., Voskoboynikova O.B. Avtomatizirovannaya sistema sbora i vizualizacii tehnologicheskikh dannyh v proizvodstve poluprovodnikovyyh priborov//Vestnik NGU. Seriya: Informacionnye tehnologii. - 2017. - Tom 15, Vypusk № 3. – S. 100-110. - DOI 10.25205/1818-7900-2017-15-3-100-110. – ISSN 1818-7900.
- Кротов К.В. Градиентный метод формирования динамических расписаний обработки данных в конвейерной системе при различных моментах времени их поступления//Вестник НГУ. Серия: Информационные технологии. – 2016. – Т. 14, Выпуск № 1. – С. 39-60 // Krotov K.V. Gradientnyj metod formirovaniya dinamicheskikh raspisanij obrabotki dannyh v konvejernoj sisteme pri razlichnyh momentah vremeni ih postupleniya//Vestnik NGU. Seriya: Informacionnye tehnologii. – 2016. – Т. 14, Vypusk № 1. – С. 39-60.
- Kalytka V.A., Bashirov A.V., Taranov A.V., Tatkeyeva G. G., Neshina Y.G. and Sidorina Y.A. Methods of Theoretical Researches the Properties of Electrotechnical Materials Class of Dielectrics with Hydrogen Bonds//Journal of Computational and Theoretical Nanoscience, Vol. 16, 2019, pp. 1–6. DOI: 10.1166/jctn.2019.8130.
- Kalytka V.A., Korovkin M.V. Dispersion relations for proton relaxation in solid dielectrics. Russian Physics Journal - Vol. 59, No.12, April, 2017. - pp. 2151- 2161. DOI: 10.1007/s11182-017-1027-5.
- Khannanov B.K., Sanina V.A., Golovenchits E.I., Scheglov M.P. Electric polarization induced by phase separation in magnetically ordered and paramagnetic states of RMn_2O_5 (R=Gd, Bi) // J. Magn. Mater. 2017. Vol. 421. P. 326–335.

Information about authors

Valery Kalytka – PhD, associate professor, Abylkas Saginov Karaganda Technical University, Karaganda, Kazakhstan, kalytka@mail.ru

Ali Mekhtiyev – Cand.Sci. (Eng.), Associate Professor, NJSC "Kazakh Agrotechnical Research University named after S. Seifullin", Astana, Kazakhstan, barton.kz@mail.ru

Pavel Dunayev – Cand.Sci. (Eng.), PhD, Associate Professor, Head of Department, NJSC "Kazakh Agrotechnical Research University named after S. Seifullin", Astana, Kazakhstan, dunayev.kz@mail.ru
