

# F-Praktikumsversuch B 3.20

## Dielektrische Relaxationsspektroskopie an Polymeren

bei Dr. Dirk Lellinger  
Marco Möller  
Annika Hamburger

durchgeführt am 08.01.2007

### Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Allgemeine Grundlagen</b>	<b>1</b>
1.1	Einteilung der Polymere . . . . .	2
1.2	Glasübergangstemperatur . . . . .	2
1.3	Einige Beispiele für Duroplaste, Elastomere und Thermoplaste . . . . .	2
1.4	Elektrische Polarisierung und die dielektrische Funktion $\varepsilon^*(\omega)$ . . . . .	2
1.5	Relaxation in der Zeitdomäne und in der Frequenzdomäne . . . . .	3
1.6	Verschiedene Relaxationsfunktionen . . . . .	3
1.7	Temperaturabhängigkeit von Relaxationsprozessen . . . . .	4
<b>2</b>	<b>Versuchsdurchführung</b>	<b>4</b>
2.1	Korrekturmessungen . . . . .	4
2.2	Messung der Leerkapazität . . . . .	5
2.3	Messung an der Probe . . . . .	5
<b>3</b>	<b>Auswertung</b>	<b>5</b>
3.1	Aufgabe 1: Bereinigung der Messwerte (Open, Short, Loadkorrektur) . . . . .	5
3.2	Aufgabe 2: $\varepsilon^*(f)$ . . . . .	6
3.3	Aufgabe 3: $\varepsilon^*(T)$ . . . . .	6
3.4	Aufgabe 5: Bestimmung von $\tau$ . . . . .	6
3.5	Aufgabe 4: Cole-Cole Plots . . . . .	6
3.6	Aufgabe 6: $\tau(T)$ . . . . .	6
<b>4</b>	<b>Anhang</b>	<b>7</b>

## 1 Allgemeine Grundlagen

Ziel dieses Versuches ist die Untersuchung der Dynamik von molekularen Bewegungsvorgängen in einem amorphen Polymer unter Verwendung der dielektrischen Spektroskopie. Der Vorteil der dielektrischen Relaxationsspektroskopie ist die Möglichkeit einen sehr großen Frequenzbereich von  $10^{-6}\text{Hz}$  -  $10^{12}\text{Hz}$  untersuchen zu können, innerhalb dem man z.B. die frequenzabhängige Leitfähigkeit eines Polymers bestimmen kann. Weiterhin kann man Informationen über den Glasübergang von Kunststoffen gewinnen.

## 1.1 Einteilung der Polymere

Polymere sind aus sehr langen Kettenmolekülen, die wiederum aus Monomeren bestehen, aufgebaut. In der Polymerphysik unterscheidet man zwischen Duroplasten, Elastoplasten und Thermoplasten. Hierbei werden die einzelnen Polymere je nach Vernetzungsgrad zwischen den makromolekularen Ketten klassifiziert. So können Elastomere und Duroplaste auf Grund ihrer Vernetzung nicht aufgeschmolzen werden, wohingegen Thermoplaste keine Vernetzungsstellen besitzen und somit aufschmelzbar sind.

Duroplaste zeichnen sich dadurch aus, dass sie nach ihrer Aushärtung nicht mehr verformt werden können und somit harte, spröde und glasartige Polymerwerkstoffe darstellen.

Elastomere sind formfeste, aber elastisch verformbare Kunststoffe, da sie sich bei mechanischen Einwirkungen verformen, danach jedoch wieder in ihre ursprüngliche Gestalt zurückfinden. Genutzt werden Elastoplaste als Material für Reifen, Gummibänder oder Dichtungsringe.

Thermoplaste sind wie schon erwähnt aus wenig oder nicht verzweigten also linearen Kohlenstoffketten aufgebaut. Man unterscheidet in dieser Gruppe noch einmal zwischen amorphen (erweichende) und teilkristallinen (schmelzenden) Thermoplasten.

## 1.2 Glasübergangstemperatur

Ein weiteres sehr wichtiges Charakteristikum in der Polymerphysik ist die Glasübergangstemperatur.

Bei sehr niedrigen Temperaturen sind die meisten Kunststoffe sehr starr. Beim Erwärmen dieser starren Form zeigen Polymere eine Besonderheit, denn sie schmelzen mit steigender Temperatur nicht spontan, sondern geraten zuvor in einen glasartigen Zustand. Der Übergang zwischen diesem spröden Bereich (Glasbereich) und dem darauf folgenden weichen Bereich (gummielastischer Bereich) ist fließend und nicht ruckartig.

## 1.3 Einige Beispiele für Duroplaste, Elastomere und Thermoplaste

Polymer	Glasübergangstemperatur	Einteilung
PE (Polyethylen)	-100 °C	teilkristallines Thermoplast
PP (Polypropylen)	-50 °C	teilkristallines Thermoplast
PS (Polystirol)	110 °C	amorphes Thermoplast
PC (Polycarbonat)	≈50 °C	amorphes Thermoplast
Epoxyharz	≈40 °C	Duroplast
Gummi	-10 °C	Elastomer
PET (Polyethylenterephthalat)	100-130 °C	amorphes Thermoplast
PVAc (Polyvinylacetat)	≈110 °C	amorphes Thermoplast

## 1.4 Elektrische Polarisation und die dielektrische Funktion $\varepsilon^*(\omega)$

Elektrische Polarisation tritt auf, wenn man Materie in ein elektrisches Feld einfügt. Dabei entstehen zwei Arten von Polarisation, einerseits die Verschiebungspolarisation, die durch die Verschiebung der Elektronenhülle gegenüber des Kerns entsteht. Die andere Polarisation ist die Orientierungspolarisation, die die in unserem verwendeten Kunststoff Polyvinylacetat schon vorhanden Permanentdipole im elektrischen Feld ausrichtet. Damit gelangen die Dipole in einen für sie energetische günstigeren Zustand. Die Polarisation wird durch folgende Formel beschrieben

$$\vec{P} = \varepsilon_0 (\varepsilon - 1) \vec{E}.$$

In unserem zu untersuchenden Material hängt die Dipolbeweglichkeit von der Frequenz und der Temperatur ab. Deshalb ist in unserem Fall die eigentlich konstante Dielektrizitätskonstante nicht mehr konstant. Um diesen Sachverhalt mathematisch zu beschreiben wurde die komplexe dielektrische Funktion  $\varepsilon^*(\omega)$  eingeführt. Diese ist wie folgt definiert

$$\varepsilon \rightarrow \varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - i\varepsilon''(\omega).$$

Hierbei ist  $\varepsilon'(\omega)$  der Realteil und  $\varepsilon''(\omega)$  der negative Imaginärteil der Dielektrizitätsfunktion.

Eine weitere Methode  $\varepsilon^*(\omega)$  zu berechnen ist das Bilden des Verhältnisses von einer Kapazität  $C^*$  eines Kondensators, der Materie enthält, zu einer Leerkapazität  $C_0$ :

$$\varepsilon^*(\omega) = \frac{C^*}{C_0},$$

wobei man  $C^*$  über folgende Formel erhält

$$C^* = \frac{1}{i\omega Z^*}$$

mit  $Z^*$  als die komplexe elektrische Impedanz des Kondensators.

## 1.5 Relaxation in der Zeitdomäne und in der Frequenzdomäne

Bei der Relaxation in einem bestimmten Zeitbereich treten nach Abschalten des elektrischen Feldes zwei verschiedene Verhalten von Polarisierungen auf. Direkt nach dem Abschalten verschwindet die Verschiebungspolarisation, die ja durch das elektrische Feld hervorgerufen wird und bei dem Nichtvorhandensein eines Feldes dementsprechend nicht mehr existiert.

Auf dieses Verschwinden folgt der im Idealfall exponentielle Abfall der Orientierungspolarisation der permanenten Dipole. Diese verlieren durch Stöße untereinander langsam ihre Vozugsausrichtung. Diese Relaxation der Dipole findet bei Polymeren meistens oberhalb der Glasübergangstemperatur statt.

Eine andere meist bessere Weise Relaxationsprozesse zu beobachten ist die der Frequenzdomäne; dabei wird die Frequenz des elektrischen Feldes verändert. Daraus ergeben sich unterschiedliche Verhalten von Imaginär- und Realteil der dielektrischen Funktion. Der Imaginärteil wird hierbei Verlustanteil genannt, da er einem ohmschen Energieverlust entspricht. Er ist für kleine und große Frequenzen Null und weist für eine gewisse Frequenz ein glockenförmiges Maximum auf. Anders als der Imaginärteil fällt der Realteil gegen einen konstanten Wert ab. Dieser ist dadurch zu erklären, dass der Orientierungsanteil der Polarisation Null wird, wohingegen der konstante Beitrag durch die induzierte Polarisation hervorgerufen wird. Das Abfallen des Realteil beruht auf der Tatsache, dass die Dipole bei niedrigen Frequenzen noch der Änderung des elektrischen Feldes folgen können; bei höheren Frequenzen jedoch schaffen sie es nicht mehr und behalten ihre völlig willkürliche Verteilung.

## 1.6 Verschiedene Relaxationsfunktionen

Für die Bestimmung der Relaxationszeiten gibt es unterschiedliche Verfahren. Wie im obigen Abschnitt erwähnt besitzt der Imaginärteil  $\varepsilon''$  der dielektrischen Funktion ein Maximum. In realen Systemen ist die Verteilung um dieses Maximum selten symmetrisch. Das wird dadurch begründet, dass sich die Dipole in einer Probe an unterschiedlichen Orten befinden, somit unterschiedliche Umgebungen haben. Damit verbunden sind verschiedene Wechselwirkungen der einzelnen Dipole. Schließlich ergeben sich daraus verschiedene Relaxationszeiten, also Asymmetrien in der dielektrischen Funktion.

Zur Beschreibung dieser Phänomene gibt es vier verschiedene Funktion, die unterschiedlich gut die Relaxationszeit bestimmen. Angefangen bei dem schlechtesten Verfahren (Debye-Gleichung) hin zu dem besten (Havriliak-Negami-Funktion) sind die Funktionen nun aufgelistet:

**Debye-Gleichung:**  $\varepsilon_{DB}^* = \varepsilon_\infty + \frac{\Delta\varepsilon}{1+i\omega\tau_{DB}}$ .

**Cole-Cole-Funktion:**  $\varepsilon_{CC}^* = \varepsilon_\infty + \frac{\Delta\varepsilon}{1+(i\omega\tau_{CC})^\beta}$ .

**Cole-Davidson-Funktion:**  $\varepsilon_{CD}^* = \varepsilon_\infty + \frac{\Delta\varepsilon}{(1+i\omega\tau_{CD})^\gamma}$ .

**Havriliak-Negami-Funktion:**  $\varepsilon_{HN}^* = \varepsilon_\infty + \frac{\Delta\varepsilon}{(1+(i\omega\tau_{HN})^\beta)^\gamma}$ .

Ausgehend von diesen Gleichung kann man nun die verschiedenen Relaxationszeiten  $\tau$  berechnen.

## 1.7 Temperaturabhängigkeit von Relaxationsprozessen

Die Relaxation der Dipole hängt mit den molekularen Bewegungen, die in der Probe stattfinden, zusammen. Wir wissen bereits, dass diese Bewegung temperaturabhängig sind, daraus folgt also, dass auch die Dipolrelaxation stark von der Temperatur abhängt.

Wo für niedermolekulare Flüssigkeiten die Arrhenius-Gleichung die temperaturabhängige Relaxationszeit bietet, gilt für Glasbildner in der Nähe der Glasübergangstemperatur die Vogel-Fulcher-Tammann-Gleichung

$$\tau(T) = \tau_{\infty} e^{\frac{DT_0}{T-T_0}}.$$

Hierbei ist  $T_0$  die Vogeltemperatur (ideale Glasübergangstemperatur) und  $D$  eine Konstante.

## 2 Versuchsdurchführung

Alle Messungen wurden bei uns im Frequenzbereich von 100 Hz bis 10 MHz mit 20 Messungen pro Dekade durchgeführt.

### 2.1 Korrekturmessungen

Im Prinzip geht es uns in diesem Versuch um die Messung einer Kapazität bei verschiedenen Frequenzen und Temperaturen. Da zum Temperieren des Messobjektes ein größerer Aufbau nötig ist, sind zwangsläufig Kabelwege zwischen den Messgeräten und dem Messobjekt vorhanden. Um die Messfehler trotzdem gering zu halten werden einige Kompensationsmaßnahmen getroffen.

In unserem Aufbau wird die Kapazität über eine Admittanzmessung mit anschließender Umrechnung bewerkstelligt. Das Messgerät arbeitet dazu mit einer kombinierten Strom / Spannungsmessung über der Kapazität. Es wäre allerdings schlecht die Spannung direkt am Ausgang der Messleitungen im Messgerät zu messen, da somit auch der Spannungsabfall über den Zuleitungen zu unserem Messobjekt mitgemessen werden würde. Hier greift man auf das Prinzip der 4-Pol Messung zurück und misst die Spannung mit Hilfe zweier zusätzlicher Leitungen direkt am Kondensator.

Da nun immer noch Messfehler z.B. durch Störkapazitäten und Induktivitäten des Aufbaus existieren können, werden zusätzlich 3 definierte Referenzwerte gemessen. Diese Werte fließen anschließend in eine Korrekturformel für die gemessene Impedanz ein. Die 3 Werte sind:

**open** Messobjekt wird entfernt. Dies realisieren wir so gut es geht, indem wir die Platten des Kondensators ca. 7 cm auseinanderschrauben.

**short** Messobjekt wird kurzgeschlossen. Dies realisieren wir, indem die Kondensatorplatten einen Ballen aus Aluminiumfolie zusammenpressen und somit einen sehr guten Kurzschluss erzeugen.

**load** Es wird ein Messobjekt mit definierten Wert eingebracht. Dies ist in unserem Fall ein in ein 2 cm dickes Stück Schaumstoff eingebrachter Kondensator mit einer Kapazität von 103 pF. Auch hier ist noch eine kleine zusätzliche Kapazität durch die Kondensatorplatten vorhanden, die allerdings vernachlässigbar ist.

Die Korrekturformel für die gemessene Admittanz  $y_{md}$  lautet

$$y_{td} = \frac{(y_{ml} - y_{mo})(-1 + y_{md} \cdot z_{ms})z_{tl}}{(y_{md} - y_{mo})(-1 + y_{ml} \cdot z_{ms})}$$

wobei die folgenden Abkürzungen verwendet wurden:

- $y_{ml}$  = Gemessene Admittanz des 103 pF Kondensators
- $z_{tl} = \frac{1}{i \cdot \omega \cdot 103 \text{ pF}}$
- $y_{mo}$  = Gemessene Admittanz in der open Messung
- $z_{ms}$  = Gemessene Impedanz in der short Messung

## 2.2 Messung der Leerkapazität

Für die Messung der Leerkapazität  $C_0$  haben wir drei Glasfasern ( $d = 50\mu\text{m}$ ,  $l = 30\text{mm}$ ) möglichst äquidistant zwischen die Kondensatorplatten eingeklemmt. Der Durchmesser der oberen Platte beträgt  $d = 20\text{mm}$ . Die Annahme, die wir hier gemacht haben ist, dass die Dielektrizitätskonstante für Glas  $\varepsilon_{\text{glas}} \approx 1$  beträgt. Gemessen haben wir schließlich nur bei den Frequenzen  $f = 1\text{ kHz}$ ,  $10\text{ kHz}$ ,  $100\text{kHz}$ , da diese Werte sehr konstant über den Bereich geblieben sind.

$f / \text{kHz}$	$C_0 / \text{pF}$
1	64.90
10	64.76
100	64.67

Für die folgenden Messungen haben wir  $C_0 = 64.7\text{ pF}$  angenommen.

## 2.3 Messung an der Probe

Als nächstes haben wir unsere Probe präpariert. Dafür haben wir auf einer Heizplatte die untere Kondensatorplatte aufgeheizt und ein Stück unserer Probe PVAC daraufgelegt. Dieses war innerhalb kürzester geschmolzen. Als nächsten Schritt haben wir wieder drei Glasfasern möglichst äquidistant in das PVAC gelegt. Nun wurde die obere Kondensatorplatte daraufgedrückt, so lange bis keine Luft mehr zwischen den Platten war. Die Glasfasern dienten als Abstandshalter.

Die Messung haben wir dann aufgrund der Temperaturabhängigkeit bei unterschiedlichen Temperaturen durchgeführt. Diese betragen  $T = 98.96\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $90.06\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $80.98\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $72.01\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $62.98\text{ }^\circ\text{C}$ . Beginnend bei der höchsten Temperatur haben wir die den Probenaufbau umgebende Heizröhre immer etwa 20 Minuten auf die nächste Temperatur abkühlen lassen. Während der Messung ist die Temperatur bis auf  $\pm 0.05\text{ }^\circ\text{C}$  konstant geblieben.

## 3 Auswertung

Im Folgenden haben wir für die Berechnungen und Zeichnungen OpenOffice Calc 2.0 (Korrekturberechnungen der Messwerte) und GnuPlot 4.0 (Fit & Plot) verwendet. Hierbei haben wir in beiden Programmen auf die dort implementierten Funktionen zur komplexen Rechnung zurückgegriffen. Auch bei den Plots haben wir nicht nur an eine der beiden Kurven gefittet, sondern an beide simultan.

### 3.1 Aufgabe 1: Bereinigung der Messwerte (Open, Short, Loadkorrektur)

In Abbildung 4 auf Seite 9 ist der Realteil der gemessenen und der korrigierten Kapazität  $C'(f)$  als Funktion der Frequenz bei den verschiedenen Temperaturen  $T$  aufgetragen.

Man erkennt in den Abbildungen deutlich, dass im mittleren Messbereich die korrigierte Kapazität mit der gemessenen sehr gut übereinstimmt. Bei hohen Frequenzen ist die korrigierte Kapazität eindeutig realistischer, da sie nicht wieder ansteigt. Bei niedrigen Frequenzen ist die Messung stetiger als die Korrektur. Das erweckt den Anschein, dass die Korrektur hier einen eher negativen Einfluss auf die Daten hat.

Bei diesen Werten wurde angenommen, dass der Kondensator komplett mit dem Dielektrikum gefüllt ist. Durch die 3 Glasfasern hat aber ein Teil des Volumens eine andere Dielektrizitätskonstante. Im schlimmsten Fall kann der Fehler wie folgt aussehen:

$$\begin{aligned}
 V_{\text{ges}} &= \pi \left( \frac{20\text{mm}}{2} \right)^2 \cdot 50\mu\text{m} \\
 V_{\text{glas}} &= 3 \cdot 20\text{mm} \cdot \pi \cdot \left( \frac{50\mu\text{m}}{2} \right)^2 \\
 \frac{\Delta\varepsilon}{\varepsilon} &\leq \frac{(\varepsilon_{\text{max}} - \varepsilon_{\text{glas}}) \cdot V_{\text{glas}}}{\varepsilon_{\text{max}} \cdot V_{\text{ges}}} \\
 &\lesssim 0,66\%
 \end{aligned}$$

mit  $\varepsilon_{\text{max}} = 8$  und  $\varepsilon_{\text{glas}} = 1$ . Diesen Fehler vernachlässigen wir im Folgenden.

### 3.2 Aufgabe 2: $\varepsilon^*(f)$

In Abbildung 5 auf Seite 10 sind Real- und der negative Imaginärteil der komplexen Dielektrizitätskonstante  $\varepsilon^*(f)$  als Funktion der Frequenz bei den verschiedenen Temperaturen  $T$  aufgetragen.

Man erkennt in bei jeder Temperatur sehr gut, dass der Imaginärteil eine in etwa glockenförmige Gestalt aufweist. Der Realteil hingegen startet bei einem festen Wert, den er bis zu einer gewissen Frequenz in etwa beibehält, um dort dann relativ schnell auf eine neue Kapazität abzufallen. Dort wiederum bleibt er konstant in Richtung größerer Frequenzen. Die physikalische Interpretation hierzu ist, dass bei großen Frequenzen nur die Verschiebungspolarisation vorhanden ist, wohingegen bis zu besagter Grenzfrequenz noch die Orientierungspolarisation hinzukommt.

Bei steigender Temperatur beobachtet man, dass sich die Kurven qualitativ nicht verändern, sondern nur um einen gewissen Betrag nach rechts verschoben werden.

### 3.3 Aufgabe 3: $\varepsilon^*(T)$

Zum Visualisieren der Temperaturabhängigkeit von  $\varepsilon^*$  haben wir uns die Frequenz  $f = 28.184 \text{ kHz}$  herausgesucht, da hier annähernd der gesamte Variationsbereich der Werte zu sehen ist. Siehe hierzu Abbildung 1 auf der nächsten Seite.

Diese Kurve hat vermutlich einen qualitativ ähnlichen Verlauf wie die Kurven aus Abschnitt 3.2. Allerdings entspricht die Temperaturachse hier einer gespiegelten Frequenzachse. Dementsprechend hat die Temperatur abgesehen vom Vorzeichen einen ähnlichen Effekt auf den Kurvenverlauf wie die Frequenz.

### 3.4 Aufgabe 5: Bestimmung von $\tau$

Zum Bestimmen der charakteristischen Relaxationszeit wenden wir unterschiedliche Modelle an. Dies sind die Debye-Gleichung (DB), die Cole-Davidson-Funktion (CD) und die Havriliak-Negami-Funktion (HN). DB und CD lassen sich durch entsprechende Wahl der Parameter als Spezialfall der HN auffassen. Beim Fitten dieser Funktion an  $\varepsilon^*(f)$  haben wir die in Tabelle 1 auf Seite 15 aufgeführten Parameter erhalten. Die Fits sind in den Abbildungen 6 auf Seite 11, 7 auf Seite 12 und 8 auf Seite 13 zu sehen.

Bei DB wird angenommen, dass  $\tau_{DB} = \tau(\varepsilon''_{max}) =: \tau_{max}$  ist. Bei CD und HN hingegen sollte gelten

$$\begin{aligned} \frac{1}{\tau_{max}} &= \frac{1}{\tau_{CD}} \tan\left(\frac{\pi}{2\gamma + 2}\right) \\ \frac{1}{\tau_{max}} &= \frac{1}{\tau_{HN}} \tan\left(\frac{\beta\pi}{2\gamma + 2}\right)^{\frac{1}{\beta}} \sin\left(\frac{\beta\gamma\pi}{2\gamma + 2}\right)^{-\frac{1}{\beta}}. \end{aligned}$$

In Abbildung 2 auf Seite 8 wurden das Verhältnis von berechnetem zu echtem  $\tau_{max}$  abgebildet. Es ist schön zu erkennen, das HN die besten Voraussagen liefert und somit das beste Modell darstellt.

### 3.5 Aufgabe 4: Cole-Cole Plots

Mit Hilfe der Werte für  $\Delta\varepsilon$  und  $\varepsilon_\infty$  aus den HN-Fits in Abschnitt 3.4 haben wir  $\varepsilon'$  und  $\varepsilon''$  zu  $\frac{\varepsilon' - \varepsilon_\infty}{\Delta\varepsilon}$  und  $\frac{\varepsilon''}{\Delta\varepsilon}$  normieren können und in Abbildung 9 auf Seite 14 als Cole-Cole-Plots dargestellt. Die hiereingefitteten Linien entsprechen den anhand der HN-Fits erwarteten Verläufe.

Hier lassen sich zwei Dinge feststellen. Zum einen passen die aus den HN-Fits gewonnenen Funktionen auch im Phasenraum auf die Messwerte, wenn auch nicht so gut wie erhofft. Zum anderen lassen sich anhand der Flankensteigung, die auch in Tabelle 1 auf Seite 15 gesehene Temperaturabhängigkeit von  $\gamma$  feststellen. Die rechte Flanke hängt nur von  $\beta$  ab und ist in allen Plots vergleichbar; die linke hingegen unterscheidet sich dahingehend, dass sie zusätzlich von  $\gamma$  abhängt und somit in den Kurven variiert.

### 3.6 Aufgabe 6: $\tau(T)$

Die Relaxationszeit  $\tau_{HN}(T)$  zeigt wie in Abbildung 3 auf Seite 8 dargestellt ein Temperaturverhalten der Form

$$\tau \sim e^{\frac{1}{T}}.$$

Zusätzlich zu den Messwerten per HN-Fit gewonnenen  $\tau$ , haben wir auch die Glasübergangstemperatur

$$T(f = 10^{-2} Hz) = 38C$$

eingetragen.

Ein Fit an die Daten mit der Vogel-Fulcher-Tammann-Gleichung

$$\tau(T) = \tau_{\infty} e^{\frac{DT_0}{T-T_0}}$$

liefert:

- $\tau_{\infty} = 1.066 \cdot 10^{-14} s$
- $D = 84.836$
- $T_0 = -26.622C$

Es fällt auf, das dieser Fit sehr gut zu unseren Daten passt.

## 4 Anhang

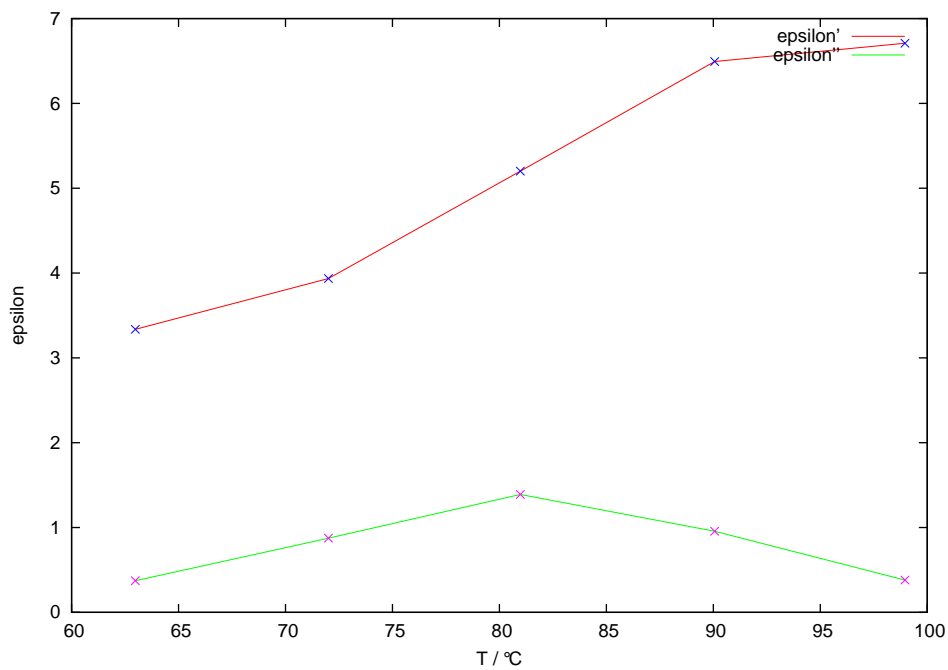


Abbildung 1: Temperaturabhängigkeit von  $\epsilon^*(T)$  bei  $f = 28.184 kHz$

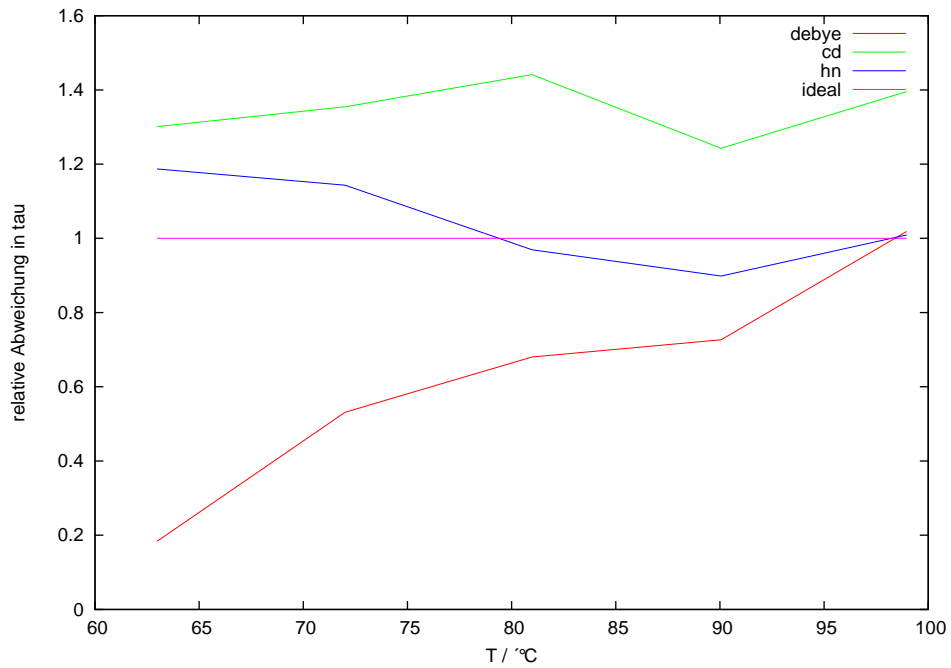


Abbildung 2:  $\frac{\tau_{theo}}{\tau_{max}}(T)$  für DB-, CD- und HN-Gleichung

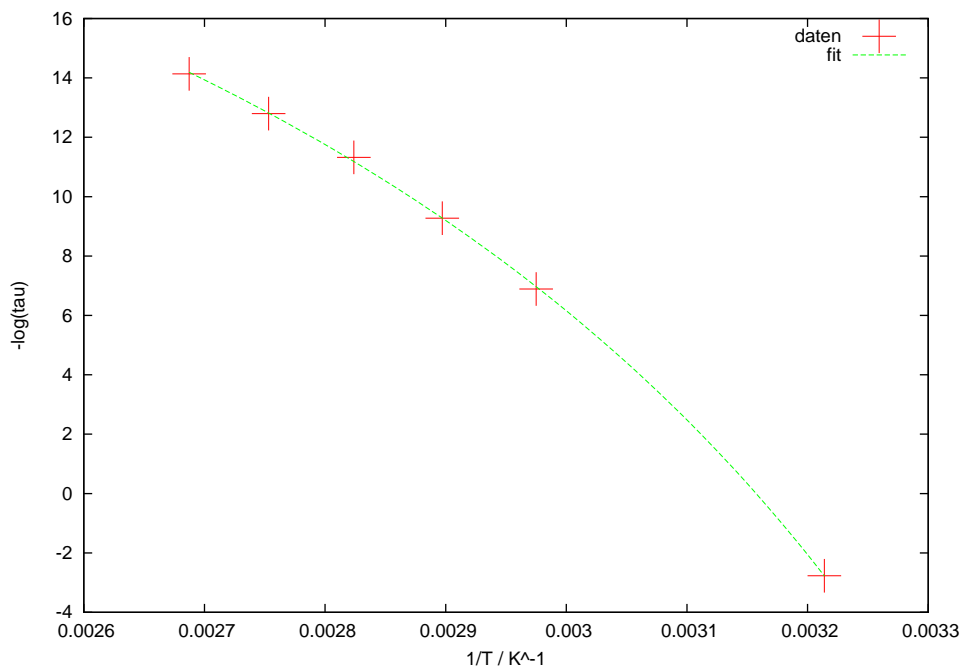
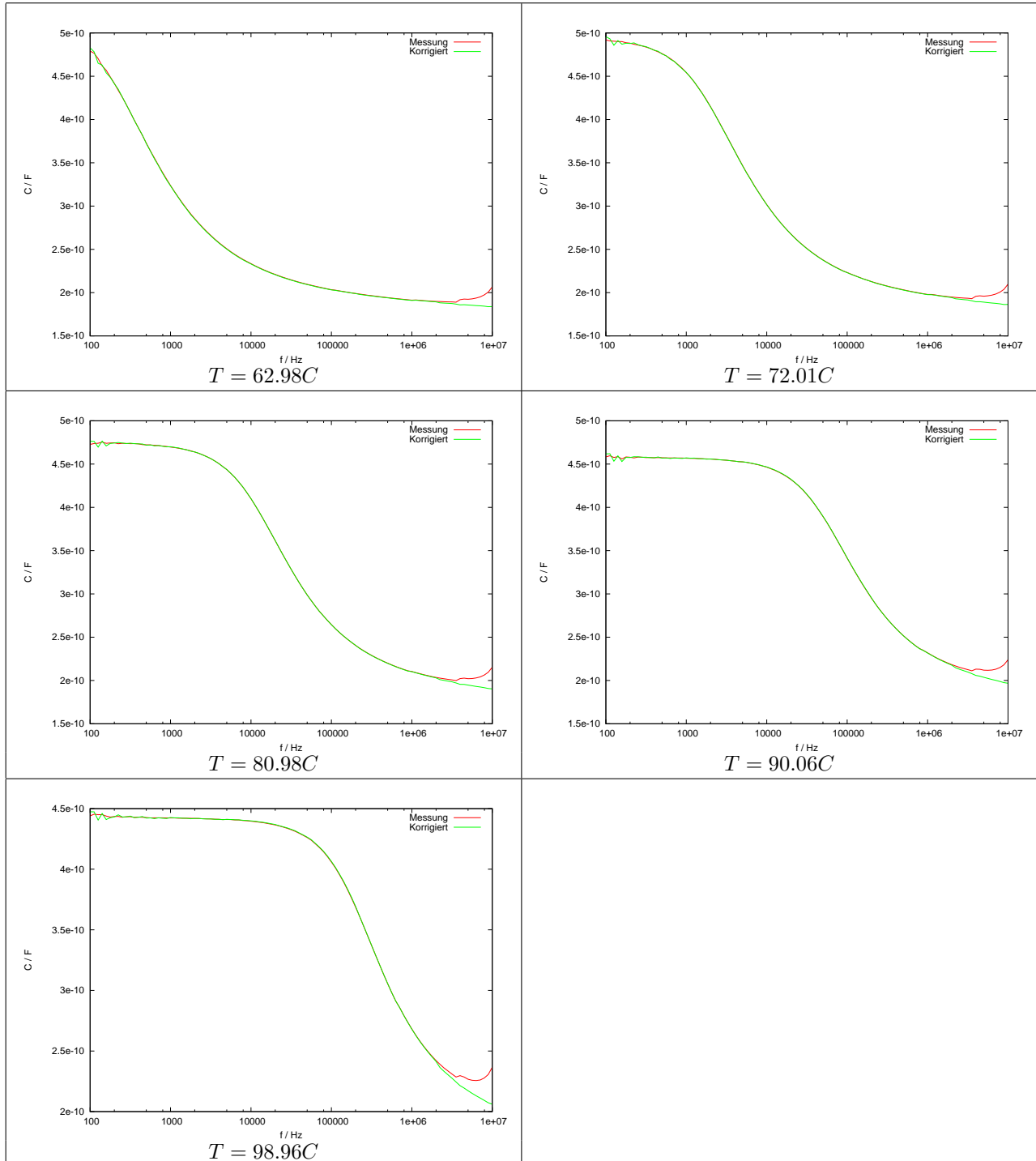


Abbildung 3: Temperaturverhalten von  $\tau_{HN}(T)$ . Rechter Wert ist Literaturwert der Glasübergangstemperatur.



Abbildung 4: Realteil  $C'(f, T)$  der gemessenen und der korrigierten Kapazität  $C^*(f, T)$

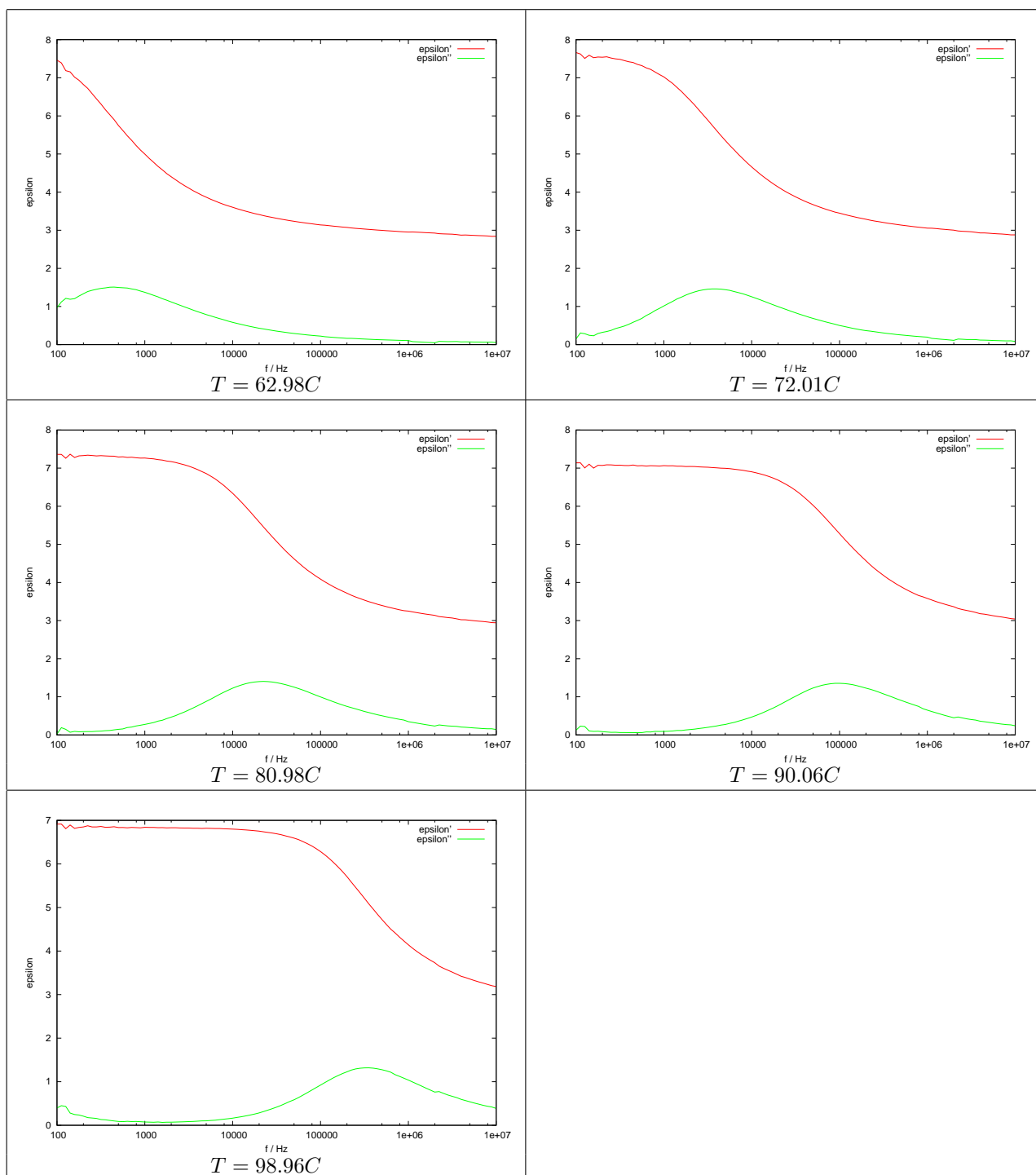


Abbildung 5: Aus den korrigierten Messwerten errechnete Dielektrizitätskonstante  $\epsilon'(f, T)$  und  $\epsilon''(f, T)$

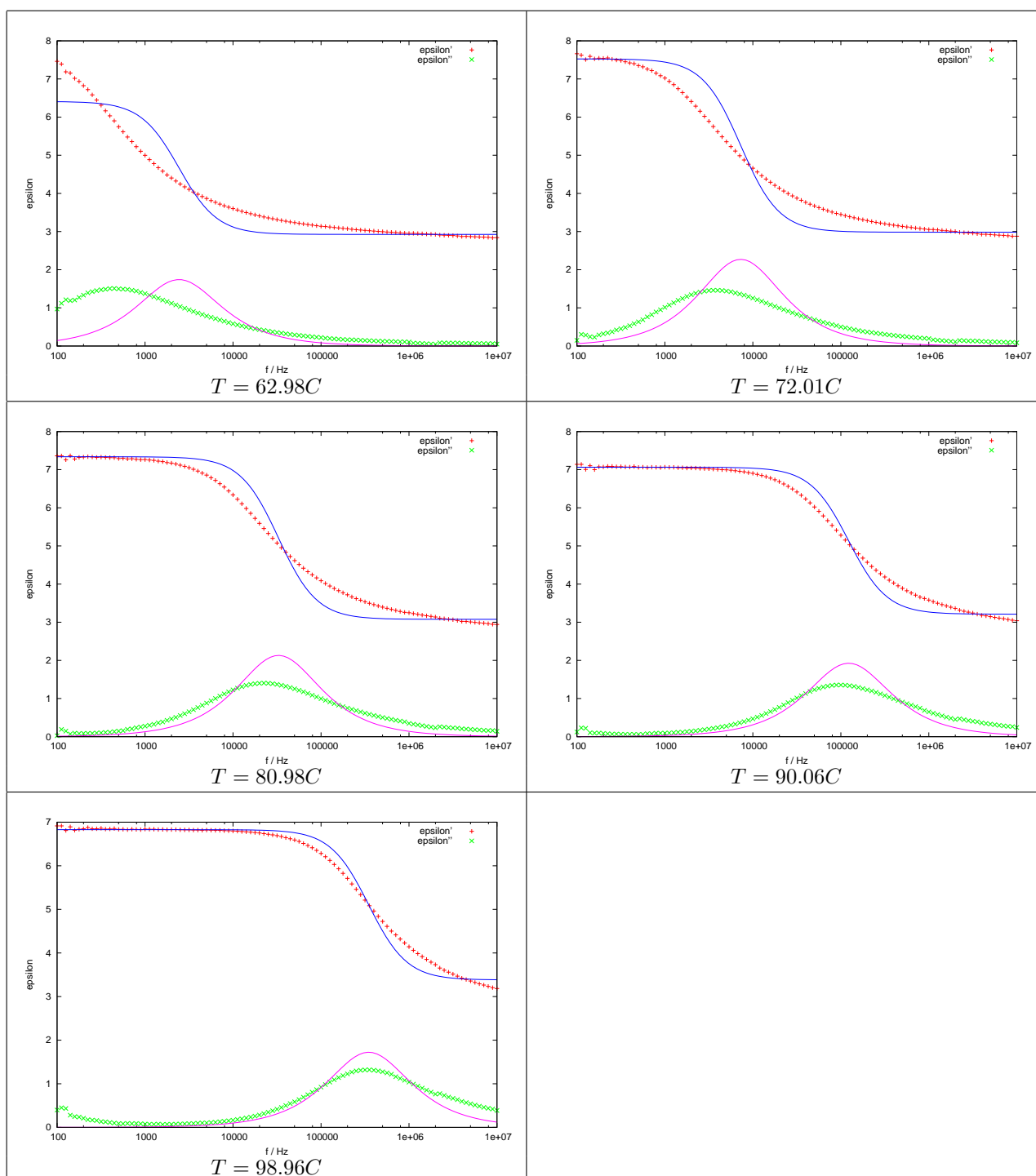


Abbildung 6: Aus den korrigierten Messwerten errechnete Dielektrizitätskonstante  $\epsilon'(f, T)$  und  $\epsilon''(f, T)$  mit DB-Fit

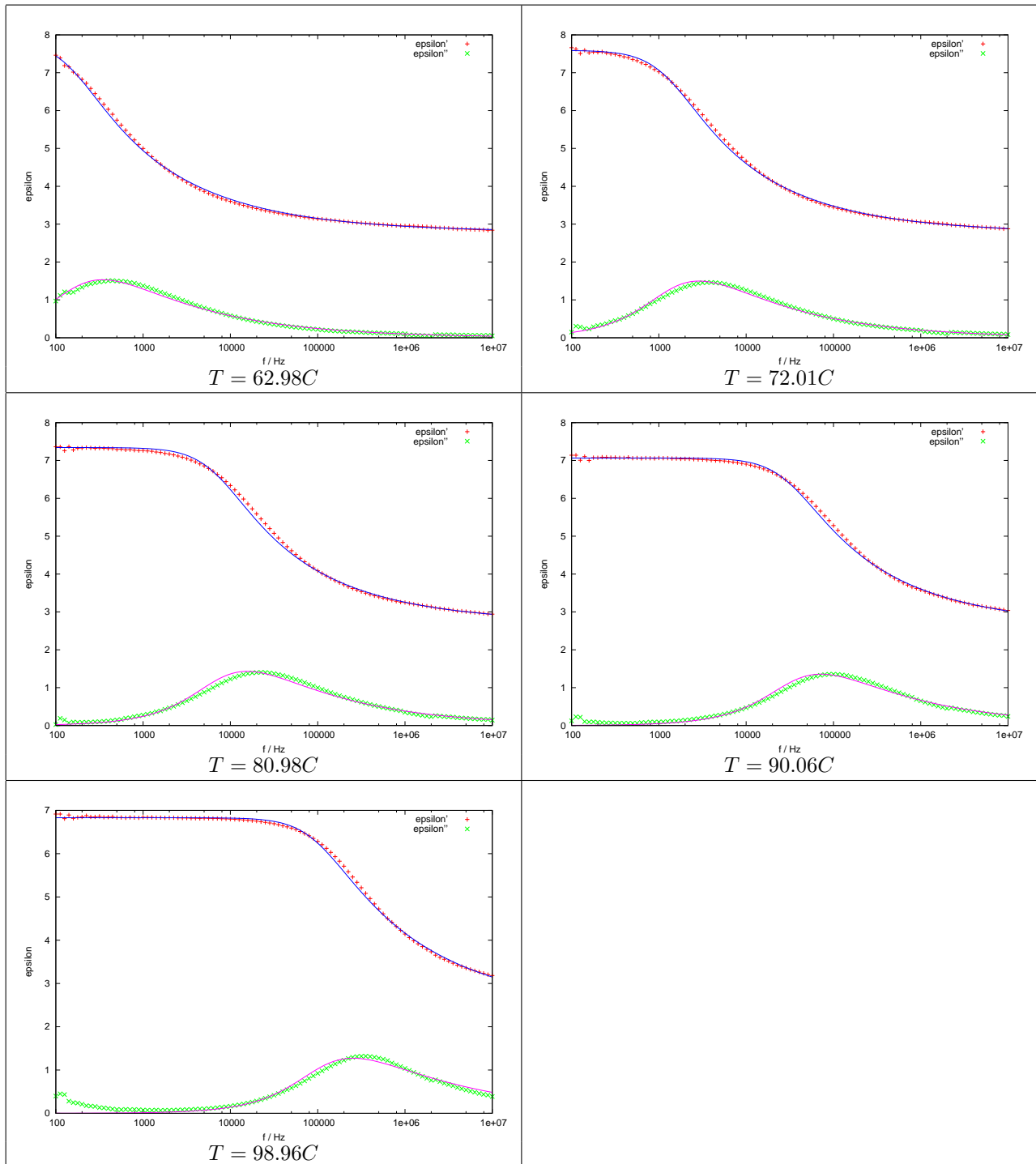


Abbildung 7: Aus den korrigierten Messwerten errechnete Dielektrizitätskonstante  $\epsilon'(f, T)$  und  $\epsilon''(f, T)$  mit CD-Fit

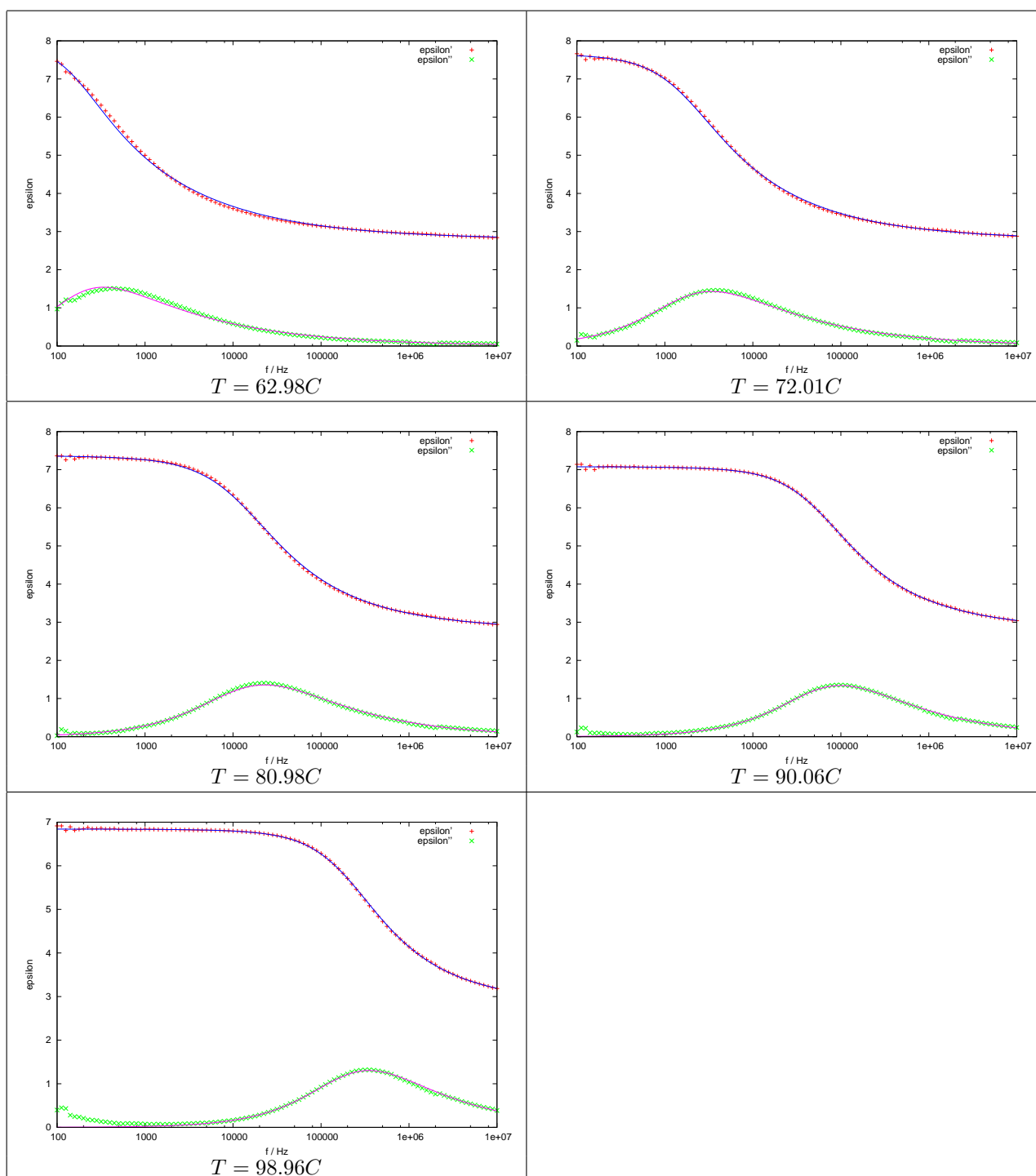
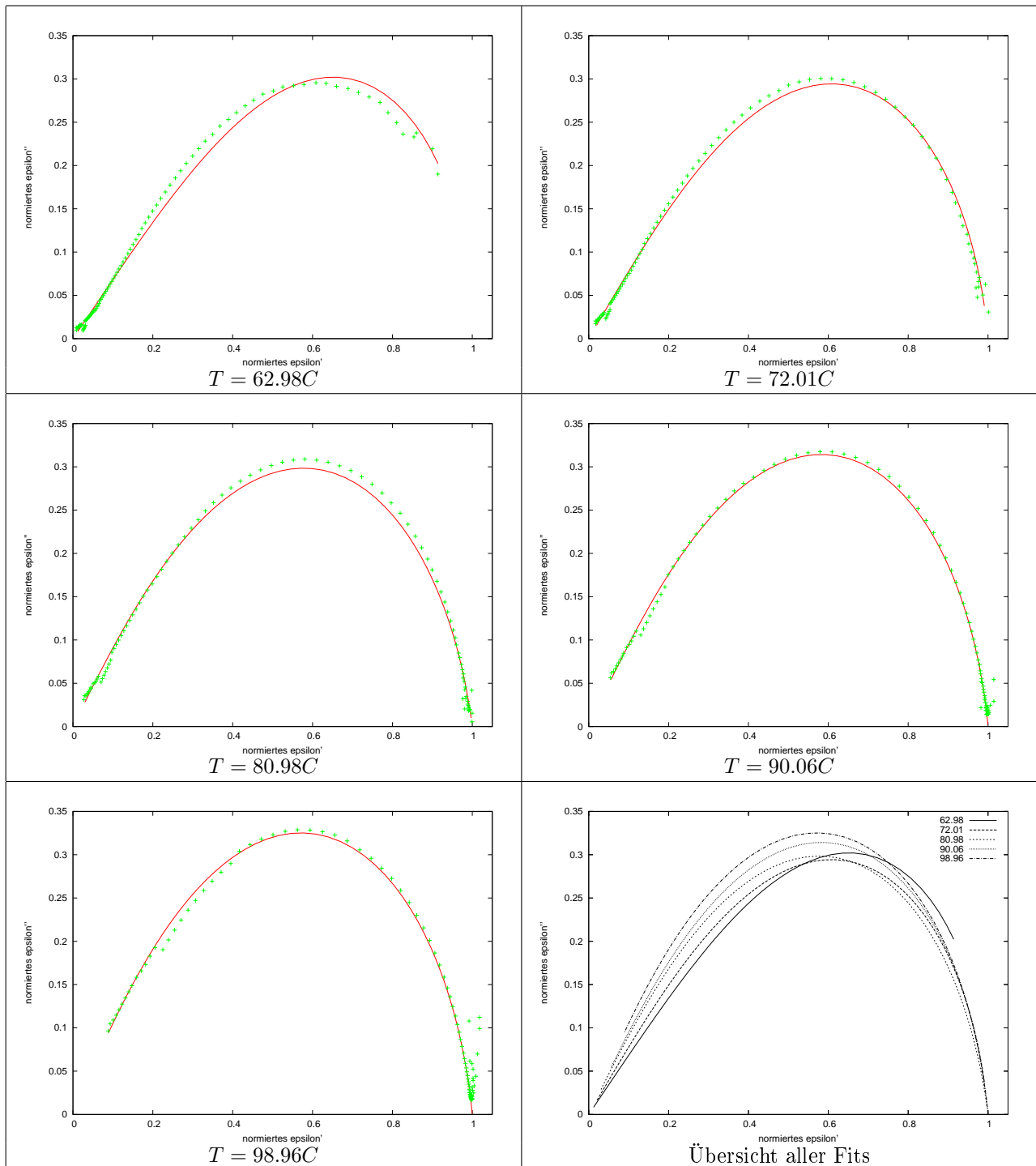


Abbildung 8: Aus den korrigierten Messwerten errechnete Dielektrizitätskonstante  $\epsilon'(f, T)$  und  $\epsilon''(f, T)$  mit HN-Fit

Abbildung 9: Cole-Cole-Plots: Phasendiagramm von  $(\epsilon', \epsilon'') (f, T)$  inkl. HN-Fits

$T/C$	Abgelesen		Debye-Gleichung				Cole-Davidson-Funktion				Havriliak-Negami-Funktion			
	$\tau_{max}$	$\varepsilon_\infty$	$\Delta\varepsilon$	$\tau_{DB}$	$\varepsilon_\infty$	$\Delta\varepsilon$	$\tau_{CD}$	$\gamma$	$\varepsilon_\infty$	$\Delta\varepsilon$	$\tau_{HN}$	$\gamma$	$\beta$	
62.98	3.5631E-04	2.92569	3.48601	6.54634e-05	2.79707	5.07087	9.98793e-04	0.382408	2.79695	5.10449	1.01959e-03	0.382591	0.999118	
72.01	4.0902E-05	2.98338	4.54323	2.17443e-05	2.77588	4.81623	1.14769e-04	0.401158	2.79488	4.86137	9.37898e-05	0.481394	0.882811	
80.98	7.1093E-06	3.07621	4.26252	4.83773e-06	2.72623	4.61662	2.13220e-05	0.398988	2.81680	4.54944	1.20870e-05	0.582899	0.825070	
90.06	1.7857E-06	3.21102	3.85277	1.29740e-06	2.63124	4.43520	4.69870e-06	0.390636	2.80806	4.26966	2.77265e-06	0.569898	0.867229	
98.96	4.4856E-07	3.38114	3.44691	4.56828e-07	2.33360	4.49677	1.47253e-06	0.343911	2.83030	4.01100	7.26169e-07	0.616465	0.864014	

Tabelle 1: Parameter der Fits an  $\varepsilon^*(f, T)$