



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 115877089 A

(43) 申请公布日 2023. 03. 31

(21) 申请号 202211646137.5

(22) 申请日 2021.08.24

(62) 分案原申请数据

202110972690.7 2021.08.24

(71) 申请人 中国科学院地球化学研究所

地址 550000 贵州省贵阳市观山湖区林城西路99号

(72) 发明人 单双明 李和平

(74) 专利代理机构 北京方圆嘉禾知识产权代理有限公司 11385

专利代理师 王月松

(51) Int. Cl.

G01R 27/26 (2006.01)

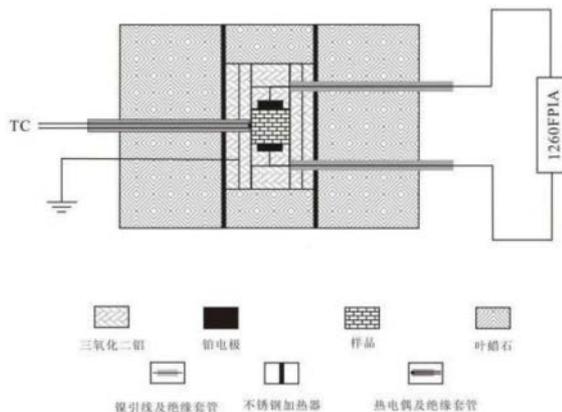
权利要求书2页 说明书6页 附图3页

(54) 发明名称

高温高压条件下固体材料介电常数的阻抗谱原位测量方法

(57) 摘要

本发明提供一种高温高压条件下固体材料介电常数的阻抗谱原位测量方法,属于电学性质测量技术领域。包括:将待测固体材料进行超声波清洗后烘干,组装于阻抗谱原位测量装置进行高温高压试验,记录阻抗谱数据;对阻抗谱数据进行等效电路拟合得出电容值;基于电容值计算待测固体材料的表观测量介电常数并进行边缘效应校正,得到最终测量介电常数;阻抗谱原位测量装置包括:叶蜡石、加热器、两个板形铂电极及两个圆柱形堵头;叶蜡石上贯穿有开孔,开孔内设置有若干个套接的圆环形不锈钢片;两个电极相对设置在最内层不锈钢片内,且分别与阻抗/增益-相位阻抗谱分析仪的两端连接。能够在高温高条件下对待测固体材料的介电常数的性质进行研究。



1. 一种高温高压条件下固体材料介电常数的阻抗谱原位测量方法, 其特征在于, 所述高温高压条件下固体材料介电常数的阻抗谱原位测量方法包括:

步骤S1、预先准备若干个高度不同的圆柱体形状的待测固体材料; 所述待测固体材料的两个顶面经过1000目金刚石砂纸打磨处理;

步骤S2、将所述待测固体材料在无水乙醇中用超声波清洗机进行清洗;

步骤S3、将经过清洗处理的待测固体材料进行烘干处理;

步骤S4、将经过烘干处理的所述待测固体材料分别组装于阻抗谱原位测量装置后进行高温高压试验; 试验过程中先采用0.5GPa/h的升压速率升到预定压力后再以20°C/min升温速率自动升温, 待温度稳定至预定值后稳定15-20min, 然后用阻抗/增益-相位阻抗谱分析仪在 10^{-1} - 10^7 Hz频率范围内多次测量并记录所述待测固体材料的阻抗谱数据;

所述阻抗谱原位测量装置包括: 叶蜡石、加热器、第一板形铂电极、第二板形铂电极、第一圆柱形堵头及第二圆柱形堵头;

所述叶蜡石的两个相对的端面之间贯穿有一圆柱形开孔; 所述圆柱形开孔内设置有加热器; 所述加热器由若干个不同直径的圆环形不锈钢片套接而成; 所述第一板形铂电极及所述第二板形铂电极设置在所述加热器最内层的圆环形不锈钢片的空腔内, 且所述第一板形铂电极和所述第二板形铂电极相对设置; 所述第一板形铂电极和所述第二板形铂电极用于夹持待测固体材料; 所述第一板形铂电极通过第一引线与阻抗/增益-相位阻抗谱分析仪的一端电性连接, 所述第二板形铂电极通过第二引线与所述阻抗/增益-相位阻抗谱分析仪的另一端电性连接; 所述待测固体材料与所述加热器最内层的圆环形不锈钢片之间填充有若干层可切削氧化铝填充物, 在所述可切削氧化铝填充物中设置有金属薄膜, 所述金属薄膜电性连接有接地导线; 所述第一圆柱形堵头用于封闭所述圆柱形开孔的一端, 所述第二圆柱形堵头用于封闭所述圆柱形开孔的另一端;

步骤S5、对所述阻抗谱数据进行等效电路拟合, 得出电容值 C_1 ; 基于所述电容值 C_1 计算所述待测固体材料的表观测量介电常数 ϵ_M ;

步骤S6、对所述表观测量介电常数 ϵ_M 进行边缘效应校正, 得到所述待测固体材料的最终测量介电常数 ϵ 。

2. 根据权利要求1所述的高温高压条件下固体材料介电常数的阻抗谱原位测量方法, 其特征在于, 所述圆柱体形状的待测固体材料的直径为6mm, 高度分别为1mm、2mm、3mm和4mm。

3. 根据权利要求1所述的高温高压条件下固体材料介电常数的阻抗谱原位测量方法, 其特征在于, 步骤S4中所述预定压力的数值范围为0.5-4.0GPa。

4. 根据权利要求1所述的高温高压条件下固体材料介电常数的阻抗谱原位测量方法, 其特征在于, 步骤S6中采用下式对所述表观测量介电常数 ϵ_M 进行边缘效应校正, 得到所述待测固体材料的最终测量介电常数 ϵ ;

$$\epsilon = a \times \exp\left(-\frac{D/d}{b}\right) + \epsilon_M;$$

其中, D为第一板形铂电极和第二板形铂电极的直径, d为第一板形铂电极和第二板形铂电极的间距, a为预设的第一拟合参数, b为预设的第二拟合参数。

5. 根据权利要求1所述的高温高压条件下固体材料介电常数的阻抗谱原位测量方法,

其特征在于,所述叶蜡石的形状为立方体。

6. 根据权利要求1所述的高温高压条件下固体材料介电常数的阻抗谱原位测量方法,其特征在于,所述叶蜡石用作外传压介质;所述可切削氧化铝填充物用作内传压介质。

7. 根据权利要求1所述的高温高压条件下固体材料介电常数的阻抗谱原位测量方法,其特征在于,所述叶蜡石预先经过烧结处理;其中,烧结温度为973K,烧结时间为8-10h。

8. 根据权利要求1所述的高温高压条件下固体材料介电常数的阻抗谱原位测量方法,其特征在于,所述阻抗谱原位测量装置还包括第一绝缘套筒和第二绝缘套筒;

所述第一引线穿插在所述第一绝缘套筒的穿线孔内;

所述第二引线穿插在所述第二绝缘套筒的穿线孔内。

9. 根据权利要求1所述的高温高压条件下固体材料介电常数的阻抗谱原位测量方法,其特征在于,所述第一引线和所述第二引线均为镍金属材料。

10. 根据权利要求1所述的高温高压条件下固体材料介电常数的阻抗谱原位测量方法,其特征在于,所述阻抗谱原位测量装置还包括:

热电偶,一端与待测固体材料接触,另一端裸露在环境中。

高温高压条件下固体材料介电常数的阻抗谱原位测量方法

[0001] 本申请是名为《一种高温高压条件下固体材料介电常数的阻抗谱原位测量装置及方法》的专利申请的分案申请，原申请的申请日为2021年08月24日，申请号为202110972690.7。

技术领域

[0002] 本说明书涉及介电材料的电学性质测量技术领域，尤其涉及一种高温高压条件下固体材料介电常数的阻抗谱原位测量方法。

背景技术

[0003] 介电材料的电学性质是人们了解物质微观结构最为重要的窗口之一，其与物质的光学、电学、热学、流变学以及扩散和电磁特性等有着固有的内在联系。高温高压条件下介电材料的电学性质与外部热力学条件间的定量关系可为人们求解物质的微观结构参数提供多种约束条件。固体材料如石英及其高压相在地球内部广泛存在，是地壳的主要造岩矿物之一。因此，有必要提供一种高温高压条件下能够测量固体材料介电常数性质的装置及方法，以便于开展高温高压条件下固体材料介电常数性质的试验研究。

发明内容

[0004] 本发明的目的是提供一种高温高压条件下固体材料介电常数的阻抗谱原位测量方法，以便于开展高温高压条件下固体材料介电常数性质的试验研究。

[0005] 为实现上述目的，本发明提供了如下方案：

[0006] 一种高温高压条件下固体材料介电常数的阻抗谱原位测量方法，包括：

[0007] 步骤S1、预先准备若干个高度不同的圆柱体形状的待测固体材料；所述待测固体材料的两个顶面经过1000目金刚石砂纸打磨处理；

[0008] 步骤S2、将所述待测固体材料在无水乙醇中用超声波清洗机进行清洗；

[0009] 步骤S3、将经过清洗处理的待测固体材料进行烘干处理；

[0010] 步骤S4、将经过烘干处理的所述待测固体材料分别组装于阻抗谱原位测量装置后进行高温高压试验；试验过程中先采用0.5GPa/h的升压速率升到预定压力后再以20°C/min升温速率自动升温，待温度稳定至预定值后稳定15-20min，然后用阻抗/增益-相位阻抗谱分析仪在 10^{-1} - 10^7 Hz频率范围内多次测量并记录所述待测固体材料的阻抗谱数据；

[0011] 所述阻抗谱原位测量装置包括：叶蜡石、加热器、第一板形铂电极、第二板形铂电极、第一圆柱形堵头及第二圆柱形堵头；

[0012] 所述叶蜡石的两个相对的端面之间贯穿有一圆柱形开孔；所述圆柱形开孔内设置有加热器；所述加热器由若干个不同直径的圆环形不锈钢片套接而成；所述第一板形铂电极及所述第二板形铂电极设置在所述加热器最内层的圆环形不锈钢片的空腔内，且所述第一板形铂电极和所述第二板形铂电极相对设置；所述第一板形铂电极和所述第二板形铂电极用于夹持待测固体材料；所述第一板形铂电极通过第一引线与阻抗/增益-相位阻抗谱分

析仪的一端电性连接,所述第二板形铂电极通过第二引线与所述阻抗/增益-相位阻抗谱分析仪的另一端电性连接;所述待测固体材料与所述加热器最内层的圆环形不锈钢片之间填充有若干层可切削氧化铝填充物,在所述可切削氧化铝填充物中设置有金属薄膜,所述金属薄膜电性连接有接地导线;所述第一圆柱形堵头用于封闭所述圆柱形开孔的一端,所述第二圆柱形堵头用于封闭所述圆柱形开孔的另一端;

[0013] 步骤S5、对所述阻抗谱数据进行等效电路拟合,得出电容值 C_1 ;基于所述电容值 C_1 计算所述待测固体材料的表观测量介电常数 ϵ_M ;

[0014] 步骤S6、对所述表观测量介电常数 ϵ_M 进行边缘效应校正,得到所述待测固体材料的最终测量介电常数 ϵ 。

[0015] 优选的,所述圆柱体形状的待测固体材料的直径为6mm,高度分别为1mm、2mm、3mm和4mm。

[0016] 优选的,步骤S6中采用下式对所述表观测量介电常数 ϵ_M 进行边缘效应校正,最终得到所述待测固体材料的最终测量介电常数 ϵ ;

$$[0017] \quad \epsilon = a \times \exp\left(-\frac{D/d}{b}\right) + \epsilon_M;$$

[0018] 其中,D为电极直径,d为两电极间距,a为预设的第一拟合参数,b为预设的第二拟合参数。

[0019] 优选的,步骤S4中所述预定压力的数值范围为0.5-4.0GPa。

[0020] 优选的,所述叶蜡石的形状为立方体。

[0021] 优选的,所述叶蜡石用作外传压介质;所述可切削氧化铝填充物用作内传压介质。

[0022] 优选的,所述立方体形状的叶蜡石预先经过烧结处理;其中,烧结温度为973K,烧结时间为8-10h。

[0023] 优选的,所述阻抗谱原位测量装置还包括第一绝缘套筒和第二绝缘套筒;

[0024] 所述第一引线穿插在所述第一绝缘套筒的穿线孔内;

[0025] 所述第二引线穿插在所述第二绝缘套筒的穿线孔内。

[0026] 优选的,所述第一引线和所述第二引线均为镍金属材质。

[0027] 优选的,所述阻抗谱原位测量装置还包括:

[0028] 热电偶,一端与待测固体材料接触,另一端裸露在环境中。

[0029] 根据本发明提供的具体实施例,本发明公开了以下技术效果:

[0030] 本发明提供了一种高温高压下固体材料介电常数的阻抗谱原位测量方法,应用阻抗谱原位测量装置,能够在高温高条件下对固体材料的介电常数的性质进行研究,从而为研究固体材料在高温高压条件下的介电常数开辟了一条新的途径。

附图说明

[0031] 为了更清楚地说明本发明实施例或现有技术中的技术方案,下面将对实施例中所需要使用的附图作简单地介绍,显而易见地,下面描述中的附图仅仅是本发明的一些实施例,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动性的前提下,还可以根据这些附图获得其他的附图。

[0032] 图1为本发明中阻抗谱原位测量装置的截面图;

[0033] 图2为本发明高温高压条件下固体材料介电常数的阻抗谱原位测量方法的流程示意图；

[0034] 图3为本发明实施例所提供的高温高压条件下石英样品介电常数的阻抗谱原位测量得到的阻抗谱图。

具体实施方式

[0035] 下面将结合本发明实施例中的附图,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0036] 为使本发明的上述目的、特征和优点能够更加明显易懂,下面结合附图和具体实施方式对本发明作进一步详细的说明。

[0037] 本说明书实施例首先提供一种高温高压条件下固体材料介电常数的阻抗谱原位测量装置,如图1所示,阻抗谱原位测量装置包括:立方体形状的叶蜡石,叶蜡石用作外传压介质。在叶蜡石的一个端面和与此端面相对的另一个端面贯穿开设有一圆柱形开孔,此圆柱形开孔可采用机械加工的方式制得。在圆柱形开孔内设置有由若干个不同直径的圆环形不锈钢片套接而成的加热器,在本实施例技术方案中不锈钢片的层数为3。在这3层不锈钢片中,最内层的圆环形不锈钢片的空腔内设置有第一板形铂电极和第二板形铂电极,第一板形铂电极和第二板形铂电极相对设置,用于夹持待测固体材料。其中,第一板形铂电极通过第一引线与阻抗/增益-相位阻抗谱分析仪的一端电性连接,第二板形铂电极通过第二引线与阻抗/增益-相位阻抗谱分析仪的另一端电性连接。

[0038] 在待测固体材料与最内层的圆环形不锈钢片之间填充有可切削氧化铝填充物,可切削氧化铝填充物用作内传压介质。在可切削氧化铝填充物中设置有金属薄膜,金属薄膜电性连接有接地导线。

[0039] 本发明实施例提供的固体材料介电常数的阻抗谱原位测量装置还包括第一圆柱形堵头和第二圆柱形堵头,其中,第一圆柱形堵头用于封闭圆柱形开孔的一端,第二圆柱形堵头用于封闭圆柱形开孔的另一端。这样在试验时,通过第一圆柱形堵头和第二圆柱形堵头的密封作用,可将用作试验样品的待测固体材料封闭在密闭空间中,从而能够在高温高压条件下测量固体材料介电常数的阻抗谱原位。

[0040] 在可选的实施例技术方案中,立方体形状的叶蜡石预先经过烧结处理,其中,烧结温度为973K,烧结时间为8-10h。

[0041] 在可选的实施例技术方案中,还包括第一绝缘套筒、第二绝缘套筒,第一引线穿插在第一绝缘套筒的穿线孔内,第二引线穿插在第二绝缘套筒的穿线孔内;第一引线和第二引线都为镍金属材质。

[0042] 应用本发明的装置,可以在高温高压条件下对固体材料介电常数的阻抗谱进行原位测量,包括以下步骤:

[0043] 步骤S1、预先准备若干个高度不同的圆柱体形状的待测固体材料,所述待测固体材料的两个顶面经过1000目金刚石砂纸打磨处理。

[0044] 步骤S2、将所述待测固体材料在无水乙醇中用超声波清洗机进行清洗。

[0045] 步骤S3、将经过清洗处理的待测固体材料进行烘干处理。

[0046] 步骤S4、将经过烘干处理的所述待测固体材料分别组装于阻抗谱原位测量装置后进行高温高压试验。试验过程中先采用0.5GPa/h的升压速率升到预定压力后再以20°C/min升温速率自动升温，待温度稳定至预定值后稳定15-20min，然后用阻抗/增益-相位阻抗谱分析仪在 10^{-1} - 10^7 Hz频率范围内多次测量并记录所述待测固体材料的阻抗谱数据。

[0047] 步骤S5、对所述阻抗谱数据进行等效电路拟合，得出电容值 C_1 ；基于所述电容值 C_1 计算所述待测固体材料的表观测量介电常数 ϵ_M 。

[0048] 步骤S6、对所述表观测量介电常数 ϵ_M 进行边缘效应校正，得到所述待测固体材料的最终测量介电常数 ϵ 。

[0049] 进一步优化方案，所述圆柱体形状的固体材料样品的直径为6mm，高度分别为1mm、2mm、3mm和4mm。

[0050] 进一步优化方案，所述步骤S4中所述预定压力的数值范围为0.5-4.0GPa，温度稳定后温度的波动范围应控制在 $\pm 2^\circ\text{C}$ 以内，从而能够在稳定的试验条件下得到准确的待测固体材料的阻抗谱数据，有效控制试验误差对最终试验结果的影响。

[0051] 具体的，应用本发明提供的装置对石英样品的介电常数的阻抗谱原位进行测量，可得到如图3所示的石英样品介电常数的阻抗谱原位的阻抗谱图。对阻抗谱数据进行等效电路拟合，可得到如表1所示的拟合结果。基于表1中所列的电容值可得到如表2所示的表观测量介电常数 ϵ_M 。

[0052] 表1各石英样品阻抗谱等效电路拟合结果

T(K)	4mm			3mm			2mm			1mm		
	C (F)	$\delta\%$		C (F)	$\delta\%$		C (F)	$\delta\%$		C (F)	$\delta\%$	
723	7.686E-11	0.601		7.397E-11	0.652		7.393E-11	0.718		7.945E-11	1.026	
773	7.626E-11	0.525		7.291E-11	0.594		7.306E-11	0.629		7.872E-11	0.994	
823	7.555E-11	0.449		7.221E-11	0.539		7.252E-11	0.585		7.813E-11	0.977	
873	7.568E-11	0.410		7.189E-11	0.496		7.201E-11	0.544		7.782E-11	0.958	
923	7.153E-11	0.474		7.155E-11	0.452		7.179E-11	0.509		7.785E-11	0.955	
973	7.134E-11	0.434		7.112E-11	0.422		7.182E-11	0.478		7.819E-11	1.009	
1023	7.131E-11	0.411		7.121E-11	0.424		7.192E-11	0.470		7.882E-11	1.040	
1073	7.135E-11	0.401		7.183E-11	0.417		7.209E-11	0.489		7.989E-11	1.168	
1123	7.141E-11	0.395		7.199E-11	0.398		7.245E-11	0.500		8.102E-11	1.253	
1173	7.161E-11	0.394		7.217E-11	0.408		7.278E-11	0.581		8.203E-11	1.258	

[0054] 表2高温高压条件下不同长度样品的表观测量介电常数 ϵ_M

	4mm	3mm	2mm	1mm
D/d	1.222	1.605	2.366	4.696
723 K	1866.245	1377.073	926.991	508.128
773 K	1851.651	1357.284	916.083	503.491
823 K	1834.387	1344.308	909.275	499.686
873 K	1837.617	1338.351	902.855	497.729
[0055] 923 K	1736.752	1331.984	900.159	497.914
973 K	1732.236	1324.072	900.510	500.063
1023 K	1731.483	1325.655	901.689	504.125
1073 K	1732.430	1337.290	903.921	510.936
1123 K	1733.862	1340.120	908.334	518.208
1173 K	1738.670	1343.601	912.472	524.636

[0056] 需要说明的是,由于边缘效应的存在,表观测量介电常数 ϵ_M 并不能完全反映样品本身的介电常数,而必须进行边缘效应校正。本发明实施例技术方案提供了进一步的优化方案,步骤S6中采用下式对所述表观测量介电常数 ϵ_M 进行边缘效应校正,最终得到石英样品的最终测量介电常数 ϵ ;

$$[0057] \quad \epsilon = a \times \exp\left(-\frac{D/d}{b}\right) + \epsilon_M;$$

[0058] 其中,D为第一板形铂电极和第二板形铂电极的直径,d为第一板形铂电极和第二板形铂电极的间距,a为预设的第一拟合参数,b为预设的第二拟合参数,从而可以得到如表3所示的不同温度下石英样品拟合结果。

[0059] 表32.0GPa压力下不同温度下的最终测量介电常数 ϵ

	T	a	b	ϵ	r^2
	723 K	4800.72285	0.97876	475.349	0.9984
	773 K	4845.13254	0.96342	474.163	0.9980
	823 K	4788.40765	0.96452	470.690	0.9979
	873 K	4913.15806	0.94629	471.699	0.9977
[0060]	923 K	4009.15328	1.06997	450.817	0.9996
	973 K	4004.55584	1.06370	454.952	0.9994
	1023 K	3997.96608	1.06187	459.261	0.9995
	1073 K	3976.81284	1.06732	464.078	0.9998
	1123 K	3962.24228	1.06464	471.962	0.9998
	1173 K	3979.43503	1.05859	479.453	0.9998

[0061] 本发明提供了一种高温高压下固体材料介电常数的阻抗谱原位测量方法,应用阻

抗谱原位测量装置,能够在高温高条件下对固体材料的介电常数的性质进行研究,从而为研究固体材料在高温高压条件下的介电常数开辟了一条新的途径。

[0062] 本文中应用了具体个例对本发明的原理及实施方式进行了阐述,以上实施例的说明只是用于帮助理解本发明的方法及其核心思想;同时,对于本领域的一般技术人员,依据本发明的思想,在具体实施方式及应用范围上均会有改变之处。综上所述,本说明书内容不应理解为对本发明的限制。

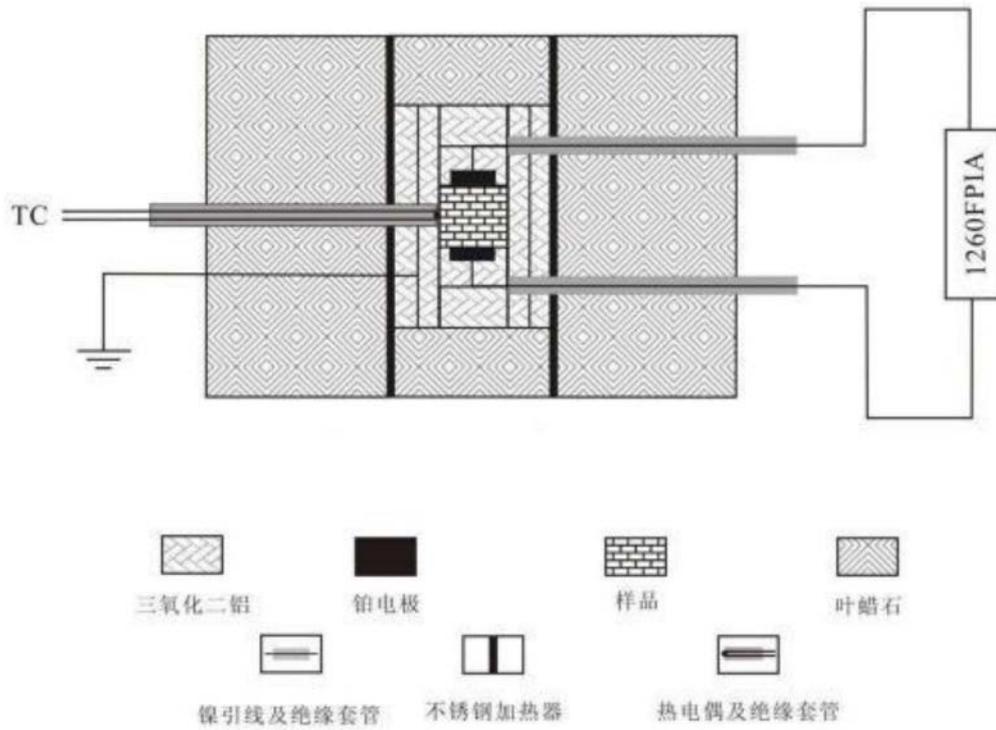


图1

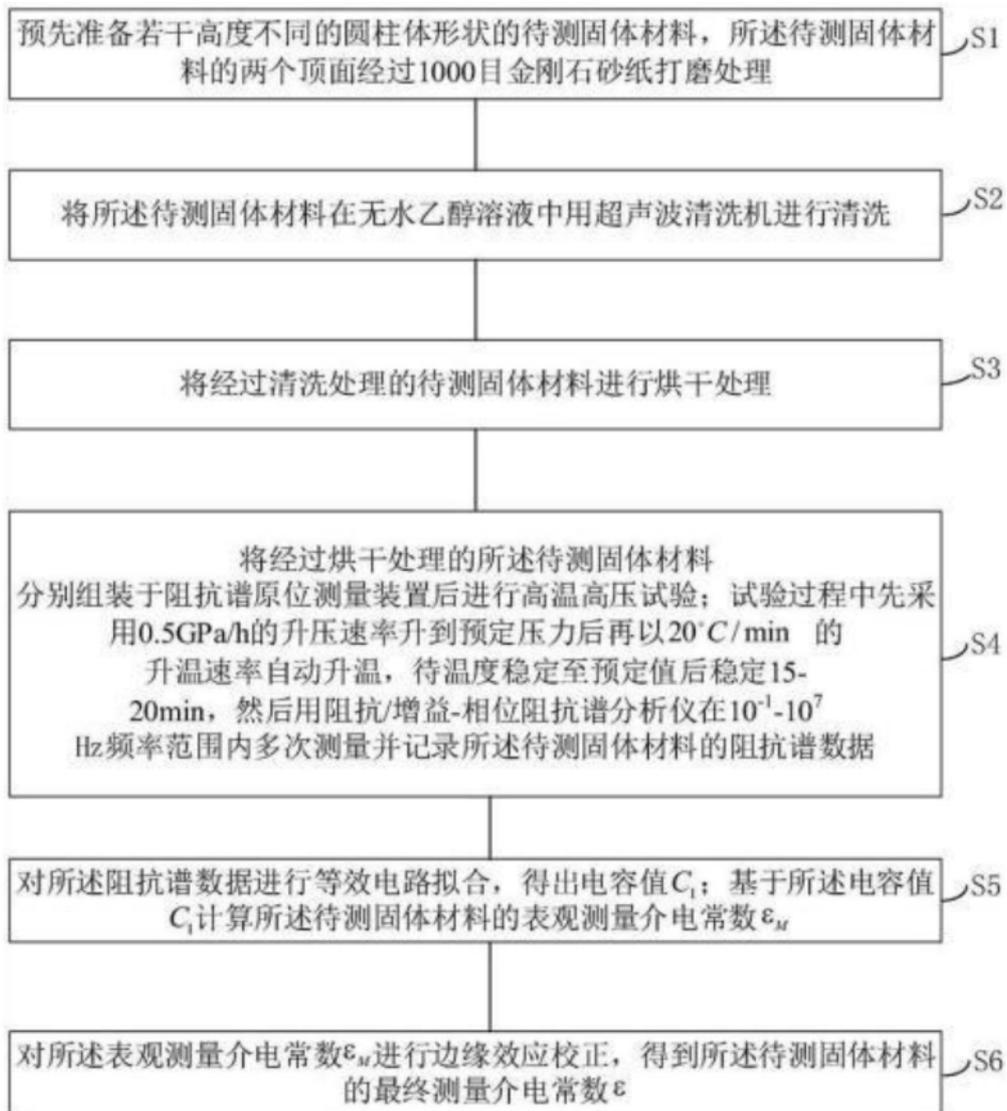


图2

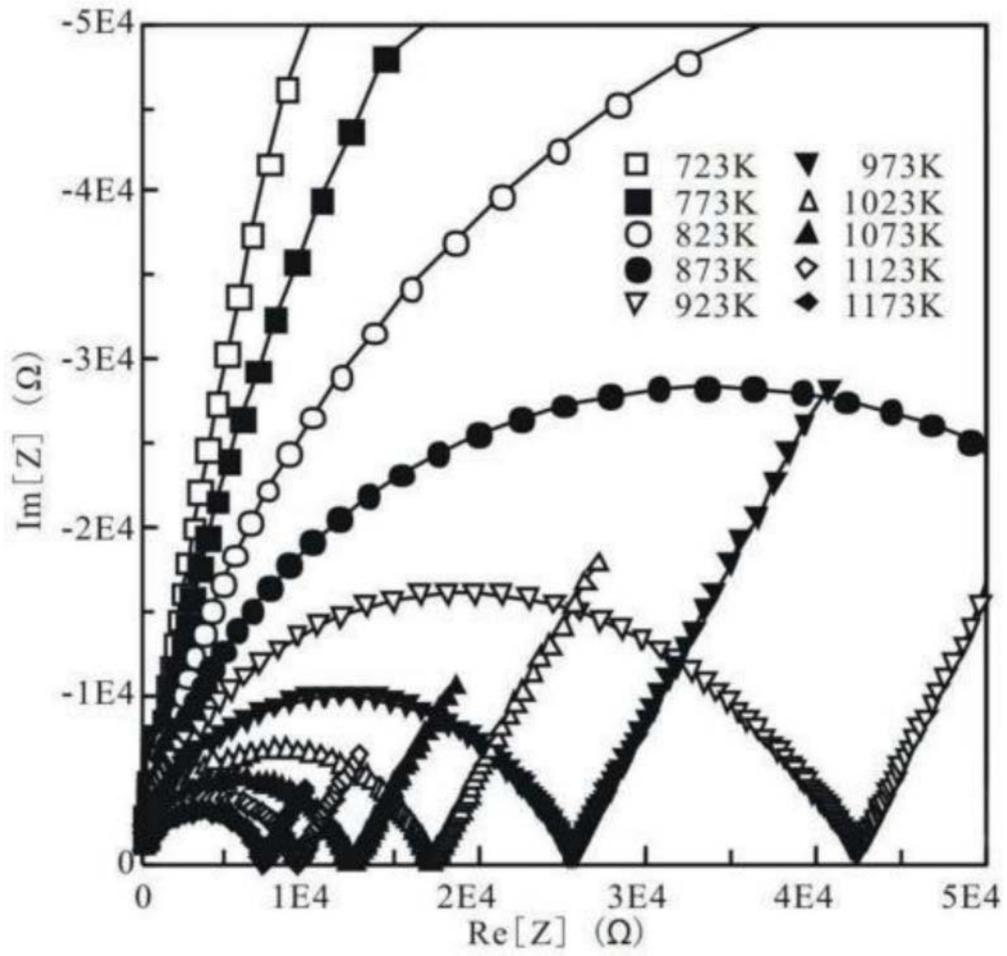


图3