

ИССЛЕДОВАНИЕ САХАРОЗЫ МЕТОДОМ ЕМКОСТНОЙ РЕЛАКСАЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

Бумай Ю.А., Васьков О.С., Почкаев А.В., Почкаева Т.В.

Белорусский национальный технический университет
Минск, Республика Беларусь

Введение. Впервые с использованием релаксационного импеданс-спектрометра [1] проведены измерения электрических параметров сахарозы в области низких частот (области α -дисперсии).

Сахароза ($C_{12}H_{22}O_{11}$) – сложный углевод (дисахарид), полярный углеводород, состоящий из двух моносахаридов (α -D-глюкопиранозила- (1,2) – β -D-фруктофуранозида), содержит полярные группы ОН. В чистом виде – бесцветное, твердое, кристаллическое вещество, с высокой растворимостью в воде; представляет собой моноклинный кристалл в виде скошенного параллелепипеда. Используется как ценное сырье в фармакологии для изготовления некоторых лекарственных форм и лекарственных средств. Сахароза является диэлектриком с электретными свойствами, электрические параметры которого зависят от влажности, массовой доли нерастворимых в воде веществ, органических кислот, микроэлементов (хлора, железа, кальция, сульфатов и тяжелых металлов), а также инвертированного сахара. В связи с этим интенсивные исследования ее электрических свойств ведутся уже длительное время [2,3].

Методика эксперимента. Образцы, взятые для измерений, диаметром 3 мм и массой 22 мг, имеющие шарообразную форму в виде гранулы, изготовлены методом дражирования с включением примесных ионов (дефектов) в узлах кристаллической решетки в разных слоях гранулы.

В работе приведены временные спектры электрической проводимости, которая имеет преимущественно емкостной характер, сухой сахарозы и сахарозы с влажностью менее 1% в области времен 10 мс – 100 с, полученные в результате эксперимента, а также изложены методы измерений и интерпретации результатов. Интерпретация результатов измерений основывается на представлении модели образца как суперпозиции комплексных проводимостей, одна из которых отражает влияние объема образца и представлена в виде параллельной цепочки $Ro||Co$, вторая – поверхностная (слоевая) проводимость – одна или несколько последовательных цепочек $RiCi$ (рис. 1).

Суть методики измерений состоит в подаче на образец напряжения в виде прямоугольного импульса с амплитудой E и проведении исследования переходных процессов с помощью зарядочувствительной схемы.

Далее выполняется цифровое преобразование временных зависимостей напряжения на выходе операционного усилителя с использованием

прецизионного модуля АЦП-ЦАП с последующей компьютерной обработкой (рис. 2).

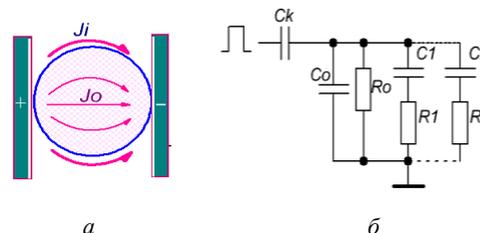
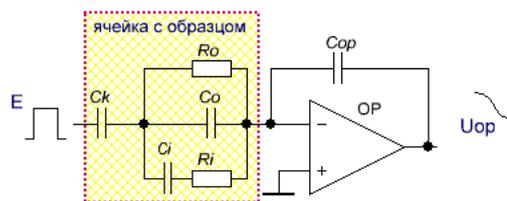


Рисунок 1 – Схема ячейки с образцом (а) и ее эквивалентная модель (б):

C_k – контактная емкость электроды – образец, Co , Ro – емкость и сопротивление объема образца, Ci , Ri – емкость и сопротивление поверхностного слоя



OP – операционный усилитель

Рисунок 2 – Электрическая схема измерений

Вывод рабочих формул. Для модели на рис. 1 выражение емкости ячейки с образцом в области комплексного переменного $p=j\omega$, имеет вид:

$$C(j\omega) = \frac{C_k \left(\frac{1 + p\tau_0}{R_0} + \sum_{i=1}^n \frac{pC_i}{1 + p\tau_i} \right)}{pC_k + \frac{1 + p\tau_0}{R_0} + \sum_{i=1}^n \frac{pC_i}{1 + p\tau_i}}$$

Для случая с одним временем релаксации $\tau_i = \tau_1$ выражение для емкости $C(j\omega)$ принимает вид:

$$C(j\omega) = C_k \frac{p^2 \tau_i \tau_0 + p(C_k R_0 + \tau_i + \tau_0) + 1}{p^2 (C_k R_0 \tau_i + \tau_i \tau_0) + p(C_k R_0 + \tau_i + \tau_0) + 1}$$

где $\tau_i = r_i C_0$, $\tau_0 = R_0 C_0$.

Переход во временную область осуществляется с помощью преобразования Карлсона-Лапласа. В общем случае формула имеет вид:

$$C^*(t) = \frac{C_k}{C_0 + C_k} \left[C_0 + \frac{C_i C_k}{C_i + C_0 + C_k} \left(1 - \exp\left(-m \frac{t}{\tau_i}\right) \right) \right] + \frac{C_k^2}{C_i + C_0 + C_k} \left(1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau_2}\right) \right),$$

где $m = 1 + \frac{C_i}{C_0 + C_k}$, $\tau_\Sigma = R_0(C_i + C_0 + C_k)$.

Рис. 3 иллюстрирует временную зависимость эффективной емкости, следующую из данной формулы.

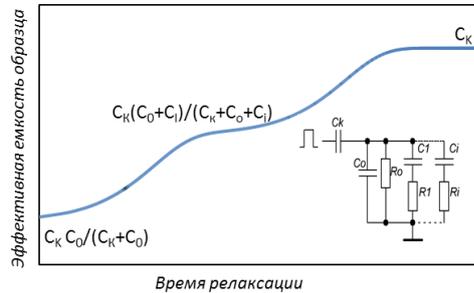


Рисунок 3 – Релаксация ёмкости ячейки с образцом при поляризации в постоянном электрическом поле

В частном случае, если $\tau_i \ll \tau_0$, формула принимает следующий вид:

$$C^*(t) = \frac{C_k}{C_0 + C_k} \left[C_0 + \frac{C_i C_k}{C_i + C_0 + C_k} \left(1 - \exp\left(-m \frac{t}{\tau_i}\right) \right) \right],$$

где $m = 1 + \frac{C_i}{C_0 + C_k}$.

Результаты измерений. Детальный анализ результатов измерений проводился с помощью экстраполяции релаксационных спектров особыми экспоненциальными функциями. Подобная методика описана в работе [4] применительно к анализу тепловых спектров полупроводниковых приборов.

В первом приближении дифференциальный спектр соответствует логарифмической производной от релаксационного спектра (зависимости эффективной емкости от времени):

$$C''(t) = \frac{C_i C_k^2}{(C_0 + C_k)(C_i + C_0 + C_k)} m \frac{t}{\tau_i} \exp\left(-m \frac{t}{\tau_i}\right)$$

Релаксационный и дифференциальный емкостные спектры образцов с разным уровнем влажности приведены на рис. 4. Положение пиков дифференциального спектра и их амплитуду можно связать с особенностями многослойной структуры образцов, то есть провести их идентификацию. Для того чтобы получить более подробную информацию об отдельных слоях, для построения дифференциального спектра используются производные высших порядков и производится его дискретизация [4]. Данные спектры (непрерывный и дискретный), приведенные на рис. 5 для сухого и влажного образцов сахарозы существенно различаются, что свидетельствует о высокой чувствительности метода.

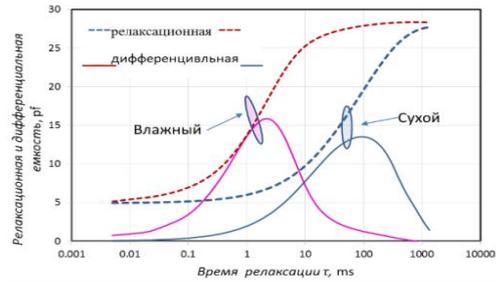


Рисунок 4 – Релаксационный (штриховая линия) и дифференциальный (непрерывная линия) емкостные спектры образцов с разным уровнем влажности

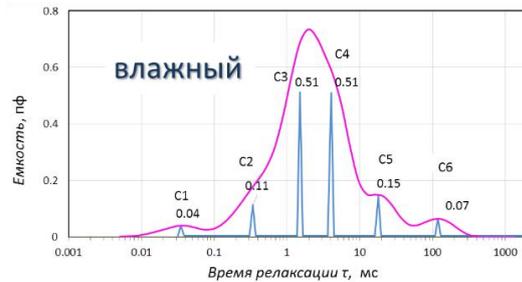
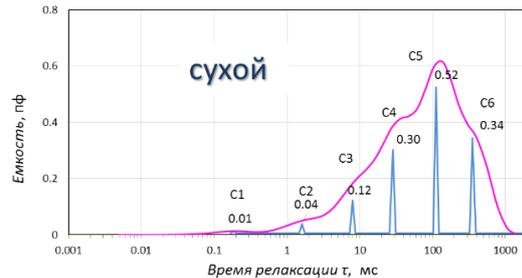


Рисунок 5 – Дифференциальный (непрерывный) и дискретный (вертикальные линии) емкостные спектры образцов сахарозы с различной степенью влажности

Литература

1. Бумай, Ю.А. Релаксационный импеданс-спектрометр тепловых процессов / Ю.А. Бумай, О.С. Васьков, В. К. Кононенко, В. М. Ломако // Электроника инфо. – 2010. – № 3. – С. 58–59.
2. Longinotti, M.P. Electrical Conductivity and Complexation of Sodium Borate in Trehalose and Sucrose Aqueous Solutions / M.P. Longinotti, H.R. Corti // Journal of Solution Chemistry. – 2004. – Vol. 33, №8. – P. 1029 – 1040.
3. Murtomaa, M. One-step measurements of powder resistivity as a function of relative humidity and its effect on charging / M. Murtomaa, J. Peltonen, J. Salonen // Journal of Electrostatics. – 2015. – Vol. 76. – P. 78–82
4. Васьков, О.С. Диагностика технологических характеристик мощных транзисторов с помощью релаксационного импеданс-спектрометра тепловых процессов / О.С. Васьков, В.С. Нисс, В.К. Кононенко, А.С. Турцевич, И.И. Рубцевич, Я.А. Соловьев, А.Ф. Керенцев // Изв. вузов. Материалы электронной техники. – 2014. № 1. – С. 47–52.