

# Caracterizarea dielectricilor solizi prin spectroscopie dielectrica

## 1. Scopul lucrării

Scopul general al acestei lucrări este de a studia comportamentul dielectric al unor dielectrici solizi sub forma de placi prin spectroscopie dielectrică.

## 2. Noțiuni teoretice

Spectroscopia dielectrică este o tehnica moderna de analiza a interaciunii dintre un material si campul electric care actioneaza asupra sa. Aceasta metoda este larg utilizata pentru diagnosticarea starii dielectricilor din sistemele de izolatie si pentru detectarea imbatranirii acestora, precum si pentru analiza raspunsului dielectric al noilor materiale in scopul determinarii celor mai potrivite aplicatii pentru aceste materiale. Spectroscopia dielectrica are la baza fenomenele de polarizare electrică și de conducție electrică din materiale. Este bine cunoscut faptul ca la nivel microscopic sau molecular exista diferite mecanisme de polarizare. Fiecare din aceste mecanisme este caracterizat de o frecventa proprie de rezonanta si de relaxare dielectrica (Fig.1).

Cele mai importante mecanisme pot fi împărțite în trei categorii principale:

- *Polarizarea electronică* este prezenta in materiale pana la frecvente optice si se realizeaza printr-o ușoară deplasare a norului electronic al fiecărui atom în raport cu nucleul.
- *Polarizarea ionică* este datorată deplasării ionilor într-o moleculă sau matrice si se manifesta pana la frecvente de infraroșu.
- *Polarizarea de orientare* apare atunci când unele grupări moleculare prezintă un moment electric permanent, orientat aleatoriu în spațiu, dar care în momentul aplicării câmpului electric tinde să se orienteze în sensul acestuia, rezultând astfel o polarizare în această direcție. Rata de orientare a dipolilor se află în strânsă dependență cu interacțiunile inter-si intra-moleculare. Orientarea dipolilor poate apărea deci într-un domeniu larg de frecvențe in domeniul de frecvente radio, depinzând de ușurința cu care dipolii se orientează sub actiune campului electric.

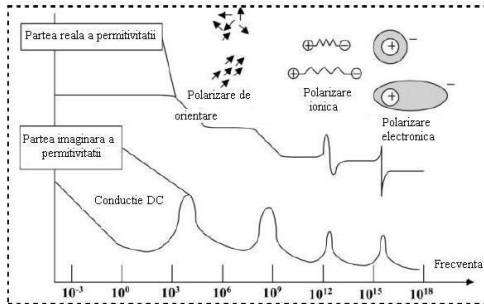


Fig.1. Variatia componentelor reale si imaginara ale permitivitatii complexe cu frecventa campului electric

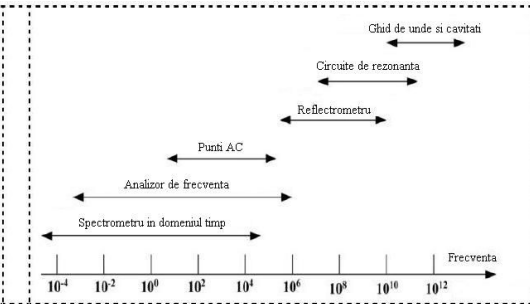


Fig.2. Tehnici de spectroscopie dielectrica in functie de domeniul de frecventa studiat.

Determinarile experimentale din cadrul prezentei lucrari se efectueaza utilizand un spectrometru dielectric NOVOCONTROL, ale carui elemente principale sunt unitatea centrala *Alpha-A High Performance Frequency Analyzer* si celula de masura *ZGS*. Acest spectrometru este construit în special pentru analiza materiale dielectrice cu impedanță mare și factor de pierderi foarte mic, într-un domeniu foarte larg al frecvenței (3 μHz ÷ 20 MHz), dar poate măsura destul de precis materiale de conductivitatea mare și impedanța electrică mică.

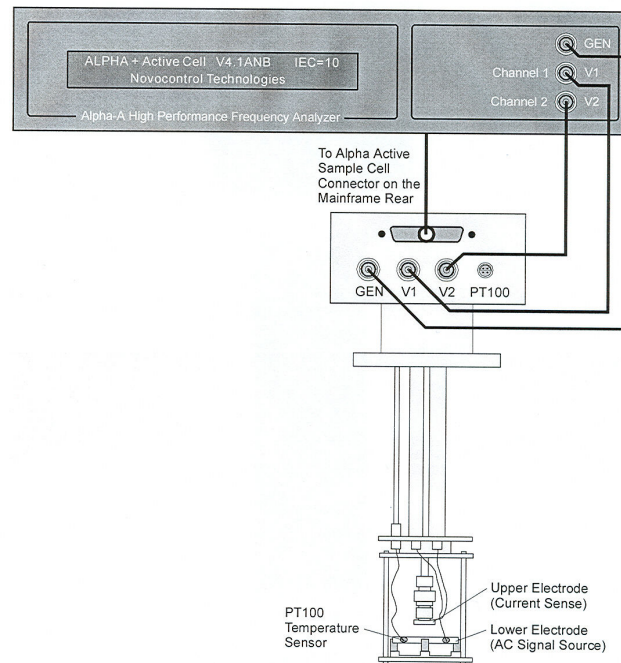


Fig.3. Unitatea centrală *Alpha-A* a spectrometrului dielectric NOVOCONTROL și celula *ZGS*

Eșantionul de incercat se monteaza în celula din fig.3, între cei doi electrozi ce formează cu materialul de măsurat un condensator. O tensiune  $U(t)$  de amplitudine  $U_0$  se aplică condensatorului între armăturile căruia se află eşantionul, pentru o frecvență fixată  $\omega/2\pi$ .

Această tensiune determină apariția prin eșantion a unui curent de intensitate  $I(t)$  cu amplitudinea  $I_0$ , de aceeași frecvență. Diferența de fază între curent și tensiune este descrisă de unghiul de fază  $\varphi$ . Relațiile dintre tensiune, curent și defazajul  $\varphi$  sunt determinate de proprietățile electrice ale eșantionului (permitivitatea electrică și conductivitate electrică) precum și de structura materialului. Pentru calculul mărimilor corespunzătoare proprietăților analizate se utilizează următoarele relații:

$$U(t) = U_0 \cdot \cos(\omega t) = \operatorname{Re}(\underline{U}^* \exp(j\omega t)) \quad (1)$$

$$I(t) = I_0 \cdot \cos(\omega t + \varphi) = \operatorname{Re}(\underline{I}^* \exp(j\omega t)) \quad (2)$$

unde,

$$\underline{U}^* = U_0 \quad (3)$$

$$\underline{I}^* = I' + jI'', \quad I_0 = \sqrt{I'^2 + I''^2}, \quad \tan \varphi = \frac{I''}{I'} \quad (4)$$

iar  $j = \sqrt{-1}$

Pentru un eșantion cu un răspuns electromagnetic liniar, impedanța măsurată pentru un condensator între armăturile căruia se află eșantionul este:

$$\underline{Z}^* = Z' + iZ'' = \frac{U^*}{I^*} \quad (5)$$

Determinarea impedanței permite determinarea permitivității complexe și a conductivității complexe, utilizând relațiile (6) și, respectiv (7):

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon' - i\varepsilon'' = \frac{-i}{\omega Z^*(\omega)} \cdot \frac{1}{C_0} \quad (6)$$

$$\sigma^*(\omega) = \sigma' - j\sigma'' = j \cdot 2\pi \cdot f \cdot \varepsilon_0 (\varepsilon^* - 1) = \frac{1}{Z(\omega)} \cdot \frac{d}{A} \quad (7)$$

unde  $C_0$  este capacitatea condensatorului cu vid între armături,  $d$  – grosimea eșantionului, iar  $A$  – aria electrozilor.

Setarea aparatului se va realiza cu ajutorul soft-ului WinDETA realizat tot de NOVOCONTROL. WinDETA reprezintă un pachet de programe ce poate controla complet măsurătorile realizate asupra componentelor, eșantioanelor și interfețelor, cu ajutorul acestui sistem electric performant. Rezultatele obținute sunt evaluate, afișate și exportate în alte programe în diferite moduri.

### 3. Chestiuni de studiat

- 3.1. Determinarea variațiilor permitivității electrice și ale factorului de pierderi cu frecvența pentru diferite materiale izolante solide sub formă de plăci.
- 3.2. Analizarea rezultatelor obținute și evidentiarea fenomenelor care au loc în materialele studiate la diferite frecvențe.

### 4. Determinări experimentale

#### 4.1. Fixarea eșantionului

Înainte de pornirea spectrometrului, eșantionul se montează în celula din fig.4, între cei doi electrozi ce formează cu materialul de măsurat un condensator. În acest scop se rotește șurubul de fixare (fig.4). Atât eșantionul, cât și cei doi electrozi ai condensatorului trebuie curățați cu alcool etilic, anterior montării, pentru îndepărtarea impurităților și obținerea unor rezultate cât mai exacte.

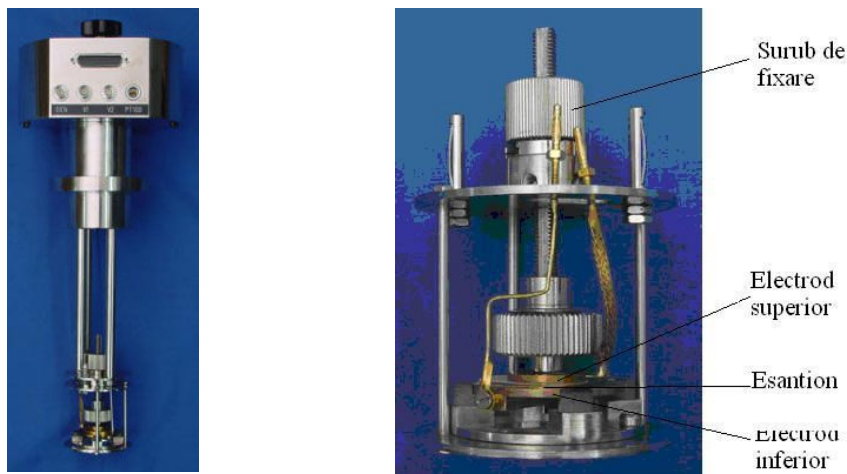


Fig.4. Celula ZGS a spectrometrului dielectric Alpha-A Analyzer

#### 4.2. Pornirea instrumentelor de măsură și control

- a) Se pornește calculatorul conectat la unitatea centrală (*Alpha-A Analyzer*) a spectrometrului dielectric.
- b) Se pornește unitatea centrală a spectrometrului dielectric *Alpha-A High Performance Frequency Analyzer* de la butonul **On/Off**.
- c) Se pornește sistemul MICROTRONIC de control al temperaturii.

- d) Se pornește aplicația software WinDETA. În momentul pornirii acestei aplicații se inițializează toate setările implicite din fișierul *DEFAULT.pre* (aflat în *Program Files\Novocontrol\WinDETA*). În cazul în care anterior au fost salvate alte setări (specifice unor anumite tipuri de analize), acestea pot fi încărcate în locul celor implicite din meniul **File**→**Load Preset file**. Descrierea salvărilor setărilor pentru un anumit tip de analiză se face în cadrul paragrafelor 4.7. și 4.9.

### 4.3. Configurarea instrumentelor de măsură

- a) Din meniul **Analyzer** (fig.5) se selectează din listă analizorul utilizat, în cazul nostru **ALPHA or BETA Analyzer**. Analizorul poate fi configurat din meniul **Analyzer**→**Options**→**Configuration**.
- b) În vederea monitorizării setării sistemului de măsură, din meniul **Window** se bifează opțiunile **Status** și apoi **Tile** (fig.6).
- c) Pentru a indica analizorului care este controlerul de temperatură utilizat, din meniul **Temp. Controller** se selectează **Use Novotherm** (fig.7.).

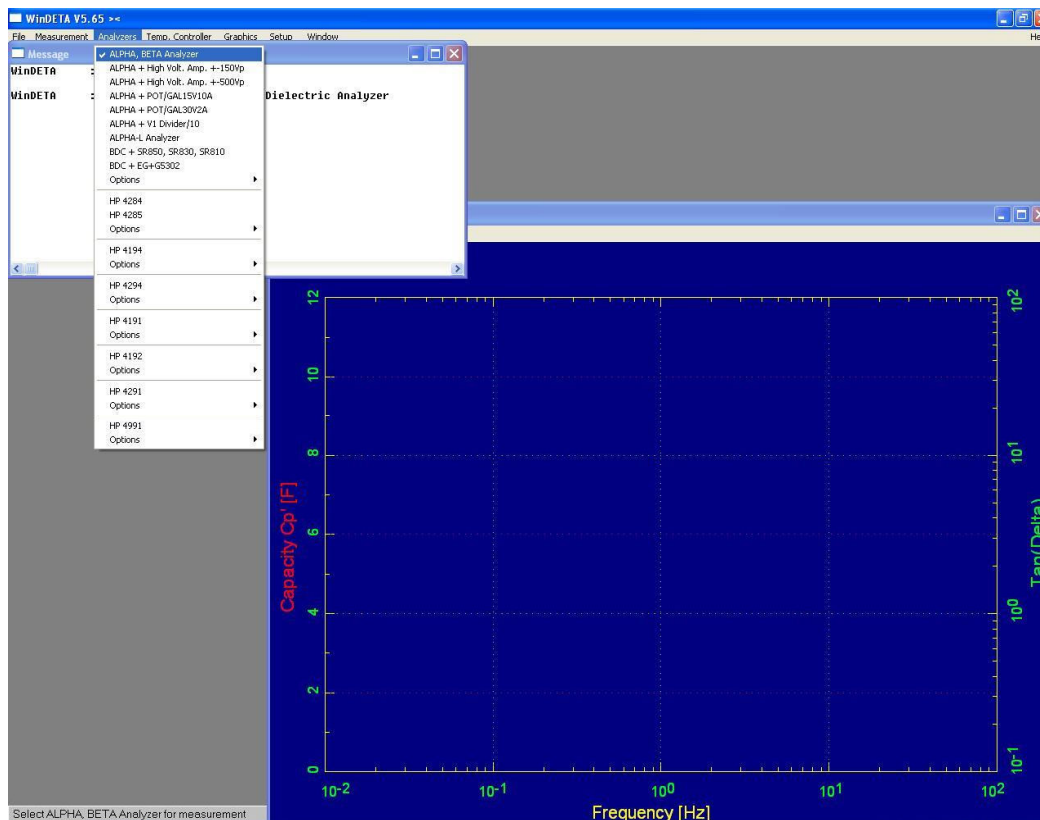


Fig.5. Setarea analizorului

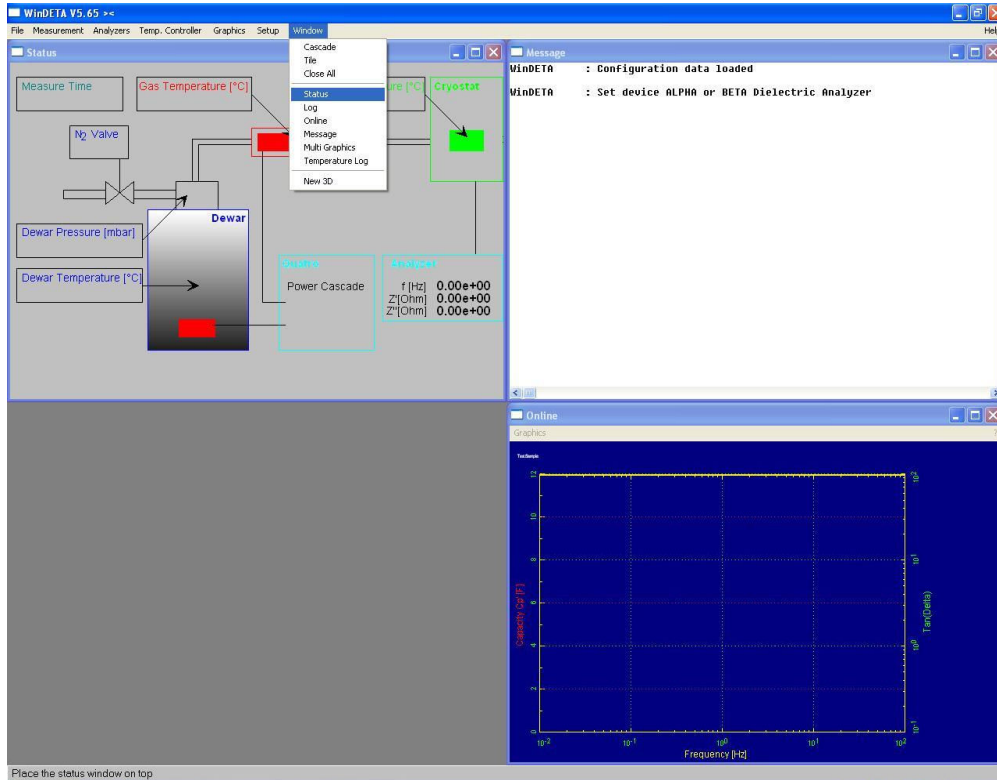


Fig.6. Configurarea ferestrelor pentru monitorizarea setărilor sistemului de măsură

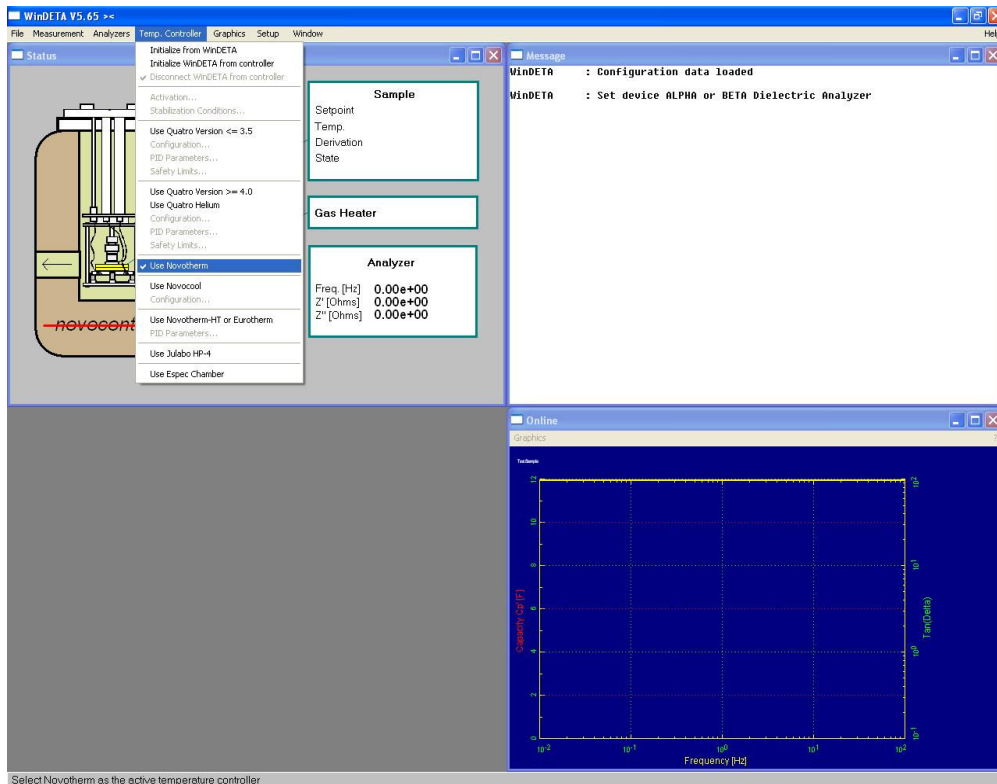


Fig.7. Setarea controlerului de temperatură

#### 4.4. Descrierea caracteristicilor eșantionului de măsură

Din meniul **Measurement** se selectează **Sample Specification** pentru a introduce un comentariu măsurătorii (**Sample Comment**: PEJD), ca în fig.8. Pentru celula corespunzătoare materialelor dielectrice, formată dintr-un condensator plan se completează diametrul (**Sample Diameter [mm]** = 40) și grosimea eșantionului (**Sample Thickness [mm]** = 0,5). În funcție de valorile introduse, softul WinDETA calculează automat capacitatea specifică a condensatorului  $C_0$  [F]. Aceste valori influențează estimarea valorilor absolute ale permitivității electrice și ale conductivității specifice.

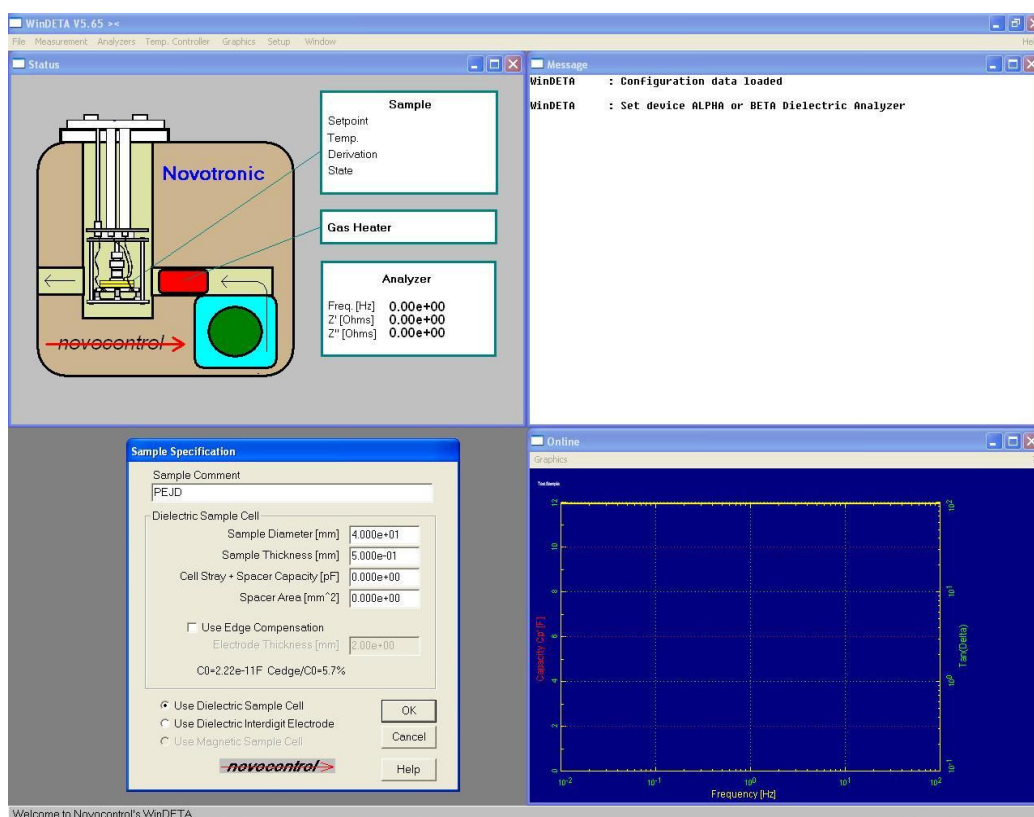


Fig.8. Descrierea caracteristicilor eșantionului

#### 4.5. Stabilirea ordinii utilizării variabilelor independente

Din meniul **Measurement** se selectează **List Order**. Pentru cazul particular al PEJD, din lista de variabile independente (*Available*) se selectează frecvența și apoi temperatura, care se adaugă (**Add**) în lista *Order* (fig.9).

În continuare, se introduc valori pentru variabilele selectate anterior. Astfel, pentru setarea valorilor frecvențelor la care se fac măsurătorile, din meniul **Measurement** se selectează **Value Lists** și apoi **Frequency**. Pentru setarea domeniului de frecvență se selectează **Points** din fereastra **List of Measurement Points** (fig.10) și se introduc limitele *Start* și *End*. De asemenea se stabilește modul de repartizare al punctelor pe grafic, fie într-o progresie aritmetică (*linear*), fie în progresie geometrică (*logarithm*), stabilind un increment (*Increment*) sau un factor de multiplicare (*Factor*). Această listă de puncte se poate adauga la o lista deja existentă (*Add To List*) sau poate înlocui o altă listă (*Replace List*).

În exemplul parcurs în cadrul acestei lucrări, cel al PEJD se selectează domeniul de frecvență  $10^{+1} \div 10^{-1}$  Hz pe o scară logaritmică de *Factor* 10. Numărul de puncte afișate în final pe grafic va fi de 3.

*Observație:* Domeniul de frecvență al spectrometrului dielectric este cuprins între 3  $\mu$ Hz și 20 MHz. Pentru valori scăzute ale frecvenței, timpul necesar realizării măsurătorilor va fi mult mai mare decât în cazul frecvențelor mari.

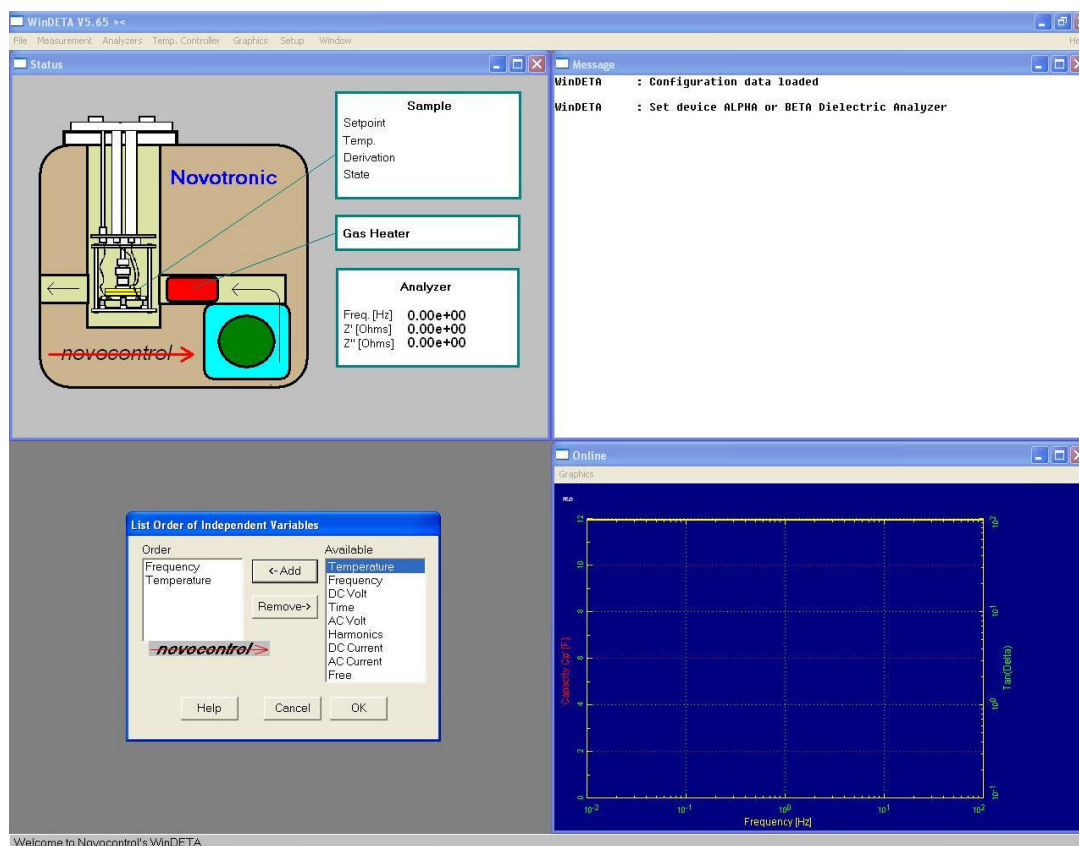


Fig.9. Lista variabilelor independente



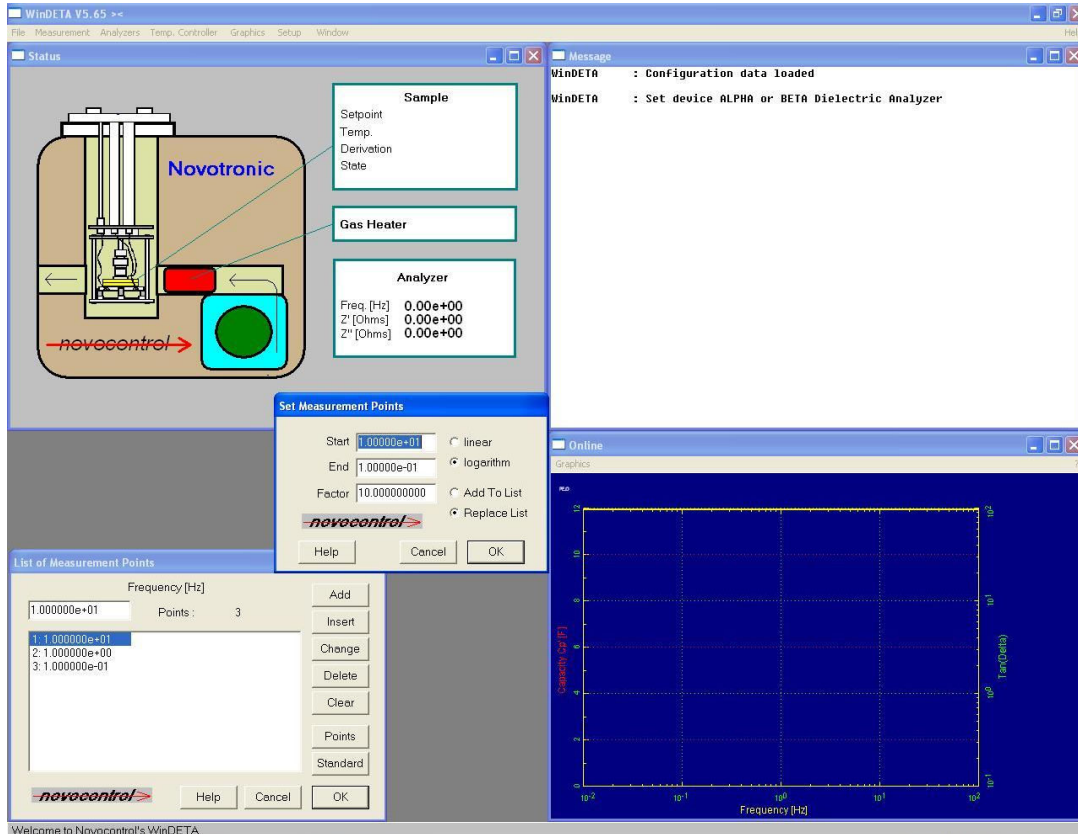


Fig.10. Setarea domeniului de frecvență

Pentru setarea valorii (sau valorilor) de temperatură la care se efectuează măsurătorile, se selectează din meniul **Measurement** opțiunea **Temperature**. În această lucrare se utilizează o singură valoare a temperaturii (în cazul nostru 300 K) care se introduce în căsuța **Temperature** din fereastra **List of Measurement Points** (fig.11). Temperatura se stabilește în **Kelvin** prin debifarea opțiunii **Temperature Unit [°C]**. Pentru mai multe valori ale temperaturii se procedează ca și în cazul frecvenței, utilizând opțiunea **Points**.

#### 4.6. Configurarea WinDETA pentru a comanda controlerul de temperatură

Acest lucru se realizează din meniul **Temp. Controller** prin selectarea opțiunii **Initialize WinDETA from Controller** (fig.12).

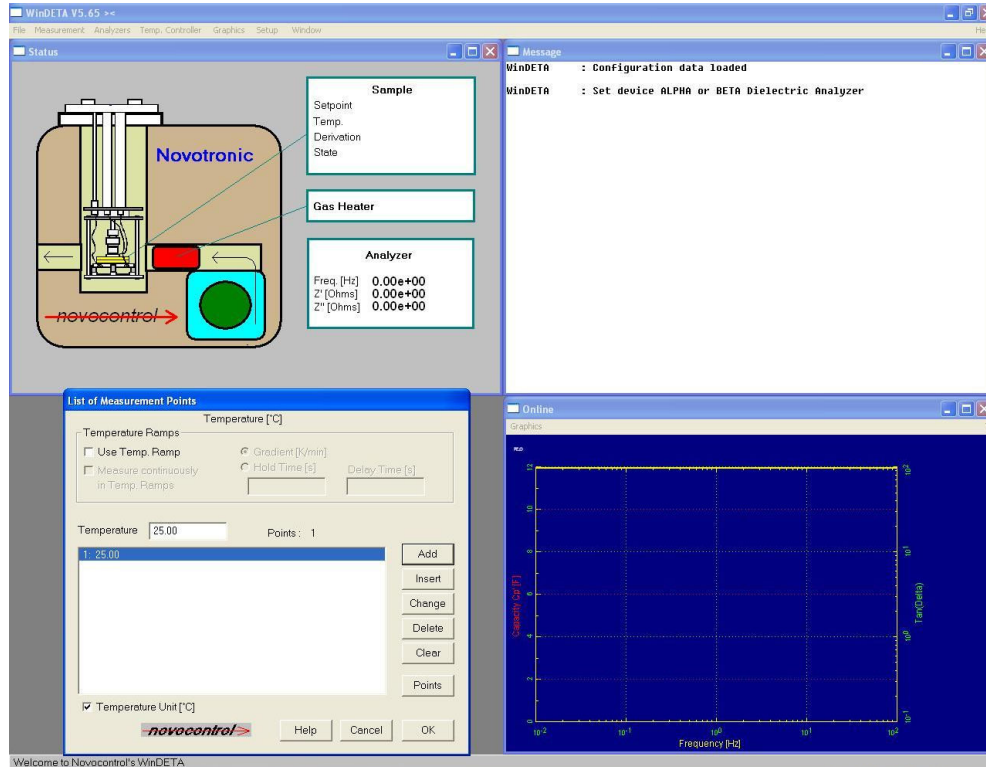


Fig.11. Setarea valorii de temperatură

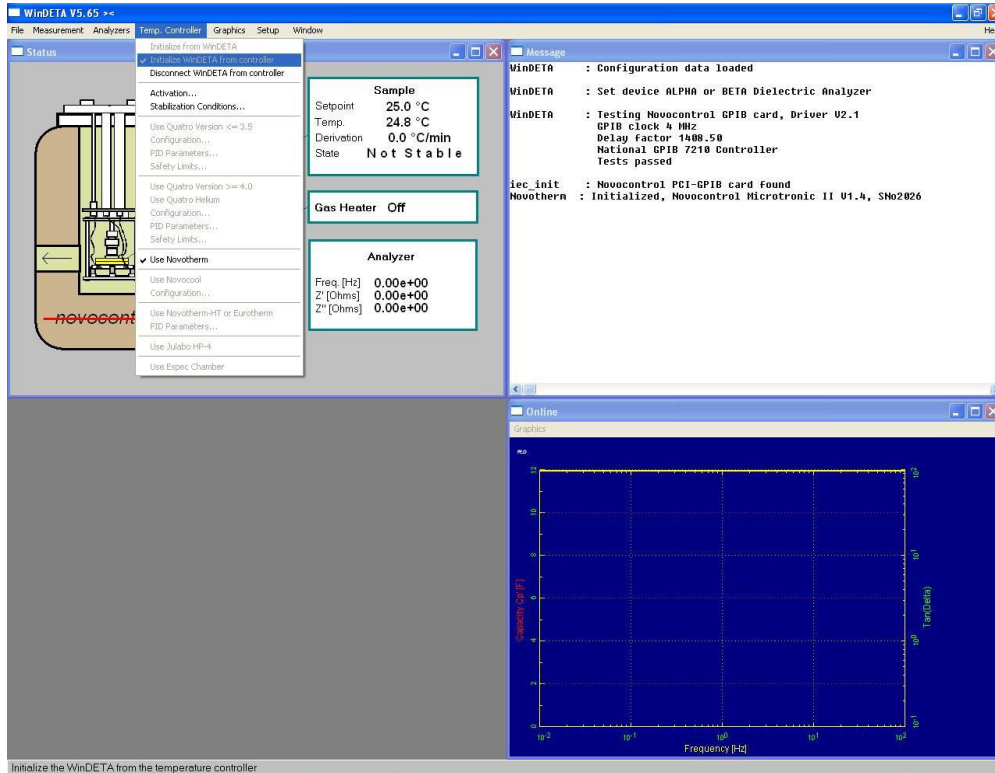


Fig.12. Configurarea WinDETA pentru a comanda controlerul de temperatură

## 4.7. Salvarea rezultatelor experimentale

Din meniul **File** se selectează **Set File Names** pentru a stabili (**Set**) numele fișierelor în care se salvează rezultatele măsurătorii (*PEJD.eps*), mesajele apărute în timpul măsurătorii (*PEJD.msg*), jurnalul de măsurătoare (*PEJD.log*) și temperatura (*PEJD.tem*) (fig.13). Mesajul, jurnalul măsurătorii și temperatura sunt salvate ca fișiere în ferestrele **Message**, **Data Log** și **Temperature Log** (fig.14.).

*Observație:* În particular, fișierele destinate mesajelor și temperaturii pot ocupa foarte mult spațiu dacă sunt salvate.

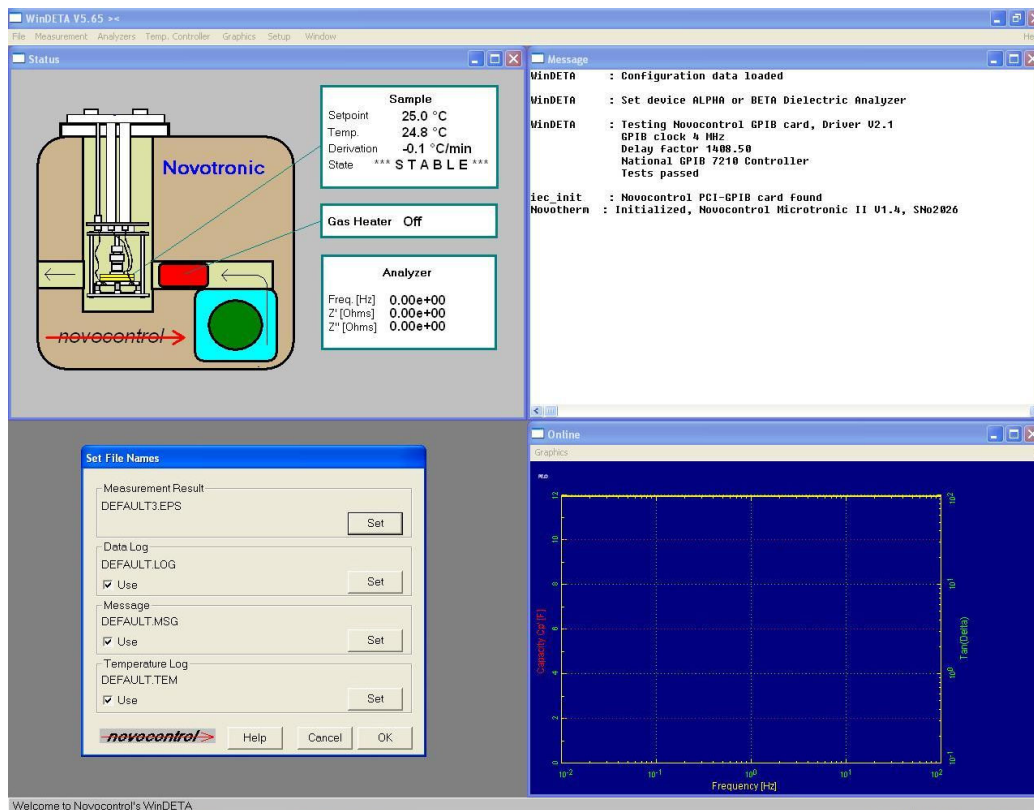


Fig.13. Setarea numelor fișierelor de salvare a rezultatelor

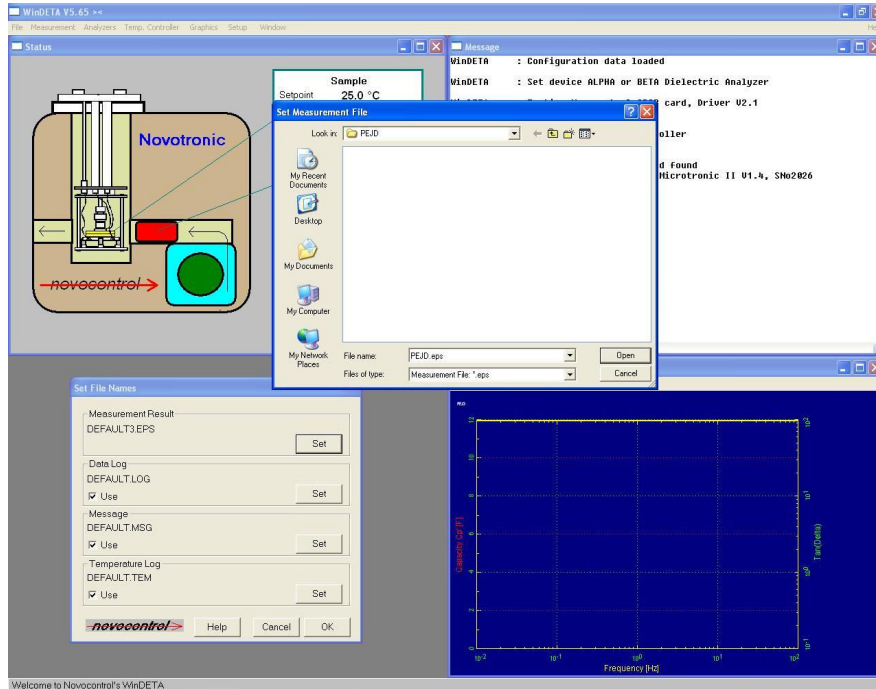


Fig.14. Salvarea numelor fişierelor

#### 4.8. Verificarea setărilor

Pentru a verifica setările impuse măsurătorii, din meniul **Measurement** se accesează opțiunea **Show Definitions**, ca în fig.15. Dacă se dorește modificarea acestor setări, acest lucru se poate face folosind pașii descriși anterior ( 4.1. ÷ 4.7. ).

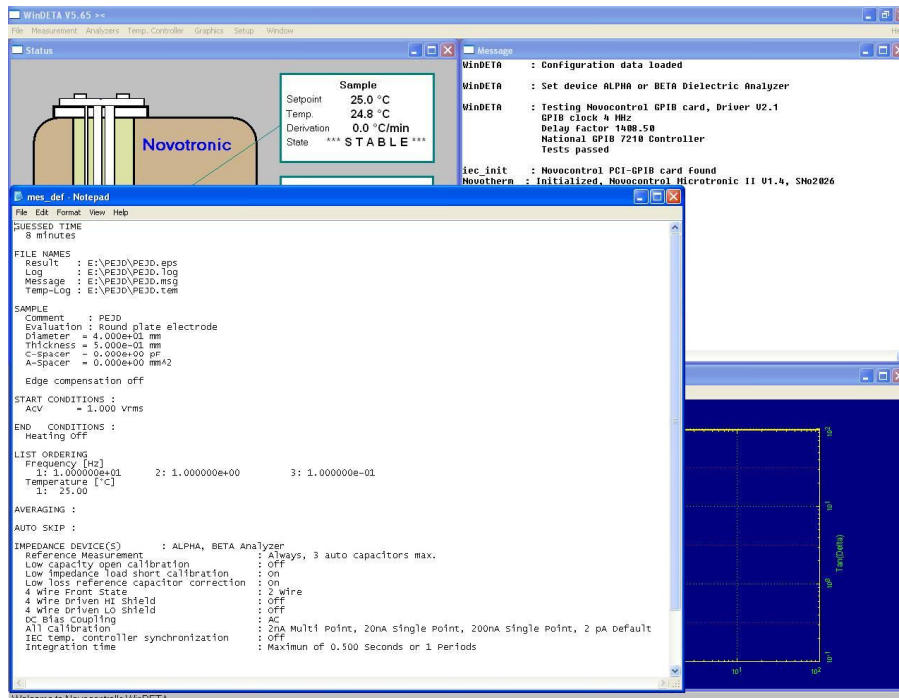


Fig.15. Verificarea setărilor impuse măsurătorilor

#### 4.9. Înlocuirea fișierelor implicite

Pentru a salva toate setările realizate la pasul 4.4., în fișierul prezent, din meniul **File** se selectează **Save Preset** (fig.16). Acestea pot fi utilizate în măsurători viitoare prin înlocuirea fișierelor implicite din meniul **File** → **Load Preset** → **OK**.

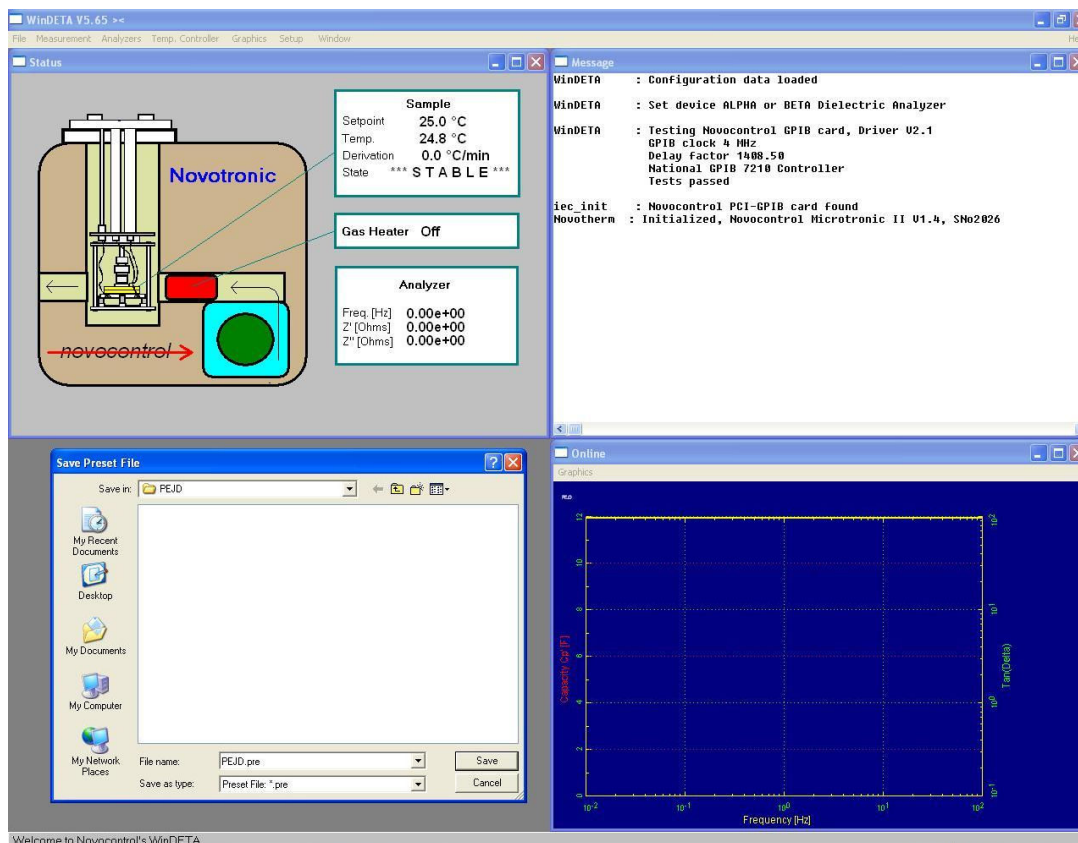


Fig.16. Salvarea setărilor impuse măsurătorilor

#### 4.10. Demararea măsurătorilor

Pentru a demara măsurătorile, din meniul **Measurement** se bifează opțiunea **Start** (**Ctrl+R**), ca în fig.17.

După accesarea opțiunii **Start**, softul WinDETA ne va anunța activare încălzirii celulei de măsură la temperatura setată, în cazul nostru temperatura stabilită a fost de 300 K (fig.18).

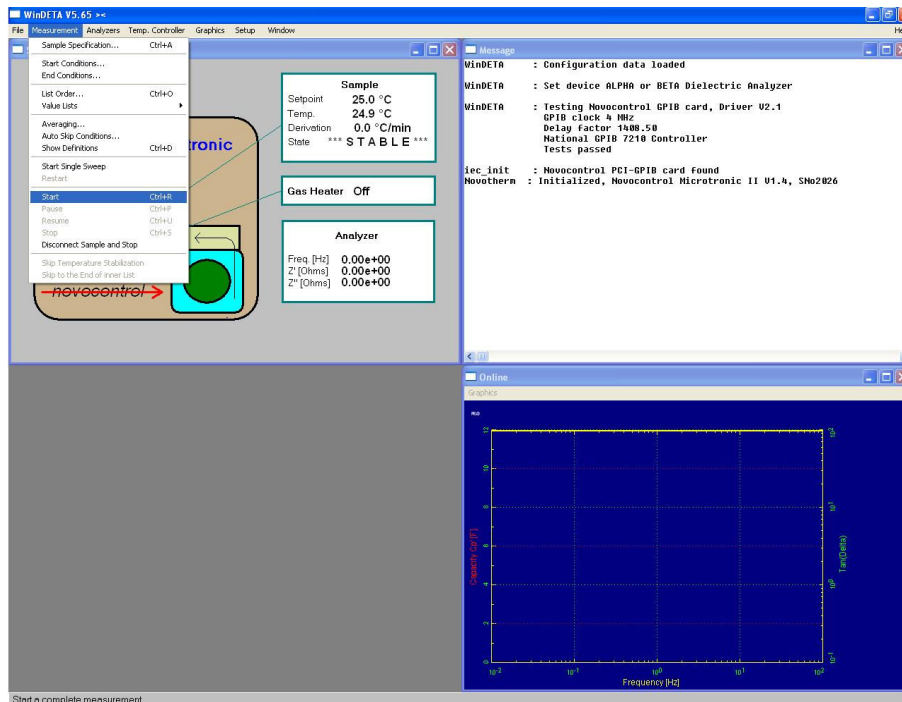


Fig.17. Demararea măsurătorilor

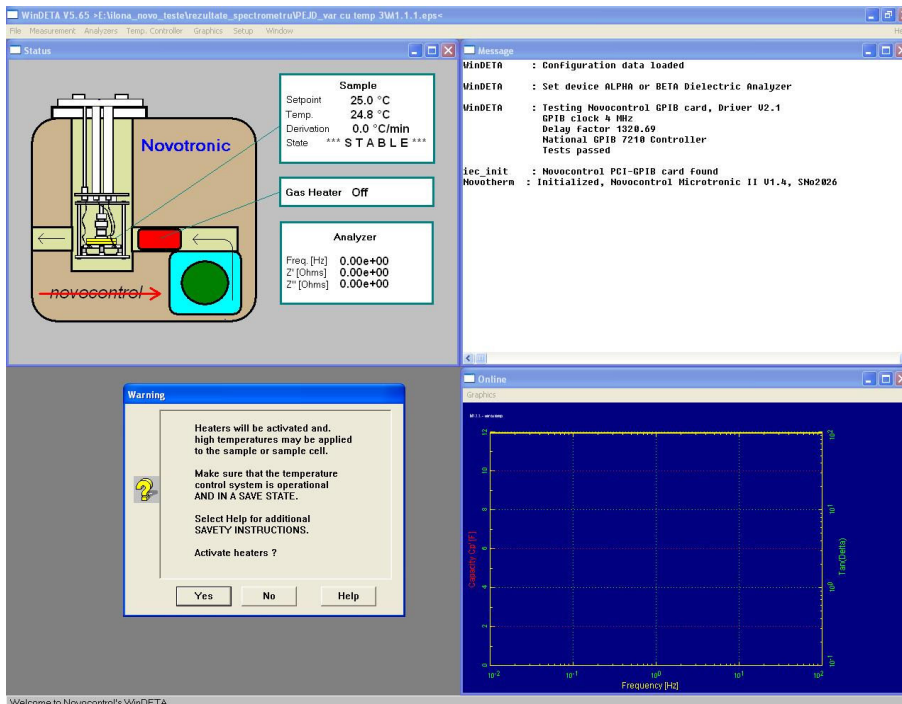


Fig.18. Activare încălzirii celulei de măsură la temperatura setată



#### 4.11. Finalizarea măsurătorilor

Oprirea ciclului de măsurători se face automat, după realizarea tuturor analizelor în condițiile (frecvență, temperatură) stabilite anterior. La încheierea măsurătorilor, rezultatele precum și celelalte mesaje înregistrate în timpul măsurătorilor se află salvate în fișierele stabilite anterior la pasul 4.1.7.

Rezultatele obținute în urma măsurătorilor sunt afișate în fereastra **Online** a graficului, ca în fig.19.

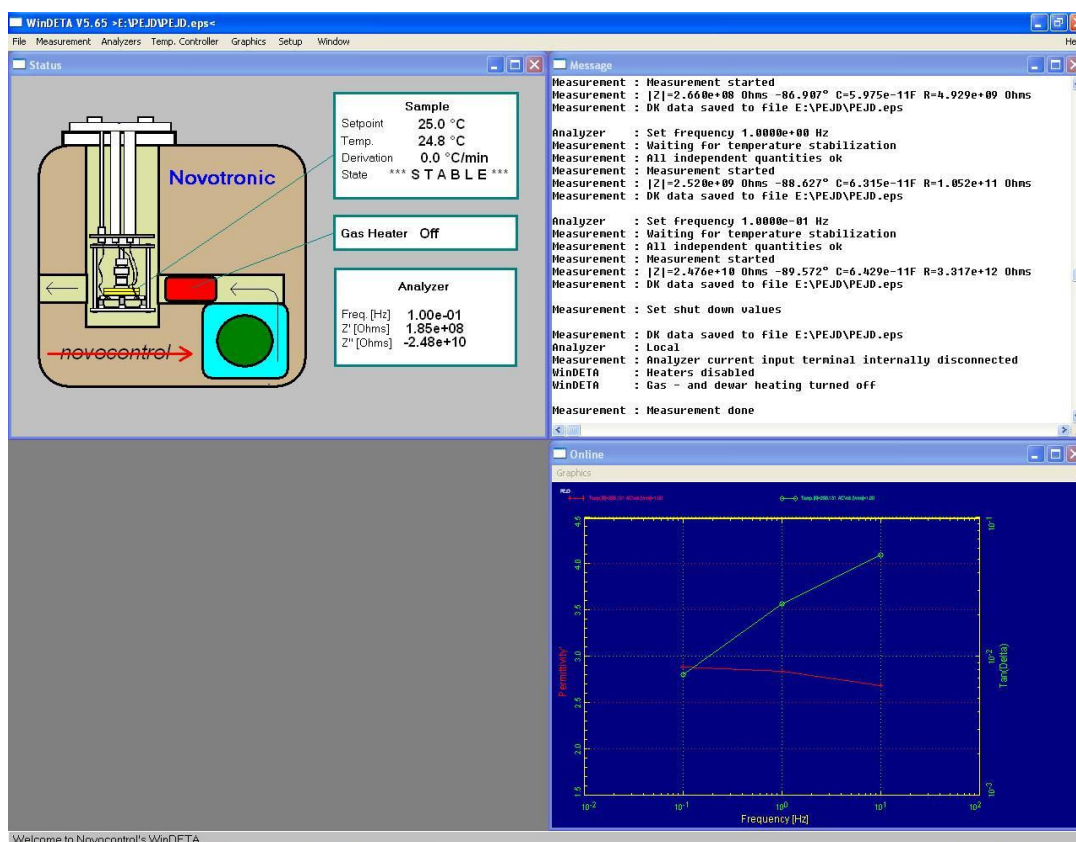


Fig.19. Afișarea rezultatelor obținute în fereastra online a graficului

## 4.12. Salvarea și prelucrarea rezultatelor

a) Din meniul **File**, se accesează opțiunea **Save Measurement As ASCII** (fig.20), și se setează datele de interes ce se vor a fi prelucrate, precum: permitivitatea electrică complexă, partea reală  $\epsilon'$  și imaginară  $\epsilon''$ , factorul de pierderi  $Tan(\Delta)$  și unghiul de pierderi  $Loss\ Angle\ (\Delta)$  [Deg], ca în fig.21. Datele sunt salvate ca fișier text.

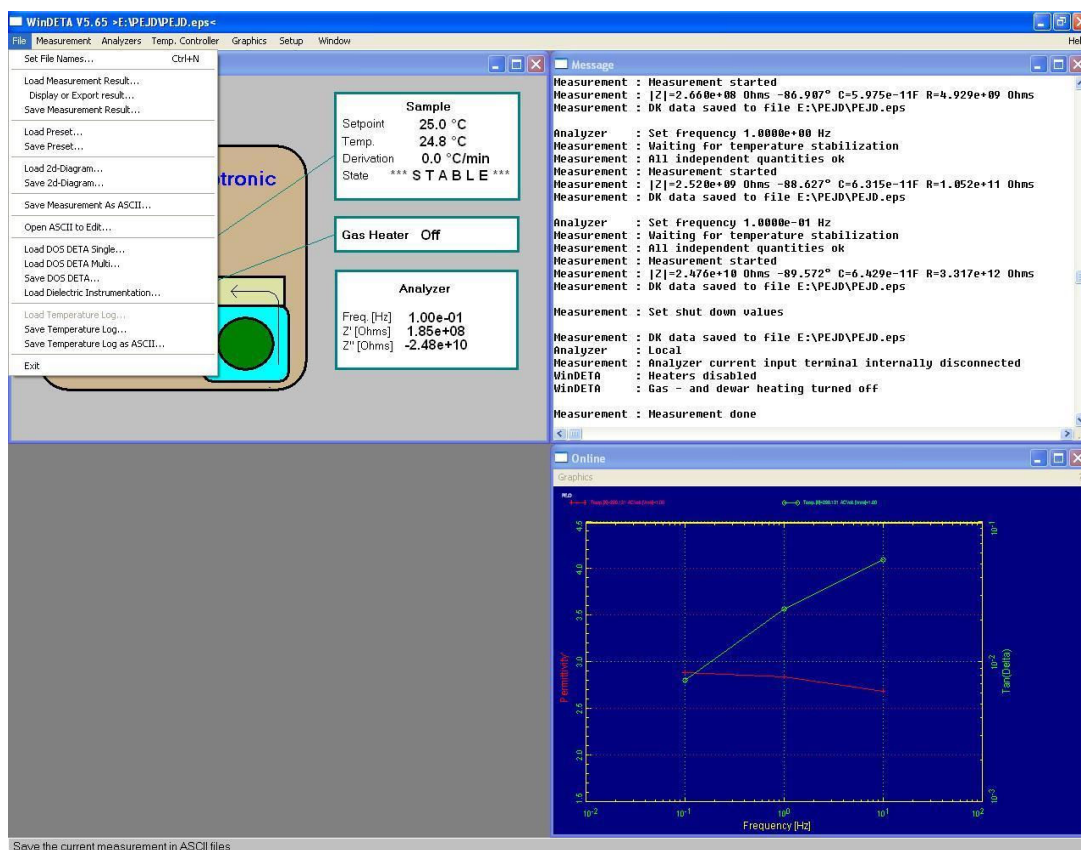


Fig.20. Salvarea și prelucrarea rezultatelor obținute



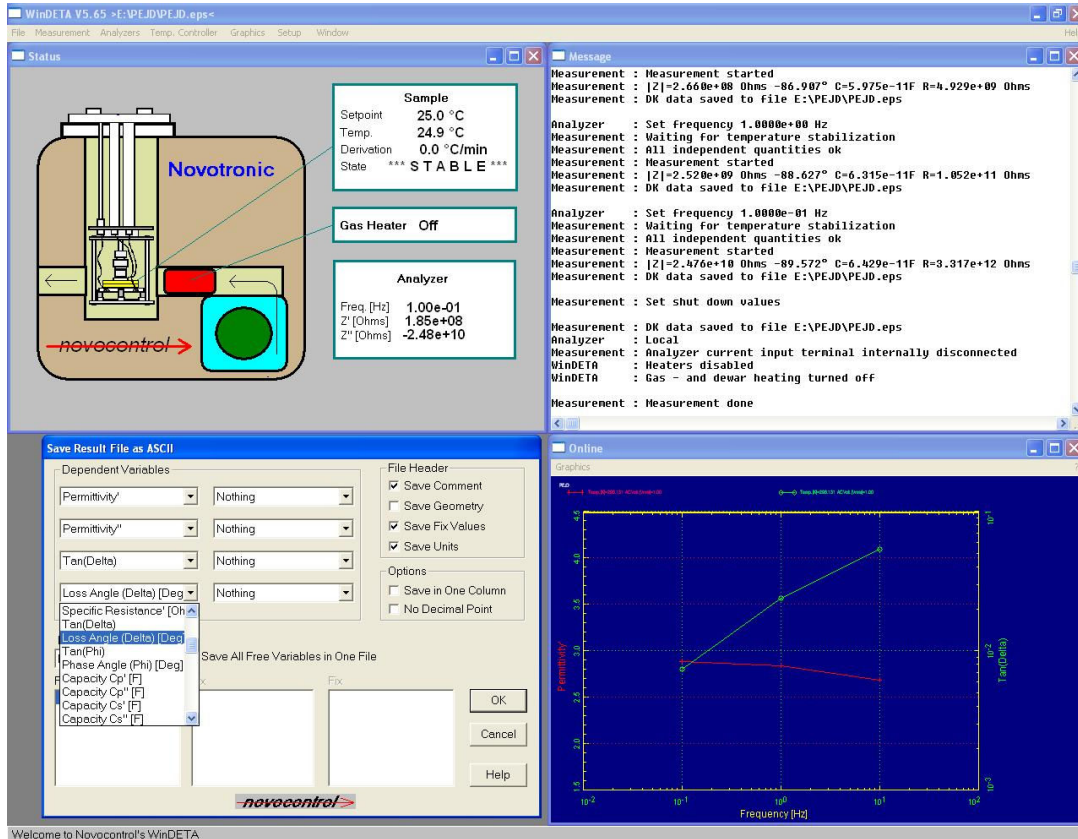


Fig.21. Salvarea rezultatelor de interes obținute

b) Datele astfel salvate pot fi prelucrate cu ajutorul diferitelor programe. În cazul analizat, fișierul *PEJD.txt*, va fi importat în programul Origin, astfel : **File** → **Import** → **Single ASCII**, ca în fig.22. Datele importate sunt prelucrate, pentru ca în final graficele dorite sa fie afișate ca în fig.23.

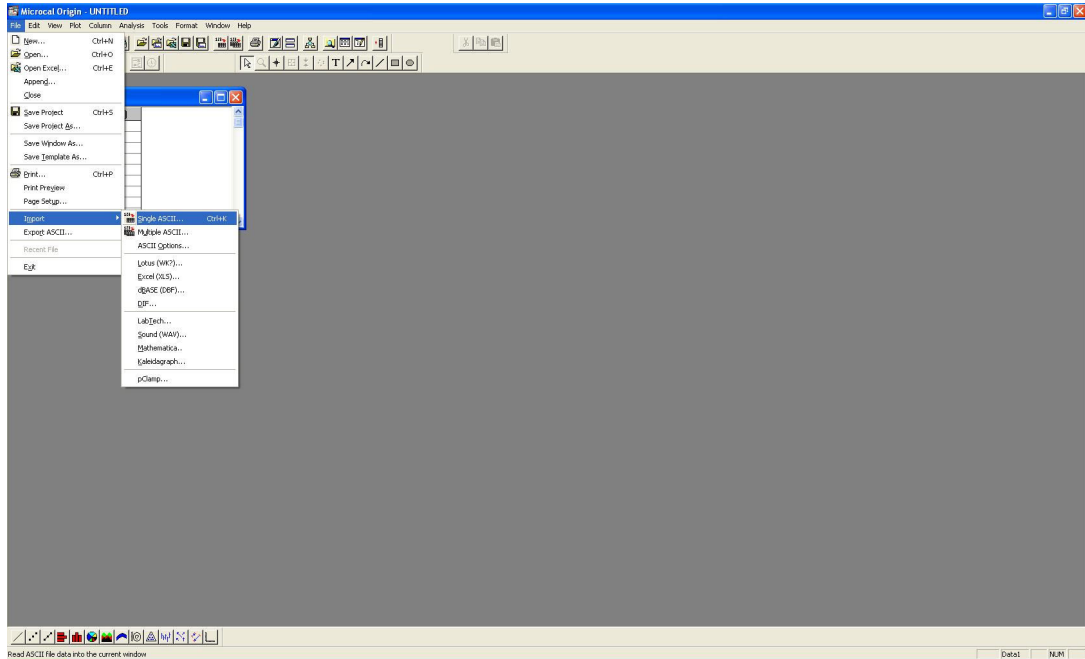


Fig.22. Importul datelor în programul Origin

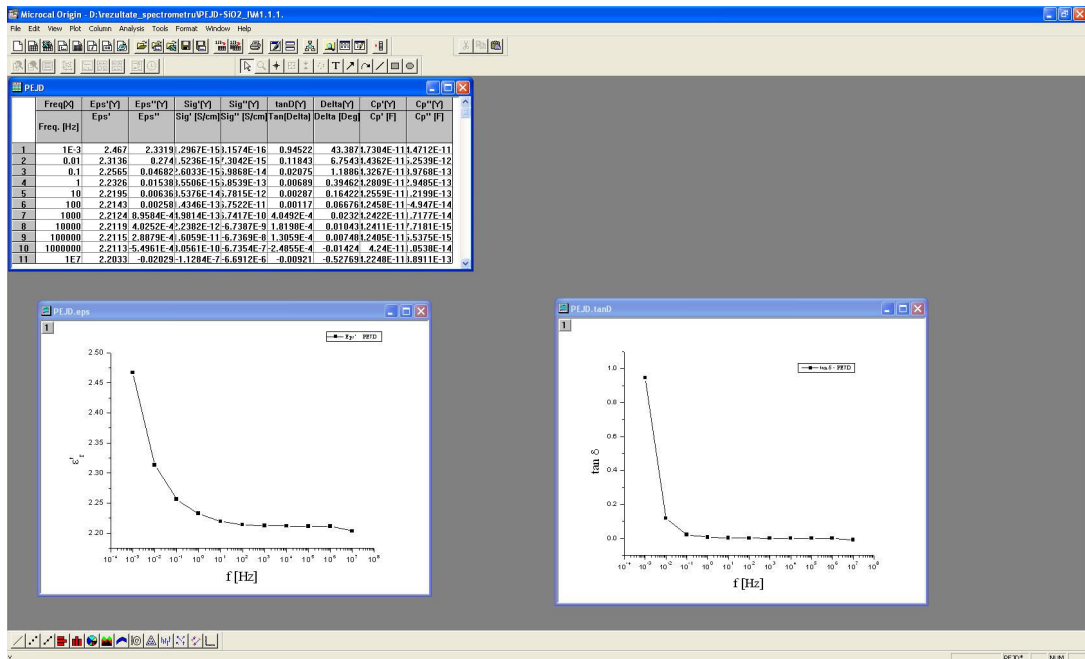


Fig.23. Prelucrarea datelor în programul Origin

c) În final, se oprește mai întâi softul WinDETA și abia apoi spectrometrul dielectric NOVOCONTROL.