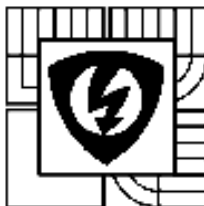


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií
Ústav fyziky



Ing. Tomáš Palai-Dany

**DIELEKTRICKÁ SPEKTROSKOPIE
KARBOXYMETYLCELULÓZY V ČASOVÉ OBLASTI**

TIME-DOMAIN DIELECTRIC SPECTROSCOPY
OF CARBOXYMETHYLCELLULOSE

Zkrácená verze Ph.D. Thesis

Obor: Teleinformatika
Školitel: Doc. Ing. Karel Liedermann, CSc.
Oponenti:

Klíčová slova

Dielektrická relaxační spektroskopie, karboxymethylcelulóza, měření v časové oblasti, relativní permitivita, dielektrická konstanta, ztrátové číslo, ztrátový činitel, elektrometr, nízkourovňová měření.

Keywords

Dielectric relaxation spectroscopy, carboxymethylcellulose, time domain measurements, permittivity, dielectric constant, loss number, loss factor, electrometer, low-level measurements.

Místo uložení práce

Práce je k dispozici na Vědeckém oddělení děkanátu Fakulty elektrotechniky a komunikačních technologií VUT v Brně, Údolní 53, Brno, 602 00.

© Tomáš Palai-Dany, 2009

ISBN

ISSN

Obsah

1 ÚVOD	5
2 STAV PROBLEMATIKY	6
2.1 DIELEKTRICKÁ RELAXAČNÍ SPEKTROSKOPIE V ČASOVÉ OBLASTI.....	6
2.2 ELEKTRICKÉ VLASTNOSTI KARBOXYMETYLCELULÓZY	8
3 CÍLE DISERTAČNÍ PRÁCE	10
4 EXPERIMENTÁLNÍ PRÁCE	11
4.1 MĚŘICÍ OBVOD DRS V ČASOVÉ OBLASTI.....	11
4.2 ÚPRAVA MĚŘENÝCH SIGNÁLŮ	16
4.3 PŘEVOD DIELEKTRICKÝCH DAT DO FREKVENČNÍ OBLASTI.....	17
5 VÝSLEDKY	19
5.1 POROVNÁNÍ VLIVU PROVEDENÍ APARATURY	19
5.2 VÝSLEDKY MĚŘENÍ KMC V ČASOVÉ OBLASTI.....	21
5.3 DOPLNĚNÍ VÝSLEDKŮ O MĚŘENÍ VE FREKVENČNÍ OBLASTI	22
6 ZÁVĚR.....	24
LITERATURA.....	25
PUBLIKACE	28
CURRICULUM VITAE	30
ABSTRACT.....	31

1 ÚVOD

Žijeme v době, ve které nás doslova na každém kroku obklopují neustále složitější elektrotechnická zařízení, ať již silnoproudá nebo obsahující polovodičovou techniku. V každém případě je vývoj těchto přístrojů a zařízení do značné míry závislý i na dostupnosti kvalitních izolačních a dielektrických materiálů. V dnešní době jsou zpravidla požadovány tyto materiály s co nejvyšší teplotní odolností i životností při zachování ostatních potřebných parametrů. Kvalitní izolační materiály umožňují konstruovat přístroje menších rozměrů a zároveň šetří nedostatkové a drahé suroviny. Dielektrika však dnes překračují hranice své původní aplikace v izolační technice a nacházejí uplatnění i v lepicích technologiích, v biomedicinském inženýrství, při kontrole kvality potravin i ve farmakologii. Je zřejmé, že pro nasazení moderních dielektrických a izolačních materiálů musíme znát dokonale jejich vlastnosti.

Dielektrická relaxační spektroskopie (DRS) patří mezi moderní nedestruktivní metody; jedná se o metodu spadající do oblasti na pomezí elektrotechniky, fyziky, chemie a materiálového inženýrství. DRS se v podstatě zabývá zkoumáním odrazu mikrofyzikálních mechanismů testované látky na vnějšek. Samotné měření je založeno na nepřímém měření polarizace jako odezvy vzniklé po změně elektrického pole. Zmíněné polarizační jevy lze měřit za působení stejnosměrného i střídavého elektrického pole. Těžištěm zájmu dielektrické relaxační spektroskopie je získání závislosti komplexní permitivity dané látky na frekvenci (tzv. dielektrické spektrum) a na dalších veličinách, které měřené vlastnosti výrazně ovlivňují. Mezi tyto veličiny se řadí především teplota okolí s možnou kombinací teplotního stárnutí vzorku a relativní vlhkost okolního prostředí.

Pro měření DRS ve frekvenční oblasti se používají metody založené na střídavých měřeních. Pro rozsahy kmitočtů začínajících velmi nízkými hodnotami v řádu jednotek μHz se používá DRS v časové oblasti. Vzorek dielektrika je vystaven skokové změně napětí a měřenou odezvou je časový průběh proudu dielektrikem. Vzhledem k tomu, že dielektrické materiály mají současně zpravidla izolační charakter, jde v experimentální rovině o měření velmi malých proudů (řádově 10^{-12} až 10^{-17} A) a po poměrně dlouhou dobu (typicky hodiny; $f = 1 \mu\text{Hz} \sim T = 10^6 \text{ s} \cong 1 \text{ den}$). Takovéto hodnoty jsou již velice silně zatíženy šumem, který výrazně deformuje požadovaný průběh vybíjecího proudu v závislosti na čase. Tento šum tedy musí být z měřených hodnot proudů eliminován či alespoň podstatně omezen, a to buď ještě v rámci experimentu vhodnou konstrukcí měřicí aparatury (stínění) nebo v rámci následujícího matematického zpracování (číslicová filtrace). Naměřená data ve frekvenční i časové oblasti jsou vzájemně převoditelná s použitím Fourierovy transformace.

Předmětem této práce je aplikace a vývoj metody dielektrické relaxační spektroskopie v časové oblasti pro zjištění dielektrických parametrů karboxymetylcelulózy (KMC) ve frekvenčním intervalu $10^{-5} - 10^{-1}$ Hz. Práce pak uvádí dielektrické spektrum KMC jednak v této oblasti, jednak v oblasti 100 Hz – 500 MHz.

2 STAV PROBLEMATIKY

2.1 DIELEKTRICKÁ RELAXAČNÍ SPEKTROSKOPIE V ČASOVÉ OBLASTI

Těžištěm zájmu dielektrické relaxační spektroskopie je získání závislosti komplexní permitivity ($\hat{\epsilon} = \epsilon' - j\epsilon''$) na frekvenci a zpravidla i dalších parametrech [2]. Přestože bývá v technické praxi permitivita označována za materiálovou konstantu, automaticky se předpokládá, že se jedná o hodnotu této veličiny při určité frekvenci (dle aplikace např. 50 Hz, 1 kHz) a dalších vztažných podmínkách (teplota, relativní vlhkost i jiné). Metoda TDRS se používá pro rozsahy kmitočtů začínajících velmi nízkými hodnotami v řádu jednotek μHz . Metoda je založena na stejnosměrných měřeních nabíjecích či vybíjecích proudů dielektrik.

Z teorie je známo, že ideální dielektrikum či izolant tvoří látka, která obsahuje pouze elektrické náboje vázané elektrostatickými silami. U reálných dielektrik se však kromě vázaných elektrických nábojů setkáváme i s náboji volnými, způsobujícími jejich nežádoucí elektrickou vodivost. U ideálních dielektrik tvoří základní fyzikální proces dielektrická polarizace. Dielektrická polarizace je jev, při němž se působením vnějšího i vnitřního elektrického pole posouvají elektricky vázané náboje ze svých rovnovážných poloh do poloh nových na malé omezené vzdálenosti; tímto jevem je způsoben vznik indukovaného elektrického dipólu u nepolárních dielektrik. Obsahuje-li látka polární molekuly, orientují se elektricky vázané náboje do směru elektrického pole.

Mezi základní makroskopické veličiny pro popis elektrických pochodů v dielektrických materiálech patří intenzita elektrického pole E , elektrická indukce D a polarizace P . Vektor polarizace je definován jako objemová hustota celkového dipólového momentu v uvažované látce. Časová závislost velikosti polarizace dielektrika při nabíjení (případně závislost při vybíjení) je dána obecně funkcí odezvy $\phi(t)$:

$$P(t) = \epsilon_0 \cdot (\epsilon_\infty - 1) \cdot E + \epsilon_0 \cdot (\epsilon_s - \epsilon_\infty) \cdot E \cdot \Phi(t) , \quad (1)$$

kde $\epsilon_0 = 8,854 \cdot 10^{-12} \text{ F} \cdot \text{m}^{-1}$ je absolutní permitivita vakua, ϵ_∞ optická permitivita (tj. velikost relativní permitivity při kmitočtu $f(\epsilon_\infty) \rightarrow 10^{14} \text{ Hz}$), t je čas.

V dielektrických látkách se obvykle vyskytuje několik mechanismů polarizace, slabší bývají překryty silnějšími. Podle doby trvání rozlišujeme polarizace pružné a relaxační. Pružné polarizace proběhnou prakticky okamžitě, bez ztrát energie; tyto polarizace jsou frekvenčně nezávislé v pásmu radiotechnických kmitočtů. Doba ustálení tohoto typu polarizace bývá řádově kratší než 10^{-11} s . Naopak relaxační polarizace je typická tím, že po přiložení elektrického pole přibývá polarizace pomalu, po odpojení pole ubývá polarizace rovněž pomalu. Doby potřebné pro ustálení těchto jevů jsou relativně velké, v relacích přibližně 10^{-8} až 10^{+6} s . Pomalé polarizace jsou značně závislé na teplotě, provází je ztráty energie v dielektriku. Časové relace doby ustálení byly zmíněny s ohledem k možnostem současné měřicí techniky.

Dále uvedené početní vztahy vyjadřují souvislost mezi časovou závislostí vybíjecích a nabíjecích proudů a časovou závislostí polarizace. Nabíjecí a vybíjecí proudy dielektrik mají obecně monotónně rostoucí či klesající průběh v závislosti na čase. V případě vakuového kondenzátoru popisují tyto děje exponenciální funkce času.

Časová závislost vybíjecího (depolarizačního) proudu dielektrika resp. jeho proudové hustoty j_{DEPOL} je obecně dána funkcí poklesu $\varphi(t)$:

$$j_{\text{DEPOL}} = \varepsilon_0 \cdot (\varepsilon_s - \varepsilon_\infty) \cdot \varphi(t) \cdot E, \quad (2)$$

přičemž funkce poklesu je s funkcí odezvy spjata následovně:

$$\varphi(t) = \frac{d\Phi(t)}{dt}. \quad (3)$$

Proudová hustota nabíjecího (polarizačního) proudu je dána součtem dvou složek:

$$j_{\text{POL}}(t) = \frac{dP}{dt} + \gamma \cdot E, \quad (4)$$

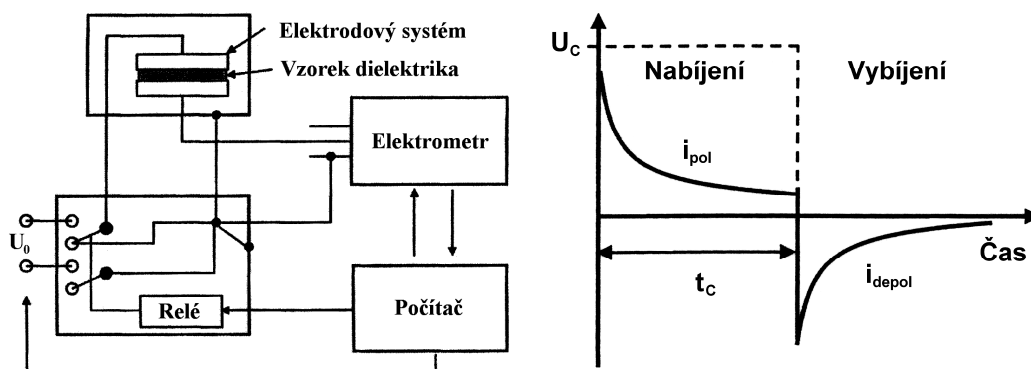
kde $\gamma \cdot E$ vyjadřuje složku proudové hustoty způsobenou vodivostním proudem dielektrika (γ značí měrnou elektrickou vodivost dielektrika po přiložení stejnosměrného elektrického pole a odeznění nabíjecího procesu dielektrika). Vybíjecí (depolarizační) proudovou hustotu udává vztah:

$$j_{\text{DEPOL}}(t) = \frac{dP}{dt}. \quad (5)$$

Z důvodu absence vodivostní složky proudu se právě pro účely dielektrických měření nejčastěji využívá měření vybíjecích proudů. Měřicí metoda TDRS zaznamenává časový průběh proudu dielektrika na skokovou změnu napětí [6]. Blokové schéma základního provedení měřicí aparatury realizující měření vybíjecích proudů dielektrik uvádí obr. 1. Charakter přímo měřených závislostí v časové oblasti není ovšem vhodný pro precizní ani orientační vyhodnocení vlastností zkoumaných dielektrik, proto je nutné převést naměřená data do frekvenční oblasti vhodným způsobem. Na základě teoretických poznatků lze určit, že komplexní permitivita ve frekvenční oblasti a změřená závislost vybíjecího proudu (tj. funkce poklesu $\varphi(t)$) v časové oblasti jsou vzájemně převoditelné s použitím Fourierovy transformace:

$$\hat{\varepsilon}(\omega) = \varepsilon'(\omega) - j\varepsilon''(\omega) = \varepsilon_\infty + (\varepsilon_s - \varepsilon_\infty) \int_0^\infty \varphi(t) e^{-j\omega t} dt, \quad (6)$$

kde $\hat{\varepsilon}(\omega)$ je komplexní permitivita jako funkce úhlového kmitočtu ω , ε' relativní permitivita, ε'' ztrátové číslo. Pro úplnost je nezbytné zdůraznit, že výsledky výše uvedené transformace platí za předpokladu dostatečného definovaného nabití dielektrického vzorku před měřením průběhu vybíjecího proudu. Pro přesná měření musí být doba nabíjení minimálně 10x delší než doba měřeného vybíjení (tj. doba fyzikální platnosti těchto měřených dat); pro přibližná měření postačí doba nabíjení o délce alespoň trojnásobku doby vybíjení. Mimo tuto podmínku je též nutné před fází nabíjení vzorku dielektrika mít tento vzorek definovaně vybit (tj. spojením vývodů elektrodového systému nakrátko po stanovenou dobu).



Obr. 1 Měření vybíjecích proudů dielektrik, časový průběh veličin obvodu [6]

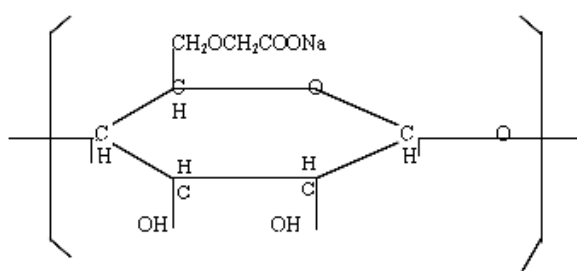
Dle předchozího popisu lze shrnout, že mezi základní elektrické veličiny, kterými lze popsat vlastnosti dielektrika v elektrickém poli při konkrétní relativní vlhkosti, teplotě a frekvenci, patří: relativní permitivita ϵ' (-), vnitřní měrný elektrický odpor (rezistivita) ρ_v (Ωm), povrchová rezistivita ρ_p (Ω), ztrátový činitel $\text{tg } \delta$ (-), elektrická pevnost E_p (Vm^{-1}). Z hlediska zkoumání dielektrických vlastností materiálů nás ovšem zajímá na prvním místě frekvenční závislost komplexní permitivity $\hat{\epsilon}(f)$, jejíž imaginární složka $\epsilon''(f)$ se označuje jako dielektrické spektrum.

Relaxační mechanismy dielektrik, které lze zjistit na základě studia dielektrických spekter, jsou úzce spjaty s mechanismy polarizace a celkovou vnitřní strukturou dielektrika na molekulární úrovni. V dielektrikách se obvykle vyskytuje více různých druhů elektrických dipólů, případně iontů, či elektrony, jež mohou vykonávat rozdílné pohyby za působení elektrického pole; důsledkem je existence většího počtu relaxačních mechanismů. Tyto děje jsou v získaném dielektrickém spektru $\hat{\epsilon}(f)$ pozorovatelné jako lokální maxima ztrátového čísla a ekvivalentně též jako lokální poklesy relativní permitivity [8].

2.2 ELEKTRICKÉ VLASTNOSTI KARBOXYMETYLCELULÓZY

Karboxymethylcelulóza (KMC) je jedním z derivátů celulózy, který se využívá v řadě odvětví nejen technického charakteru. Materiály založené na polysacharidech se často používají v mnoha aplikacích v lékařství a biologii, např. jako náhradní materiál nebo jako ochranný povlak léků. Fyzikálně-chemické a fyziologické parametry polysacharidů jsou definovány jejich primární molekulovou strukturou (uspořádáním hlavního řetězce) a bočními skupinami, které jsou připojeny k hlavnímu řetězci. Tyto skupiny jsou zpravidla polárního charakteru, a proto lze jejich molekulární dynamiku sledovat metodou dielektrické relaxační spektroskopie [16], [17], [18].

Na následujícím obrázku 2 je uvedeno chemické schéma monomeru KMC. Opakováním tohoto monomeru vznikne řetězec KMC (resp. sodná sůl) [19]. Molekulová hmotnost námi používaného daného vzorku jako předmětu měření činila $5,5 \cdot 10^5$, což odpovídá stupni polymerace cca 2300.



Obr. 2 Chemické složení KMC v podobě sodíkové soli [20]

V souvislosti s rozšiřujícím se používáním tohoto materiálu je žádoucí prostudovat jeho elektrické vlastnosti, poněvadž řada užitných vlastností KMC vyplývá z jejich vlastností elektrických. Jedná se např. o lepidlo, která je dána procesy přenosu náboje a elektrickými vazbami na povrchu látky. Jedna z metod umožňující stanovit parametry materiálů je založena na analýze jejich dielektrického spektra. Dielektrické spektrum poskytuje informaci o pohybu částic vykazujících elektrický náboj nebo elektrický dipólový moment, tj. o změně orientace elektrických dipólů, rotacích hlavního molekulového řetězce a bočních skupin a vodivostních mechanismech.

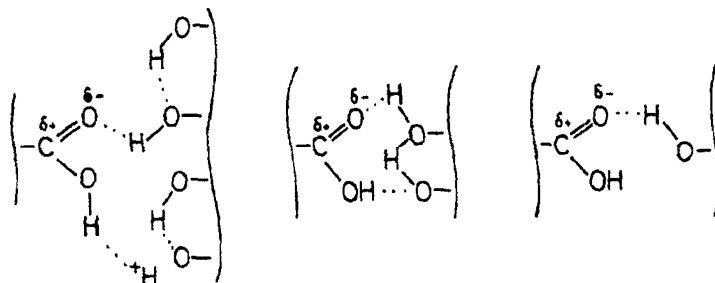
Konkrétní rozebíraný typ polysacharidů – KMC se používá např. jako:

- látka pro biomedicínské aplikace,
- zahušťovadlo,
- pojivo, ochranný roztok,
- prostředek pro zadržení vody,
- přísady do potravin, doplňky výživy pro sportovce,
- aplikace v průmyslu, čistící produkty, nátěrové hmoty.

KMC je komerčně vyráběna řadou výrobců. V sortimentu firmy Hercules (dnes Aqualon [19]) se rafinovaná (čištěná) KMC prodává pod komerčním názvem jako Blanose doplněná upřesňujícím údajem, ze kterého dle firemního značení vyplývají požadované chemické a fyzikální parametry dané látky. Uvedený výrobce zaručuje minimální čistotu 98 % rafinované KMC. Po stránce fyzikální má blanóza podobu od světlé pasty až po volně sytký bílý prášek či granulát, který je snadno rozpustný ve vodě, přičemž tímto vznikne čirá viskózní kapalina.

Blanóza (KMC) je éter celulózy, získaný reakcí celulózy s monochlóroctanem sodným. Reakce se řídí podle požadovaného zastoupení karboxymetylových skupin v molekulovém řetězci. Stupeň substituce určuje další fyzikální i chemické parametry sledovaného produktu, např. viskozitu, rozpustnost, schopnost absorpce vody, biologickou stabilitu aj. Informace o fyzikálně chemických a elektrických vlastnostech blanózy lze nalézt v řadě publikací, např. [16], [19], [20]. Z hlediska metody dielektrické relaxační spektroskopie patří mezi podstatné vlastnosti především závislost komplexní permitivity na frekvenci a teplotě. Publikace [16], [17], [18] obsahují informace o dielektrickém spektru KMC měřeném metodou DRS v časové oblasti v kmitočtovém rozsahu 4 μHz – 0,1 Hz. Jednalo se o vzorek KMC – Blanózy (výrobce Herkules) s relativní molekulovou hmotností $5,5 \cdot 10^5$. V dielektrickém spektru se v uvedeném kmitočtovém pásmu nevyskytovalo zřetelné relaxační maximum, ale s použitím fitovacích algoritmů byla identifikována dvě relaxační maxima na frekvencích 40 μHz (odpovídající časovou konstantou 3810 s) a 2 μHz (odpovídající časové konstantě 68100 s).

Z údajů v literatuře [21] je známo, že KMC je schopna tvořit s dalšími polymerními látkami složité komplexy, jejichž struktura je závislá na koncentraci jednotlivých složek, teplotě a působícím mechanickém napětí. Charakter těchto kompozitních struktur sahá od nehomogenních dvoufázových směsí (emulzí) přes homogenní (jednofázové) směsi až po kvazisloučeniny s vazbami tvořenými vodíkovými můstky, viz obr. 3. Byly publikovány výsledky měření DRS ve frekvenční oblasti na směsích polyvinylalkoholu a derivátů celulózy pro konstantní kmitočet 1 kHz a proměnnou velikost koncentrace obou složek. Pro teplotu 30 °C a koncentraci metylcelulózy blízkou 100 % vykazoval daný materiál ztrátový činitel blízký hodnotě 5 a konduktivitu o hodnotě blízké $5 \cdot 10^{-3} \Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$. Konkrétní údaje o dielektrických vlastnostech v širším intervalu frekvencí však nejsou známy.



Obr. 3 Molekulové schéma kompozitních struktur KMC [21]

3 CÍLE DISERTAČNÍ PRÁCE

Práce se zabývá dielektrickou relaxační spektroskopií karboxymethylcelulózy v časové oblasti. Předmětem práce je studium dielektrického spektra karboxymethylcelulózy v co nejširším možném spektru kmitočtů, počínaje nejnižšími možnými frekvencemi (od hodnoty kolem 10 μ Hz). V průběhu řešení se ukázalo jako nezbytné vyvinout vlastní měřicí pracoviště splňující specifické požadavky pro tuto oblast měření, kam spadá měření vybíjecích proudů dielektrik, tzn. nízkourovňová stejnosměrná měření velmi nízkých proudů. Nedílnou část práce tudíž tvoří studium problematiky neperiodických signálů aplikovaných v dielektrické relaxační spektroskopii (DRS).

Karboxymethylcelulóza (KMC) je jedním z derivátů celulózy, který se využívá v řadě technických aplikací. Používá se obecně jako zahušťovadlo, v biomedicínkách aplikacích či jako přísady do potravin. V souvislosti s rozšiřujícím se používáním tohoto materiálu je žádoucí prostudovat jeho elektrické vlastnosti, poněvadž řada užitečných vlastností KMC vyplývá z jejich vlastností elektrických. Jedná se např. o lepivost, která je dána procesy přenosu náboje a elektrickými vazbami na povrchu. Toto téma je vysoce aktuální a intenzivně se studuje mimo jiné i v ČR, jak o tom svědčí publikace [16], [17], [18], [21].

V rámci DRS je z experimentálního hlediska cílem zjistit odezvu dielektrika na přiložení vnějšího elektrického pole v co nejširším spektru časů, resp. frekvencí, a teplot. O rozšíření směrem k nízkým frekvencím je přitom velký zájem zejména v diagnostice dielektrických materiálů, protože právě při nejnižších frekvencích se projevují změny a poruchy struktury materiálu. Takovéto změny mohou být způsobeny např. mechanickým namáháním, přirozeným stárnutím nebo stárnutím podpořeným dalším typem namáhání, jakému je materiál vystaven za provozu.

Měření ve frekvenční a časové oblasti se zpravidla vzájemně doplňují, eventuálně navzájem překrývají. Celková dosažitelná šířka spektra ve světě dosahuje dnes cca 21 řádů. Takovéto vybavení je k dispozici např. v Německu na Univerzitě v Augsburgu [35], kde je tento rozsah ovšem realizován celou řadou aparatur pracujících v časové i frekvenční oblasti. Pokud se uvažují pouze měření v časové oblasti, jsou k dispozici komerční zařízení firmy IMASS ($10^{-4} - 10^{+4}$ Hz [36]) či zařízení firmy Dipole – TDS ($10^{-4} - 10^{+10}$ Hz [37]) nebo zařízení výzkumného centra ABB Corporate Research ve Västeråsu, Švédsku ($10^{-5} - 10^{+4}$ Hz [38]). Měřicí metoda DRS v časové oblasti je poměrně náročná na čas, a proto si řada pracovišť, kde se tato metoda používá, vyvíjí a konstruuje měřicí aparaturu obvykle sama.

Řešení práce bylo rozděleno do několika bodů:

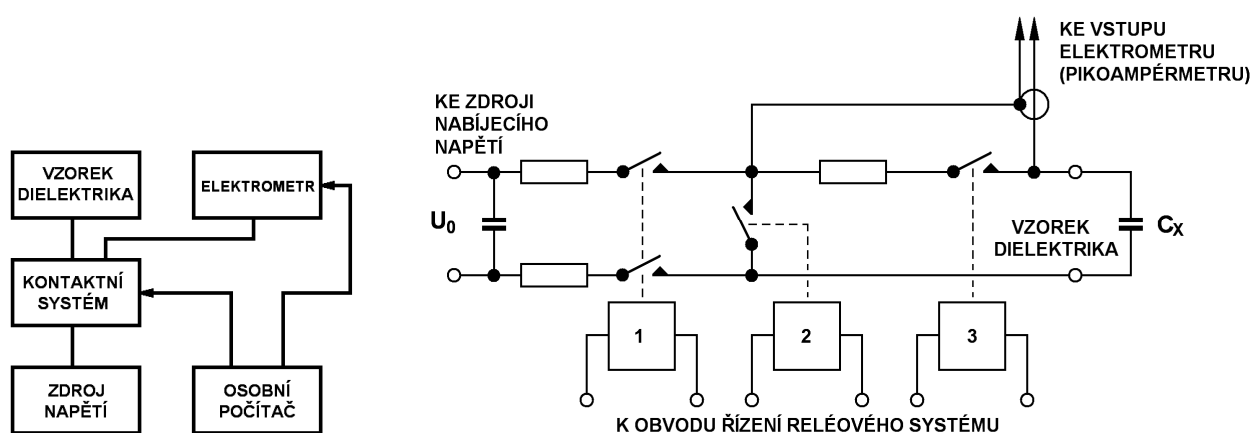
- Studium vlastností a použití derivátů celulózy z literatury.
- Realizace měřicího pracoviště umožňujícího záznam dat v časové oblasti a jeho řízení prostřednictvím osobního počítače.
- Výzkum směřující ke zdokonalení měřicí aparatury s požadavkem co největšího potlačení šumu v měřeném signálu.
- Ověření funkčnosti zařízení.
- Získání souboru dat na základě opakovaných měření karboxymethylcelulózy (KMC).
- Zpracování získaných dat v časové oblasti aplikováním matematických metod pro potlačení šumu; použití metod matematické statistiky.
- Převod upravených dat do frekvenční oblasti pomocí Fourierovy transformace.
- Doplnková měření zkušební vzorku ve frekvenční oblasti i v širším teplotním rozsahu.

4 EXPERIMENTÁLNÍ PRÁCE

4.1 MĚŘICÍ OBVOD DRS V ČASOVÉ OBLASTI

V této kapitole se pojednává o provedení měřicí aparatury DRS v časové oblasti. Zmíněny budou obvyklé obvodové koncepce a dále vyvinuté koncepce v rámci řešení této práce. Kromě časové náročnosti celého měření (1 s až 1 den) činí další potíže charakter a úroveň měřených signálů. Měřené proudy mají zpočátku velkou strmou poklesu v čase a úroveň měřených proudů jsou velmi malé (zlomky pA). Jedná se tedy o stejnosměrná měření nízkých úrovní elektrických veličin velmi náchylná na okolní elektromagnetické rušení.

Původní měření byla provedena s třírelovým kontaktním systémem (se čtyřvodičovým připojením vzorku), umožňujícím měření i nabíjecích proudů dielektrik. Blokové schéma pracoviště uvedené na obr. 4 v podstatě odpovídá základnímu principu měření dle kap.2.



Obr. 4 Blokové schéma pracoviště TDRS, měřicí obvod se čtyřvodičovým připojením

Jak již z předchozího popisu vyplývá, pro realizaci měření DRS v časové oblasti potřebujeme z praktických důvodů číslicově ovladatelný elektrometr, který umožňuje celý měřicí proces automatizovat prostřednictvím běžného osobního počítače nebo speciálního měřicího terminálu s potřebným komunikačním rozhraním. Jako řídicí software bylo použito programovací prostředí Agilent VEE Pro [44]. Blokové schéma zapojení pracoviště a obvodové řešení měření TDRS na obr. 4 je koncepce, jež umožňuje měřit vybíjecí proud jediného zkoumaného dielektrika. Měřeným objektem může být vzorek dielektrika umístěný ve zvoleném typu elektrodového systému, případně samotný vzorek dielektrika opatřený nanesenými elektrodami a mechanickým upevněním. Provedení elektrodového systému, včetně dalších částí měřicího obvodu musí vyhovovat požadavkům dobrého stínění i odolnosti propojení vůči okolním rušivým signálům.

Pro nabíjení měřeného dielektrického vzorku je určen stabilizovaný napájecí zdroj. S výhodou můžeme využít vestavěný pomocný napájecí zdroj elektrometru, máme-li k dispozici takto univerzální přístroj. V případě, že nás zajímá měření pouze vybíjecích proudů při odpovídajících malých nabíjecích napětích, neklademe na provedení napájecího zdroje zvýšené požadavky. V těchto případech postačí běžný stabilizovaný laboratorní napájecí zdroj. Pokud však potřebujeme měřit i časový průběh nabíjecího proudu dielektrik, musíme věnovat zvýšenou pozornost i napájecímu zdroji, především z hlediska šumu a zvlnění napětí na jeho výstupních svorkách. Nedílnou součástí měřicí aparatury TDRS je kontaktní systém. Ten zprostředkovává přepojení obvodu mezi režimy nabíjení a vybíjení vzorku dielektrika. Kontaktní systém bývá

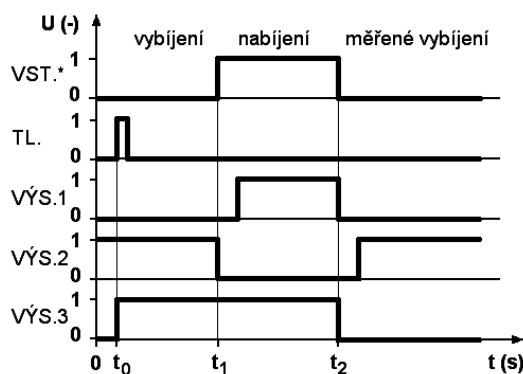
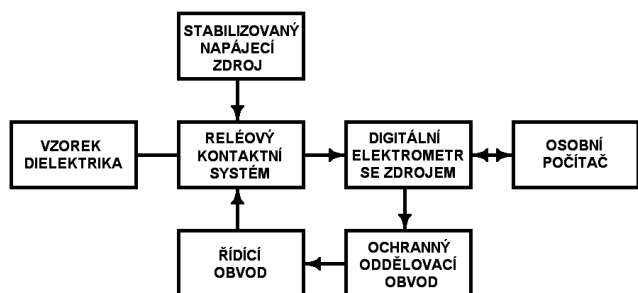
obvykle konstruován na bázi mechanických kontaktů, s využitím speciálních typů relé; vývody kontaktních výstupů relé nesmí být izolovány nebo procházet nevhodným typem dielektrika s velkými ztrátami nebo permitivitou. U měření TDRS navržených pro sejmутí průběhů vybíjecích proudů s dobou trvání řádově pod 1 sekundu se lze setkat s náhradou mechanického kontaktního systému elektronickými spínači využívajícími unipolární tranzistory. Výhodou je rychlost a preciznost spínacího děje; jistou daň však tvoří parametry elektronického spínače mimo okamžik přepínacího procesu. Jedná se především o odpory elektronického spínače v sepnutém i rozepnutém stavu, a také o parazitní kapacity vývodů spínače vzájemně mezi sebou a též vůči řídicím ovládacím vstupům.

Základní provedení obvodové koncepce měření TDRS se řešilo dle možností přístrojového vybavení. Na našem pracovišti je k dispozici programovatelný elektrometr Keithley 617 včetně potřebného hardwarového i softwarového zázemí. Jedná se o vysoce citlivý přístroj obsahující i pomocný zdroj napětí [27]. Elektrometr disponuje měřicími rozsahy proudu 2 pA až 20 mA s citlivostí 100 aA na nejnižším rozsahu. Pomocný stabilizovaný zdroj umožňuje nastavit a využít stejnosměrné napětí v rozsahu -100 až +100 V s krokem 50 mV při proudové zatížitelnosti do 2 mA. Elektrometr Keithley 617 se používá v režimu měření proudu, vestavěný napájecí zdroj elektrometru lze využít jako zdroj energie pro nabíjení vzorku dielektrika.

Pro dosažení výhodnějších šumových poměrů v měřeném systému byl však použit pro přepínání obvodu reléový kontaktní systém zapojený dle obr. 4. Reléový kontaktní systém je u tohoto pracoviště tvořen třemi jazýčkovými relé, přičemž jedno z nich musí obsahovat kompletní pár spínacích kontaktů, ostatní postačí s jedním spínacím jazýčkovým kontaktem. Všechna relé se nachází ve stíněné tlustostěnné kovové skříňce (s tloušťkou stěn cca 1,5 mm), upevněna na izolační nosné destičce z teflonu. Obvodové řešení kontaktního systému obsahuje ještě několik ochranných rezistorů a blokovací kondenzátor pro přivedené nabíjecí napětí vzorku. Pomocné rezistory chrání jazýčkové kontakty relé před trvalým znehodnocením nadměrným proudovým přetížením, neboť tento typ kontaktů je na tyto jevy velmi choulostivý; částečně se jedná i o ochranu vstupu elektrometru před nechtěným přivedením tvrdého napájecího napětí. Popisované situace vznikají při jednoduchém ručním řízení reléového systému mechanickým spínačem, kdy může dojít v důsledku časových prodlev spínání relé či nepřesnosti jejich ručního ovládání ke krátkodobému současnému sepnutí několika relé v jeden okamžik.

Pro zajištění potřebné automatizace, aby pracoviště v potřebné míře ovládal osobní počítač, byl vyvinut řídicí obvod zajišťující řádné přepínání kontaktního reléového systému (viz obr.5). V ideálním případě potřebujeme tři odděleně ovladatelné výstupní logické signály, jimiž by byl ovládán reléový systém. Pro základní potřebu přepínání mezi nabíjením a vybíjením dielektrického vzorku by mohl postačit pouze jediný logický signál. Potřeba až tří logických signálů, které budou přes výkonový prvek napájet cívky relé, se odvíjí podle rozšířených požadavků na měřicí systém.

Měřicí proces i další automatizovanou činnost měřicího systému lze rozdělit postupně do tří fází. V první fázi jsou elektrody vzorku dielektrika spojeny nakrátko, aby se dosáhlo definované vybití před měřením. Ve druhé fázi se vzorek nabíjí připojením na zdroj stejnosměrného napětí; v této fázi se obvykle neměří nabíjecí proud pro účely přesného měření DRS, ale pokud to aparatura umožní, lze měřit i nabíjecí proud a tato data použít jednak pro kontrolu aktuálního měření v jeho průběhu i poté, a případně také pro získání dielektrických dat dalším způsobem (tj. po výpočtu funkce poklesu při znalosti či odhadu vodivostního proudu dielektrika). Až poslední třetí fáze měřicího procesu tvoří samotné přímé měření vybíjecího proudu dielektrika.



Obr. 5 Blokové schéma pracoviště TDRS a časové průběhy řídicího obvodu

V prvních dvou fázích systému přizpůsobíme zapojení vybíjení i nabíjení dielektrika do podoby bez sériově zařazeného pikoampérmetru. Dále je třeba zajistit bezpečnostní časové prodlevy a správnou časovou souslednost spínání relé, aby nemohlo dojít ke zkratu napájecího zdroje či krátkodobému připojení měřeného dielektrika nakrátko mimo obvod pikoampérmetru těsně před začátkem měření vybíjecího proudu. Dle provedené rozvahy nad časovými stavy kontaktů reléového systému můžeme tvrdit, že potřebujeme buď tři logické signály nezávisle na sobě ovladatelné z osobního počítače nebo alespoň jeden logický signál, z něhož se pomocným obvodem vytvoří tři logické signály potřebného časového průběhu (obr. 5), neboť jejich souslednost je pro daný účel předem známa a neměnná.

Na základě provedených experimentů i možností na našem pracovišti bylo rozhodnuto ovládat reléový systém jediným logickým signálem, z něhož se speciálním obvodem vytvoří tři logické signály potřebných časových souvislostí pro přímé řízení relé. Z důvodu snadného získání jednoho logického signálu pro ovládání relé prostřednictvím řídicího obvodu se využila upravená koncepce základního měřicího systému s elektrometrem Keithley 617. Jednobitový logický signál byl nakonec „uměle“ vytvořen z výstupu napěťového zdroje elektrometru, jenž lze řídit po sběrnici GPIB totožným způsobem (tj. příslušnými programovacími příkazy) jako měřicí část elektrometru. Napětí zdroje blízké hodnotě 10 V bude představovat signál úrovně logické jedničky (log. 1), napětí blízké nule úroveň logické nuly (log. 0). Nabíjení vzorku dielektrika musí zajistit další stabilizovaný napájecí zdroj s výstupem galvanicky odděleným od ostatních částí měřicího obvodu.

Blokové schéma měřicího systému TDRS s ovládáním relé pomocí napěťového zdroje elektrometru ukazuje obr. 5. Řídicí osobní počítač vhodné konfigurace zde přes komunikační sběrnici GPIB plně ovládá elektrometr Keithley 617 nebo teoreticky libovolný jiný citlivý přístroj obdobného technického provedení. Počítač realizuje i přenos a ukládání přímo měřených dat z elektrometru. Měřeným objektem může být vzorek dielektrika umístěný ve zvoleném typu elektrodového systému. Pro nabíjení měřeného dielektrického vzorku je určen stabilizovaný napájecí zdroj; jedná se o další samostatný napájecí zdroj, nikoliv o univerzální zdroj integrovaný v použitém elektrometru. Provedení elektrodového systému včetně dalších částí měřicího obvodu musí vyhovovat požadavkům dobrého stínění i odolnosti propojení vůči okolním rušivým signálům. Pro tento popis uvažujeme použití tříreléového kontaktního systému se čtyřvodičovým připojením vzorku. Tento obvod obecně zprostředkovává přepojení systému mezi režimy nabíjení a vybíjení vzorku dielektrika; výstup určený pro připojení pikoampérmetru se propojuje se vstupem elektrometru speciálním nízkošumovým stíněným kabelem, dodávaným výrobcem přístroje.

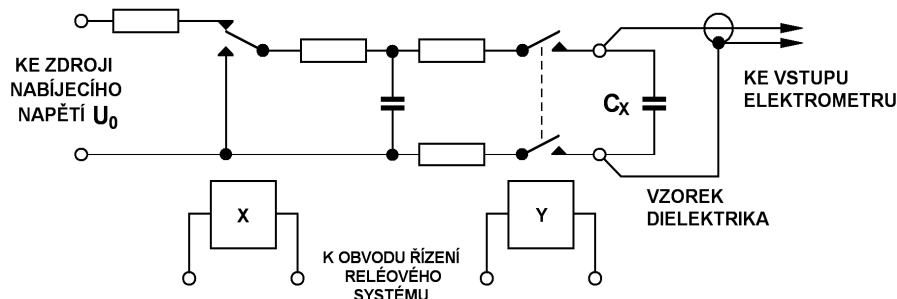
Obvod řízení reléového přepínacího systému umožňuje řídit tříreléový i jiný obdobný kontaktní systém, přičemž jediným vstupním řídicím logickým signálem je upravený napěťový výstup z elektrometru a výstupem řídicího obvodu jsou následně tři logické signály s úrovněmi

určenými pro připojení cívek ovládacích relé. Ochranný oddělovací obvod naznačený v blokovém schématu realizuje galvanické oddělení a převod hodnoty napětí zdroje elektrometru na logický signál; obvod obsahuje na vstupu Graetzův usměrňovač, rezistorový dělič napětí a ochrannou Zenerovu diodu. Uvedené prvky řídí tranzistor typu MOSFET a chrání celý obvod i pro případ, že by došlo k mylnému nastavení plného napětí zdroje elektrometru (tj. 100 V). Galvanické oddělení zajišťuje relé; stav jeho spínacího kontaktu udává logickou úroveň řídicího signálu, který se tímto přivádí do bloku řízení relé. Při napětí zdroje elektrometru 10 V je kontakt relé sepnut, což odpovídá úrovni log. 1. Časové průběhy logických úrovní vstupních a výstupních signálů obvodu řízení relé ukazují obr. 5. Sepnutí kontaktního výstupu ochranného obvodu je značeno signálem „VST.“ s hodnotou log. 1, což je vstupní signál pro obvod řízení relé. Obvod řízení relé je zapotřebí před měřicím cyklem uvést do definovaného stavu použitím tlačítka, viz signál „TL“. Ostatní signály v časovém diagramu značí jednotlivé tři výstupy pro připojení relé přepínacího kontaktního systému měření TDRS.

Řídicí obvod relé je realizován na bázi běžných integrovaných obvodů – čtyř časovačů 555 v bipolárním provedení a pomocných obvodů z diskretních součástek; tři časovače plní zjednodušenou funkci komparátoru s hysterezí, poslední časovač slouží jako klopný obvod R-S kvůli získání prvku s pamětí. Jak bylo uvedeno výše, přípravek umožňuje připojení třireléového systému případně dalších kontaktních systémů, a zamezuje bezpečnostními časovými prodlevami nežádoucím přechodným stavům v okamžiku přepínání systému.

Na základě dříve provedených úvah byl vyvinut modifikovaný kontaktní systém, který využívá všechny možnosti použitého elektrometru na maximum. Cílem se stalo splnění požadavku, aby během měření vybíjecího proudu byly vstupní svorky elektrometru (pracujícího právě v režimu pikoampérmetru) připojeny přímo na vývody měřeného vzorku dielektrika, přičemž každý z těchto uzlů zapojení musí být zároveň připojen jen již na jeden vývod kontaktu jazýčkového relé. Vývody relé směrem k měřenému vzorku dielektrika musí být vhodně upraveny, aby během aktivního měření plnily funkci skleněného izolátoru. Vzorek dielektrika bude u těchto měření realizován jako samostatný dvouelektrodový systém s vývody, které zastoupí i funkci mechanického upevnění vzorku. Každý měřený vzorek tvoří tedy kruhový výřez ze zkoumaného dielektrika v provedení tenké fólie; na tuto fólii se nanese stříbrná nebo grafitová pasta a jejím prostřednictvím se vzorek nakontaktuje přívodními vodiči. Vzhledem k jemné mechanické konstrukci se použily pro připojení tenké smaltované měděné vodiče nebo vysokofrekvenční lanka. Konce vodičů byly před samotným kontaktováním pomocí použité pasty pocínovány. Takto lze provést připojení vzorku na vývody relé a samotný vzorek přitom zůstane umístěný volně v prostoru mechanicky nesen pouze přívodními vodiči.

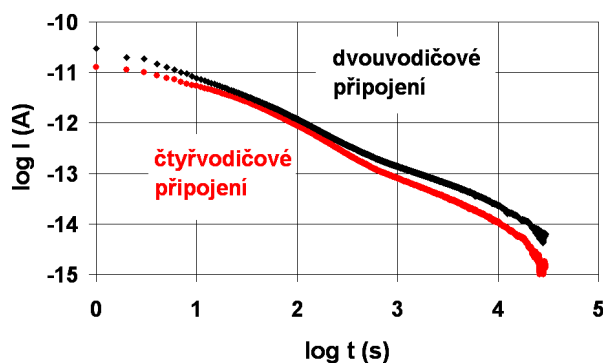
Zmíněné řešení po stránce elektrické maximálně eliminuje parazitní kapacity mezi okolím a měřeným objektem. Výsledná podoba modifikovaného kontaktního systému se dvěma relé pro měření TDRS je uvedena na obr. 6. Relé ve schématu s označením „Y“ je experimentálně upravené jazýčkové relé s párem spínacích kontaktů; vývody kontaktů relé původně vedoucí do plastového krytu byly nyní vyvedeny přímo z jazýčkových kontaktů, tj. jsou zapuštěny ve skleněné baňce (navazující přivařený vývod procházející plastovým krytem byl odstraněn). Měřený vzorek dielektrika s nanesenými elektrodami a opatřený přívody se nyní připojuje přímo na vývody jazýčkového relé a paralelně do tohoto bodu zapojení se připojí vstupní stíněný kabel elektrometru (dvouvodičovým způsobem). Toto relé je do obvodu řízení relé připojeno na třetí výstup. První relé „X“ ve schématu připojené na výstup 2 řídicího obvodu zajišťuje definované vybití vzorku před měřením.



Obr. 6 Blokové schéma pracoviště TDRS a časové průběhy řídicího obvodu

Zapojení obsahuje navíc ochranné rezistory pro případ selhání řídicího obvodu nebo samotných kontaktů relé. Toto řešení nutně vyžaduje použití univerzálního elektrometru, který musí být v prvních dvou fázích měření přepnut do režimu voltmetru s vysokou vstupní impedancí, kdy prakticky neovlivňuje měřený obvod. Vylepšené zapojení kontaktního systému též z principu neumožňuje měřit nabíjecí proud dielektrika. Některé původní funkce prvního navrženého kontaktního systému vlastně částečně zastoupily interní obvody (univerzálního) elektrometru, které nyní provádějí bezpečným způsobem přepnutí elektrometru mezi režimem pikoampérmetru a voltmetru. Opakovaným měřením provedeným za stejných podmínek na jednom dielektrickém vzorku bylo ověřeno, že aparatura se dvěma relé vykazuje naměřený průběh proudu v čase s nepatrně vyššími hodnotami. To by mohlo být objasněno menšími svodovými proudy tekoucími přes parazitní kapacity mezi vnitřním vodičem vstupního kabelu elektrometru a signálovou zemí, jež byla původně rozvedena do více míst.

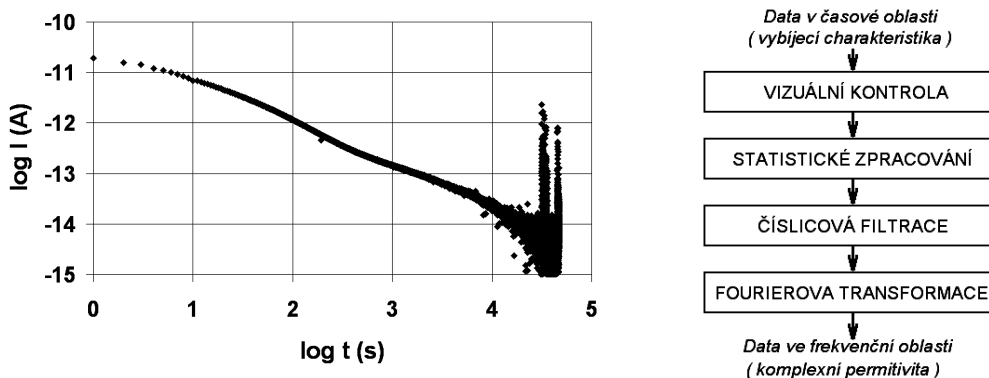
Diskutované výhodnější parametry měřicího systému s dvouvodičovým připojením vzorku ilustruje obr. 4.17. Zkušební vzorek dielektrika karboxymethylcelulózy (blanózy E [2]) byl postupně proměřen v původní a poté vylepšené aparatuře, a to vždy devětkrát opakovaně. Měření proběhlo v laboratoři dielektrické relaxační spektroskopie na ústavu fyziky FEKT VUT Brno bez dodatečného zajištění stabilizace teploty a vlhkosti; doba vybíjení před měním i doba nabíjení vzorku se činila 5 hodin. Z původní čtyřvodičové připojené (tříreléové) aparatury byly použity naměřená data z období 10. – 23. 2. 2008. Z aparatury modifikované (dvoureléové) se použila data z období 18. 3. – 9. 4. 2008, přičemž u této aparatury byla selektivně vybrána ta měření, v jejichž závěru se relativní vlhkost v měřeném prostoru blížila shodné hodnotě asi 25 %. Za zmínku stojí skutečnost, že obě srovnávané charakteristiky nejsou již přímo měřené průběhy. Každý dílčí měřený průběh vybíjecího proudu byl upraven dle postupu popsaného v následující kapitole pro potlačení poruch a šumu v získaném signálu. Všech devět vyhlazených průběhů pro každý typ měřicího systému bylo poté zprůměrnováno s použitím statistické funkce medián. Tímto postupem se potlačily možné vlivy nestejných podmínek měření, jako např. teploty a relativní vlhkosti.



Obr. 7 Srovnání výsledků měření TDRS oběma aparaturami

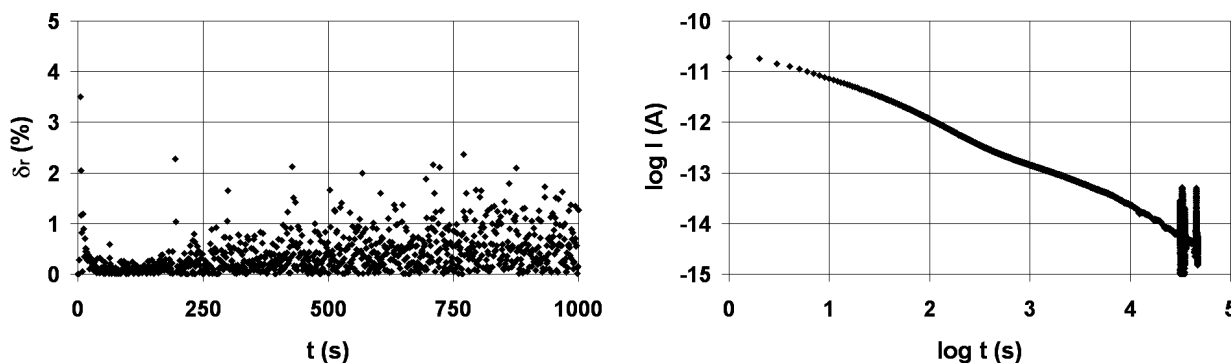
4.2 ÚPRAVA MĚŘENÝCH SIGNÁLŮ

V rámci experimentů byla navržena i metodika statistického zpracování již získaných signálů v časové oblasti pro potlačení míry obsaženého šumu ještě před převodem do oblasti frekvenční. Blokové schéma obecného postupu úprav signálů TDRS včetně reálně změřeného průběhu vybíjecího proudu dielektrika je na následujícím obrázku.



Obr. 8 Přímě měřený průběh vybíjecího proudu a obecná metodika úprav signálů

Konkrétní dielektrický vzorek karboxymethylcelulózy mimo jiné posloužil také jako nástroj pro ověření účinnosti dále popsaných úprav. Na tomto místě je nutné zdůraznit, že nezbytným prvkem v průběhu provádění statistických úprav signálu je jeho optická kontrola (uživatel) s ohledem na možné hrubé chyby zapříčiněné měřením nebo nevhodnými parametry následného zpracování. V prvním kroku zpracování se ze signálu vyřadí měřené vzorky proudu ležící mimo zvolené toleranční pásmo, tj. zatížené pravděpodobně hrubou chybou během měřicího procesu.

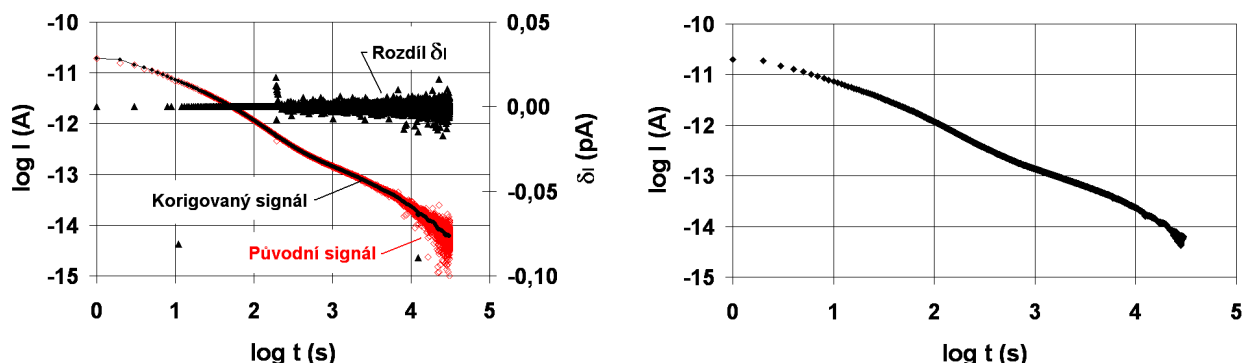


Obr. 9 Relativní odchylka měřených vzorků proudu, konkrétní upravený průběh

Pro každý vzorek měřeného proudu v čase je vypočtena jeho relativní odchylka od průměru čtyř „okolních“ vzorků. Každý vzorek s odchylkou větší než 1 % se nahradí aritmetickým průměrem okolních vzorků; tato náhrada se aplikuje na počáteční část signálu (do 1000 s). Každý vzorek proudu nyní upraveného signálu se nadále podrobí statistické funkci medián; tímto způsobem se potlačí v průběhu celého signálu vliv méně četných poruch signálu s vysokými či příliš nízkými hodnotami – výsledek úprav pro jeden signál viz obr. 9.

Níže uvedený obr. 10 ukazuje výsledný efekt úprav jediného signálu včetně chybového rozdílového signálu; na pravé straně obrázku je zobrazen výsledek statistického průměru medián z devíti opakovaných měření (za shodných podmínek) a upravených nejprve samostatně výše

popsaným postupem. Z důvodu limitované účinnosti statistických úprav signálu byla na základě provedené optické kontroly malá část dat na konci průběhu odstraněna.



Obr. 10 Souhrnné zobrazení výsledku úprav signálu a průměr opakovaných měření

4.3 PŘEVOD DIELEKTRICKÝCH DAT DO FREKVENČNÍ OBLASTI

Následující rovnice vyjadřují základní transformační vztah mezi časovou a frekvenční oblastí pro vzájemný převod dielektrických dat v oblasti dielektrické relaxační spektroskopie, včetně doplnění o výpočty jednotlivých složek komplexní permitivity. Z důvodu povahy dielektrických dat v časové oblasti je však před aplikací převodu dat standardní Fourierovou transformací nezbytně upravená vstupní data prodloužit exponenciálně klesající funkcí, aby závěrečná část převáděného signálu neobsahovala výrazný skok v důsledku omezené doby měření. Základní rovnice převodu dielektrických dat z oblasti časové do frekvenční (6) po vyjádření jednotlivých složek komplexní permitivity nabude tvaru:

$$\varepsilon'(\omega) = \varepsilon_{\infty} + (\varepsilon_s - \varepsilon_{\infty}) \cdot \int_0^{\infty} \varphi(t) \cdot \cos(\omega t) dt , \quad (7)$$

$$\varepsilon''(\omega) = (\varepsilon_s - \varepsilon_{\infty}) \cdot \int_0^{\infty} \varphi(t) \cdot \sin(\omega t) dt . \quad (8)$$

Z praktických důvodů musí být přesně definován vztah mezi funkcí poklesu $\varphi(t)$ a funkcí danou vybíjecím proudem dielektrika. V případě vybíjecího proudu dielektrik $i_{\text{DEPOL}}(t)$ je funkce poklesu přímo úměrná závislosti vybíjecího proudu dielektrika:

$$(\varepsilon_s - \varepsilon_{\infty}) \cdot \varphi(t) = \frac{i_{\text{DEPOL}}(t)}{C_0 \cdot U_0} , \quad (9)$$

kde U_0 je velikost nabíjecího napětí vzorku a C_0 je geometrická kapacita vzorku dielektrika. Geometrická kapacita je veličina, která vyjadřuje kapacitu zkoumaného elektrodového systému s dielektrikem v situaci, kdy by samotné dielektrikum bylo nahrazeno vakuem. Pro jednoduchý elektrodový systém měření dielektrického vzorku v podobě deskového kondenzátoru se geometrická kapacita vzorku určí jako kapacita vakuového kondenzátoru stejných rozměrů (plochy S a tloušťky d) jako zkoumané dielektrikum, s odpovídající relativní permitivitou $\varepsilon_r = 1$:

$$C_0 = \varepsilon_0 \cdot \frac{S}{d} . \quad (10)$$

Při uvažování nabíjecích proudů dielektrika by bylo nutné před provedením výše uvedeného výpočtu eliminovat vodivostní proud dielektrika, jenž vykazuje v dané závislosti téměř konstantní hodnotu. Konkrétním vyjádřením funkce poklesu z průběhu vybíjecího proudu se již obdrží výsledné praktické vztahy pro výpočet obou složek komplexní permitivity jako funkce kmitočtu f :

$$\varepsilon'(f) = \varepsilon_{\infty} + \frac{1}{C_0 \cdot U_0} \cdot \int_0^{\infty} i_{\text{DEPOL}}(t) \cdot \cos(2\pi \cdot f \cdot t) dt , \quad (11)$$

$$\varepsilon''(f) = \frac{1}{C_0 \cdot U_0} \cdot \int_0^{\infty} i_{\text{DEPOL}}(t) \cdot \sin(2\pi \cdot f \cdot t) dt . \quad (12)$$

Praktický problém aplikace transformačních vztahů však spočívá v potřebě znalosti optické permitivity ε_{∞} , případně i statické permitivity ε_s pro přesný výpočet relativní permitivity ε' . Potřebné hodnoty permitivity zkoumaného vzorku pro mezní hranice frekvencí jsou v běžných podmínkách obtížně měřitelné či odhadnutelné bez neúměrně vysoké odchylky ve srovnání se skutečnými parametry.

Vzhledem k vyšší početní náročnosti převodu dielektrických dat běžnou Fourierovou transformací i při použití výpočetní techniky vznikla v minulosti řada zjednodušených matematických postupů pro převod dielektrických dat. Výhodou je zpravidla jednoduchost a rychlost výpočtů, nevýhodou horší přesnost.

K nejpoužívanějším metodám rychlého přibližného výpočtu dielektrického spektra v oblasti měření TDRS patří **Hamonova aproximace**. Tato aproximace vychází z předchozího předpokladu, že funkce dielektrických dat (vybíjecího proudu) v časové oblasti je dána s vysokým stupněm podobnosti mocninnou funkcí. Z důvodu dalšího usnadnění výpočtů je však doplněna podmínka pro exponent této mocninné funkce, aby ležel v požadovaném intervalu:

$$i_{\text{DEPOL}}(t) = K \cdot t^{-s} , \quad s \in (0,3;1,2) . \quad (13)$$

Za předpokladu uvedené podmínky již platí užitečné zjednodušení pro převod mezi měřeným časovým okamžikem a odpovídajícím bodem na kmitočtové ose po přepočtu měřené hodnoty Hamonovou aproximací do frekvenční oblasti [2]:

$$t = \frac{0,61}{\omega} = \frac{0,1}{f} , \quad (14)$$

$$\varepsilon'(f) = \varepsilon_{\infty} + \frac{\gamma_A \left(t = \frac{1}{2\pi \cdot f} \right)}{2\pi \cdot f \cdot \varepsilon_0} \cdot \Gamma(1-s) \cdot \sin \frac{s\pi}{2} , \quad (15)$$

$$\varepsilon''(f) = \frac{\gamma_A \left(t = \frac{1}{2\pi \cdot f} \right)}{2\pi \cdot f \cdot \varepsilon_0} , \quad (16)$$

kde γ_A je absorpční konduktivita dielektrika při nabíjení s potlačením vlivu vodivostního proudu:

$$\gamma_A(t) \cong \frac{i_{\text{DEPOL}}(t) \cdot \varepsilon_0}{C_0 \cdot U_0} \quad (17)$$

Obdobně jako při použití standardní Fourierovy transformace i zde vznikají potíže při určení relativní permitivity aplikací složitějšího výpočtu a potřebou znát hodnotu optické permitivity.

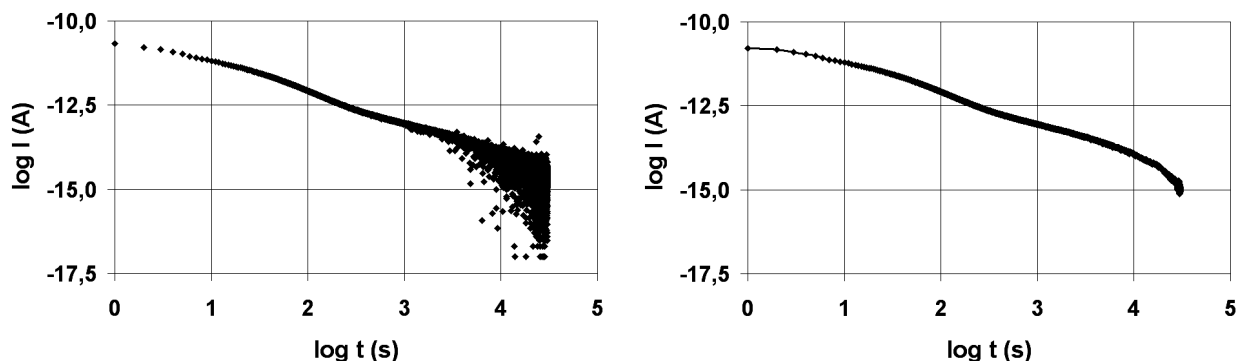
5 VÝSLEDKY

Tato kapitola obsahuje souhrn výsledků daného dielektrického materiálu měřený metodou dielektrické relaxační spektroskopie v časové oblasti při pokojové teplotě a doplňkově ve frekvenční oblasti s využitím kryostatického systému pro zajištění širšího a zároveň definovaného teplotního rozsahu měření. Všechna měření byla opakovaně prováděna na vzorcích karboxymethylcelulózy (KMC) Blanózy E (Herkules – Aqualon) v podobě fólie tloušťky 16 μm . Pro účely dielektrických měření v časové oblasti a stejně tak měření ve frekvenční oblasti do kmitočtu 1 MHz byl použit vzorek s nanesenými grafitovými elektrodami o průměru 19 mm, přičemž tyto elektrody byly opatřeny vývody. Pro měření na vysokofrekvenčním analyzátoru s použitím experimentální aparatury dostupné na Univerzitě Augsburg [35] se vytvořil kruhový vzorek s nanesenými elektrodami (bez připojených vodičů) ze stříbrné pasty o průměru 5 mm.

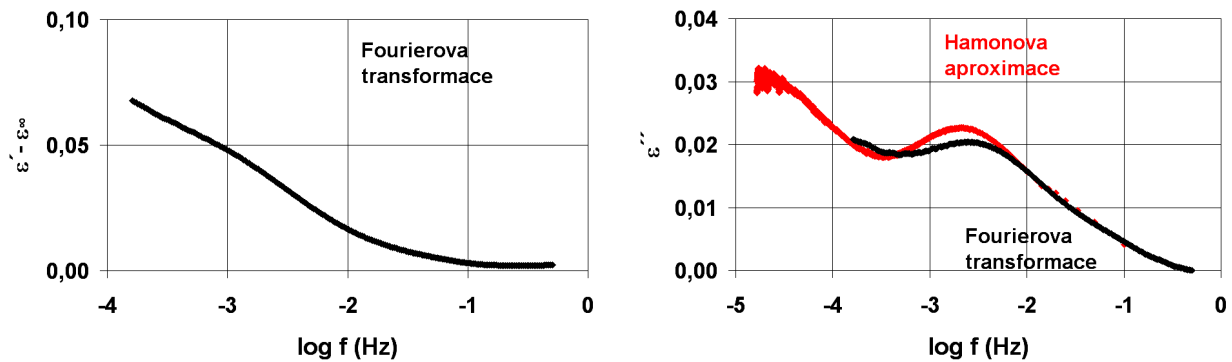
5.1 POROVNÁNÍ VLIVU PROVEDENÍ APARATURY

Tato kapitola obsahuje výsledky opakovaných měření provedených na obou typech vyvíjených aparatur měření vybíjecích proudů dielektrik. Jedná se o aparaturu se čtyřvodičovým připojením vzorku (tříreléovou) a o aparaturu s dvouvodičovým připojením vzorku (dvoureléovou), jejichž konkrétní obvodová řešení byla podrobně rozebrána v kapitole 4.1. Pro každý typ aparatury bylo vybráno v rámci srovnání pět opakovaných průběhů naměřených při co nejvíce se shodujících okolních podmínkách. Nejprve je vybrán jediný průběh ze všech pěti měření, na němž se aplikuje dříve ověřený postup zpracování. Tentýž postup se aplikuje na statistický průměr (medián) všech opakovaných měření.

Následující obrázky níže ukazují výsledky měření aparatury se čtyřvodičovým připojením vzorku realizované dle schématu na obr. 4. Měřený vzorek KMC byl upevněn v držáku a v tomto uspořádání umístěn ve stíněné skříňce. Původní aparaturou se čtyřvodičovým připojením vzorku bylo provedeno celkem 16 opakovaných měření. Pro toto zpracování se vybralo pět průběhů, které vykazovaly co nejmenší vzájemné odchylky, neboť teplota a relativní vlhkost u těchto měření nebyla ještě sledována.



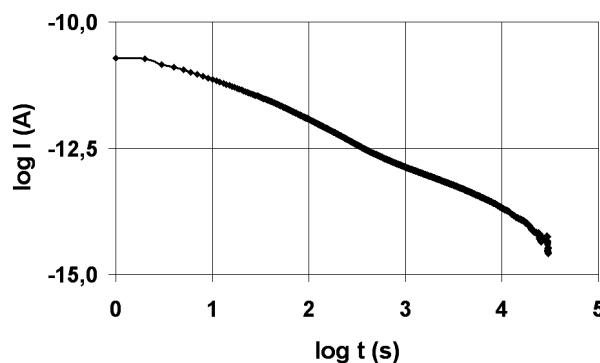
Obr. 11 Přímě měřený průběh vybíjecího proudu KMC a upravený průběh



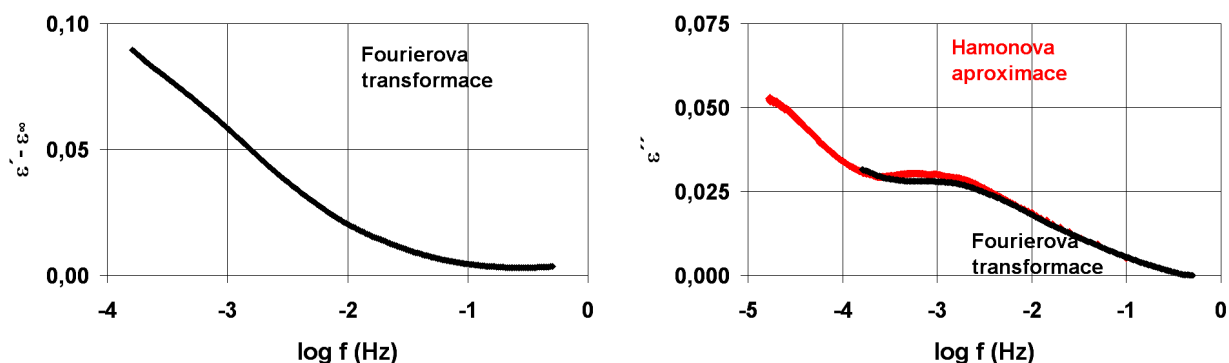
Obr. 12 Frekvenční průběh relativní permitivity a ztrátového čísla KMC

Z provedeného měření a zpracování dat na základě zjištěného dielektrického spektra lze konstatovat, že měřený vzorek vykazuje prokazatelné relaxační maximum na kmitočtu cca 2,5 mHz, dle uvažované varianty provedené Fourierovy transformace. V rámci práce byly provedeny výpočty komplexní permitivity průměru pěti vybraných průběhů; zjištěné relaxační maximum v tomto konkrétním případě vykazovalo zcela minimální odchylky od výsledků uvedených na obr. 12.

Následující níže ukázaná měření byla provedena na vyvinuté aparatuře s dvou vodičovým připojením vzorku dle obr. 6. Měřený vzorek KMC již nebyl upevněn v držáku, ale svými vývody byl (přiletováním) připojen na upravené vývody kontaktů jazýčkového relé. Vzorek byl takto ponechán volně v prostoru stíněné skříňky tak, aniž by se jakkoliv dotýkal vnitřních komponentů aparatury či stínění. Pro účely srovnání výsledků měření oběma typy aparatur byla vybrána opakovaná měření provedená opět za přibližně shodných podmínek. Díky již prováděné kontrole relativní vlhkosti a teploty na pracovišti bylo vybráno pět průběhů započatých při relativní vlhkosti blízké hodnotě 25 % a zároveň přitom co nejvíce podobných tak, aby se tyto průběhy co nejvíce přibližovaly hodnotami vybíjecího proudu v rámci měřených časů. Obrázky níže se vztahují ke statistickému průměru medián vybraných měření.



Obr. 13 Statistický průměr medián pěti měření dle výběru

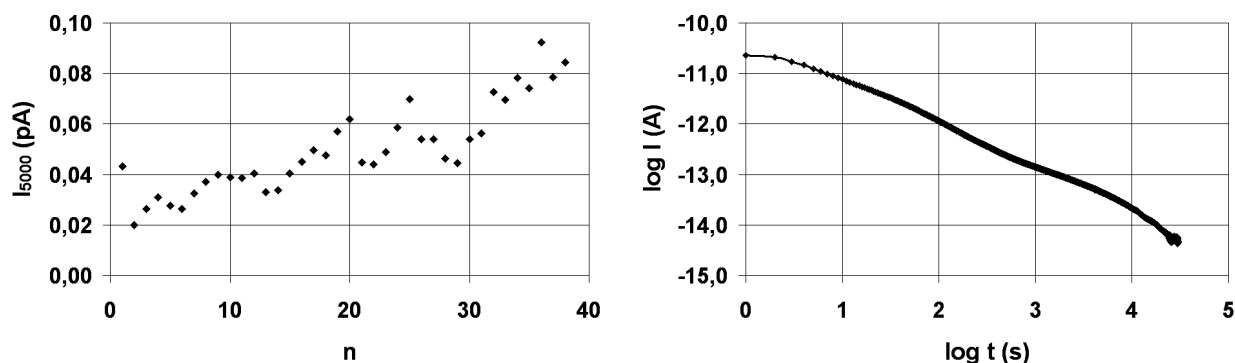


Obr. 14 Frekvenční průběh relativní permitivity a ztrátového čísla KMC (opakovaná měření)

Provedenými výpočty bylo u daného materiálu KMC zjištěno relaxační maximum, odpovídající kmitočtu cca 1 mHz.

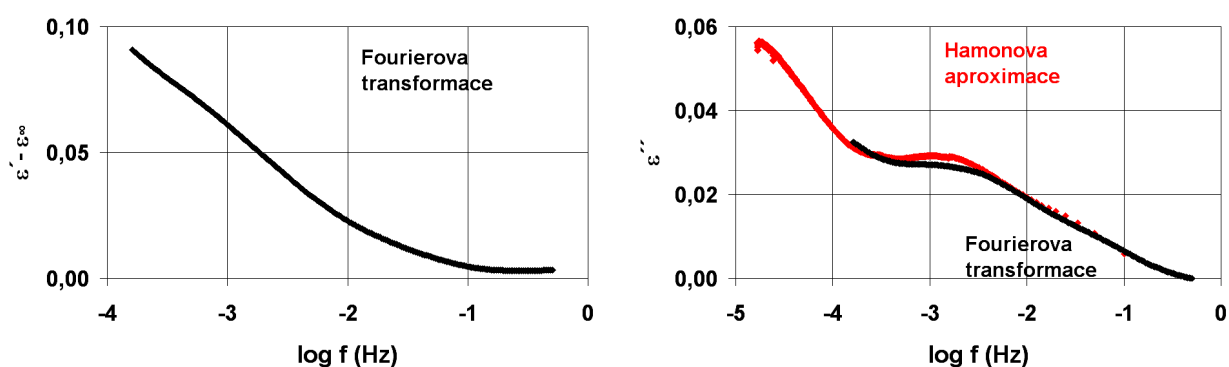
5.2 VÝSLEDKY MĚŘENÍ KMC V ČASOVÉ OBLASTI

Vyvinutou zdokonalenou měřicí aparaturou s dvouvodičovým připojením vzorku bylo provedeno celkem 38 opakovaných měření. V rámci experimentů byla na počátku každého experimentu (tj. počátku fáze definovaného vybití vzorku) kontrolována teplota a relativní vlhkost na měřicím pracovišti. Převážná část naměřených hodnot teplot a relativní vlhkosti však po vyhodnocení nevykazovala žádný dostatečně prokazatelný vztah s hodnotami vybíjecího proudu dielektrika v některých stanovených časech měření. Z důvodu většího počtu naměřených průběhů, které již vykazovaly výraznější vzájemné odchylky, bylo následně stanoveno pro vhodnou selekci průběhů k závěrečnému zpracování následující kritérium. Pro každý naměřený průběh se vypočetla hodnota vybíjecího proudu odpovídající času 5000 s jako aritmetický průměr hodnot celkem 1000 okolních vzorků proudu; okolní hodnoty do průměru byly vzaty z důvodu eliminace malého výsledného šumu, který se vyskytuje v signálu i po provedených matematických úpravách. Na následujícím obrázku je zobrazena závislost zmíněného vybíjecího proudu pro čas 5000 s v závislosti na čísle měření, přičemž časový rozdíl po sobě uvažovaných měření činící 1 až 3 dny nebyl uvažován. Každé po sobě v čase následující měření má přiřazeno index měření n o jednotku vyšší.



Obr. 15 Průběh velikosti proudu I_{5000} po sobě následujících měření a statistický průměr (medián) celkem 28 vybraných časových průběhů vybíjecího proudu dielektrikem

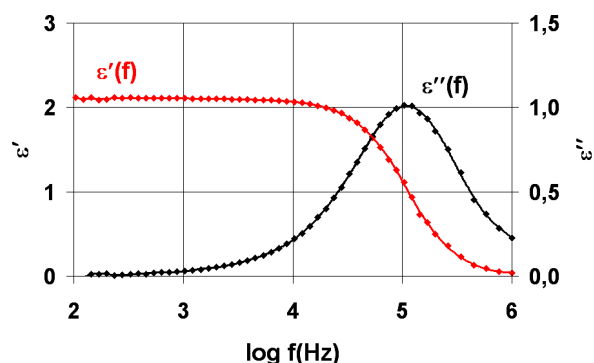
Pro výběr měření provedených za co nejvíce shodných podmínek byla stanovena podmínka, že vybíjecí proud v čase 5000 s se bude hodnotou pohybovat v určitém intervalu. Interval byl zvolen s ohledem na průměr všech sledovaných proudů v čase 5000 s a jejich rozptyl. Průběh proudu vzorkem v diskutovaný čas po sobě jdoucích měření vykazuje prokazatelně rostoucí závislost. Tato závislost může mít více příčin, od proměnných podmínek měření (teploty, relativní vlhkosti) až po procesy spojené s namáháním a tudíž stárnutím vzorku. Z důvodu obav před možnými nevratnými změnami parametrů měřeného vzorku byly vybrány získané průběhy, u nichž zmíněný vybíjecí proud splnil podmínku: $I_{5000} = I(t = 5000 \text{ s}) \in (0,02; 0,06) \text{ pA}$. Na základě stanovené podmínky pro výběr naměřených průběhů vybíjecího proudu bylo z celkového počtu 38 opakovaných měření vybráno 28 měření, u nichž byl měřený proud ve sledovaných časech měření v užším intervalu hodnot a zároveň nepatřil mezi nejvyšší hodnoty proudů vyskytující se u posledních provedených měření (obr. 15). Z těchto celkem 28 měření byl stanoven statistický průměr (medián) z něhož se vypočetly výsledné závislosti komplexní permitivity (obr. 16).



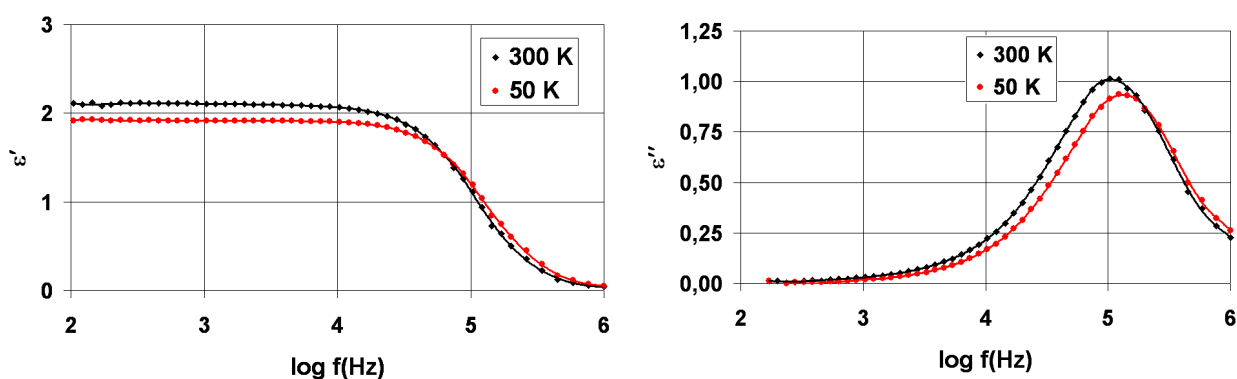
Obr. 16 Frekvenční průběh relativní permitivity a ztrátového čísla (opakovaná měření)

5.3 DOPLNĚNÍ VÝSLEDKŮ O MĚŘENÍ VE FREKVENČNÍ OBLASTI

Zkoumaný vzorek dielektrika (KMC) byl pro doplnění výsledků podroben měření ve frekvenční oblasti aparaturou dostupnou na Ústavu fyziky VUT Brno. Vzorek byl umístěn v kryostatickém systému Janis CCS-400-204 a jako vlastní měřicí zařízení celého systému byl použit frekvenční analyzátor HP 4284A. Výsledky měření teplotní závislosti komplexní permitivity testovaného vzorku KMC vykazovaly velmi nízkou závislost parametrů na teplotě, proto je na následujících obrázcích ukázán nejprve samostatně průběh složek komplexní permitivity pro pokojovou teplotu (300 K) a dále pak porovnání pro dvě teploty ležící prakticky na okraji proměřovaného teplotního pásma, tj. teploty 50 a 300 K. Vzorek byl nejprve měřen v průběhu ochlazování z pokojové teploty po teplotních krocích 50 K, a po dosažení teploty 10 K měření se v průběhu oteplování měření provedla znovu.

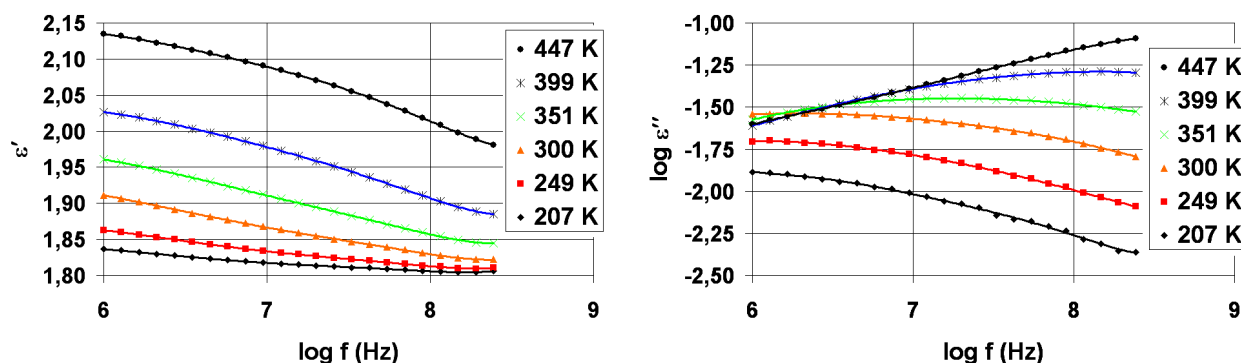


Obr. 17 Frekvenční průběh relativní permitivity a ztrátového čísla při teplotě 300 K



Obr. 18 Frekvenční průběh relativní permitivity a ztrátového čísla při teplotách 50 a 300 K

Následující ukázaná měření byla provedena na výzkumném zařízení Univerzity Augsburg. Zkoumaný vzorek byl v širokém rozsahu teplot proměřen na vysokofrekvenčním analyzátoru HP4291A a přitom byl teplotně stabilizován kryostatickým systémem. Navzdory potížím (způsobeným mechanickými rozměry měřeného vzorku a také experimentální aparaturou včetně kompletního příslušenství jako jsou koaxiální propojovací vedení a konektory, elektrodotový systém pro měření dielektrik v širokém rozsahu kmitočtů i teplot) byl zkoumaný vzorek KMC proměřen v širokém spektru kmitočtů (20 μ Hz – 0,1 Hz aparaturou TDRS a v pásmu 100 Hz – 1,5 GHz aparaturami FDRS). Dohromady se získaly informace o dielektrickém spektru v kmitočtovém rozsahu téměř 20 μ Hz – 250 MHz. Byla pozorována tři relaxační maxima, a to na kmitočtu 10^{-3} Hz o velikosti ztrátového čísla 0,027, na kmitočtu 104 kHz o velikosti 1,014 a slabší relaxační maximum na kmitočtu 2,1 MHz o velikosti ztrátového čísla 0,029.



Obr. 19 Frekvenční průběh relativní permitivity a ztrátového čísla včetně teplotní závislosti

6 ZÁVĚR

V předložené doktorské disertační práci jsou uvedeny výsledky měření dielektrických vlastností KMC, což je derivát celulózy s mnoha oblastmi použití. Řada jeho aplikací, např. jako pojiva v léčivech či lepidla, je založena na elektrostatických interakcích elektrických nábojů v povrchových vrstvách či rozhraních. To je také důvod pro jeho studium elektrickými metodami.

Těžiště DDP spočívá v experimentální části. Předmětem této experimentální části bylo kompletní pořízení časových závislostí vybíjecích proudů kondenzátoru, jehož dielektrikem byl zkoumaný vzorek, včetně zvládnutí velkého rozsahu měřených hodnot ($10^{-16} - 10^{-12}$ A), širokého časového intervalu měření ($1 - 10^5$ s \sim 1 den), s tím souvisejícího velkého počtu vzorků, ošetření vlivů vnějšího rušení, redukce šumu, zpracování výsledků až po finální Fourierovu transformaci a konstrukci dielektrického spektra ve frekvenční oblasti. Uspokojení všech těchto požadavků si v podstatě vyžádalo zcela novou realizaci experimentálního zařízení.

Za přínosy DDP lze považovat především následující:

- pořízení dielektrického spektra KMC ve frekvenčním intervalu 20 μ Hz – 0,5 Hz,
- identifikace relaxačního maxima při teplotě okolí na frekvenci 1 mHz a stanovení jeho parametrů,
- vypracování metodiky potlačování šumu, založené na kombinaci konstrukčních, obvodových i softwarových prvků,
- realizaci experimentálního zařízení včetně manuálu pro jeho užití, které tak může posloužit pro již rutinní měření dielektrických vzorků i dalším uživatelům.

V rámci práce byla získána dielektrická spektra KMC metodou dielektrické relaxační spektroskopie v časové oblasti v kmitočtovém rozsahu 20 μ Hz – 0,5 Hz, kde bylo identifikováno relaxační maximum o frekvenci $f_{\max} = 1$ mHz. Odpovídající časová konstanta tohoto relaxačního maxima při teplotě okolí činila $\tau = 159$ s a ztrátové číslo $\epsilon'' = 0,027$. Pro doplnění výsledků byla také pořízena dielektrická spektra ve frekvenční oblasti dvěma aparaturami v celkovém rozsahu frekvencí 100 Hz – 250 MHz, v nichž vzorek vykazoval dvě prokazatelná relaxační maxima při kmitočtu $f_{\max} = 104$ kHz s odpovídající hodnotou ztrátového čísla $\epsilon'' = 1,014$ a slabší relaxační maximum při kmitočtu $f_{\max} = 2,1$ MHz s velikostí ztrátového čísla $\epsilon'' = 0,029$.

Pro realizaci měření dielektrické relaxační spektroskopie v časové oblasti byla vyvinuta aparatura, která obsahuje speciální obvodové řešení a stínění měřicího obvodu tak, aby se zajistilo maximální možné potlačení rušivých signálů obsažených v signálu užitečném již v průběhu měření. Dále byla vypracována metodika potlačování šumu založená na matematickém zpracování pořízeného souboru dat vybíjecího proudu dielektrik získaného přímým měřením. Jedná se o využití metod matematické statistiky aplikovaných pro specifickou oblast dielektrických měření, a to jak na dílčí jednotlivé změřené průběhy vybíjecích proudů dielektrik, tak na soubory dat získaných opakovaným měřením téhož vzorku.

Kromě vyvinuté experimentální měřicí aparatury pro časovou oblast dielektrických měření byl jako součást řešení grantového projektu FRVŠ 1162/2008/G1 vypracován manuál, jenž umožní dalším uživatelům využít dané experimentální pracoviště pro snadné ověřené měření dielektrických parametrů různých vzorků materiálu.

LITERATURA

- [1] Černohorský, D., Nováček, Z., Raida, Z.: Elektromagnetické vlny a vedení. Skriptum VUT, Brno, VUTIUM, 1999, 136 s. ISBN 80-214-1261-5.
- [2] Liedermann, K.: Dielektrická relaxační spektroskopie polymerních dielektrik. [Habilitationní práce]. VUT Brno, 1996.
- [3] Bryknar, Z.: Fyzika dielektrik. 1. vyd. Praha, ediční středisko ČVUT, 1983, 180 s.
- [4] Jiráček, J., Aufrata, R., Liedermann, K., Rozsivalová, Z., Sedlaříková, M.: Materiály a technická dokumentace, Část Materiály v elektrotechnice. Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií VUT v Brně, 129 s.
- [5] Horák, Z., Krupka, F.: Fyzika, Příručka pro fakulty strojího inženýrství. Praha, SNTL, 1966, 904 s.
- [6] Kremer, F., Schonhals, A.: Broadband Dielectric Spectroscopy. Berlin, Springer, 2003, 721 p., ISBN 3540434070.
- [7] Helgeson, A.: Analysis of Dielectric Response Measurement Methods and Dielectric Properties of Resin-Rich Insulation During Processing. Kungl Tekniska Högskolan, Department of Electric Power Engineering, Division Electrotechnical Design, Stockholm, Sweden , 210 p. ISSN 1100-1593.
- [8] Daniel, V.: Dielectric relaxation. London, Academic Press, 1967, 281 p.
- [9] Deutsch, K., Hoff, E. A. W., Reddish, W., J. Polymer Sci., 13, 1954, s.565.
- [10] Mentlík, V.: Dielektrické prvky a systémy. Praha, BEN – Technická literatura, 2006, 240s., ISBN 80-7300-189-6.
- [11] Havriliak, S, Havriliak, J.S.: Dielectric and Mechanical Relaxation in Materials. Hanser Publishers, Munich Vienna New York, 1997. ISBN 1-56990-186-4.
- [12] Holcman, L.: Dielektrická spektroskopie kompozitních soustav. [Disertační práce]. VUT Brno, 2007.
- [13] Agilent Technologies, Inc., 815 14 Street SW, Loveland, Colorado 80537, U.S.A.: Impedance Measurement Handbook. 2006, 126 p.
- [14] Agilent Technologies, Inc., 815 14 Street SW, Loveland, Colorado 80537, U.S.A.: 4284A/4285A Precision LCR Meter Family, Technical Overwiev. 2008, 28 p.
- [15] Strydom, J.T., van Wyk, J.D., Ferreira, J.A.: Dielectric Measurements for Power Electronic Applications. IEEE TRANSACTIONS ON INDUSTRY APPLICATIONS, vol.37, part 3, 2001, p.829-839. ISSN 0093-9994.
- [16] Liedermann, K., Lapčík, L.: Dielectric Relaxation Spectroscopy of Some Polysaccharides. In Chem. Papers 50 (4), 1996, p. 218-223.
- [17] Liedermann, K., Lapčík, L, Demeester, J.: Dielectric Spectroscopy of Plasma Modified Polysaccharides for Medical Applications. In 5th International Conference on Properties and Applications of Dielectric Materials. Soul, Korea 1997, p. 541-544.
- [18] Liedermann, K., Lapčík, L.: Dielectric relaxation in hydroxyethyl cellulose. In Carbohydrate Polymers 42 (2000), Elsevier Science Ltd., 2000, p. 369-374.

- [19] Aqualon: Sodium Carboxymethylcellulose, Physical and Chemical Properties, 2000. [cit. 2009-06-19]. Dostupné z www: << http://www.herc.com/aqualon/product_data/aq_bro_cmc_contnts.html >>.
- [20] Zhengzhou International Trade Corp.: Carboxyl Methyl Celulose (Cmc), description and sales information. [cit. 2009-06-19]. Dostupné z www: << http://www.himfr.com/d-p113349902819936025-Cmc_%28Carboxyl_Methyl_Cellulose%29/ >>.
- [21] Lazarova, T., Vashuk, E.: Features of rheological and electrophysical properties of compositions based on polyvinyl alcohol and carboxymethylcellulose. In *Mechanics of Composite Materials*, Vol. 31, No. 6, 1995, p. 524-532. ISSN 0191-5665.
- [22] Agilent Technologies, Inc., 815 14 Street SW, Loveland, Colorado 80537, U.S.A.: Agilent 34401A 6 ½ Digit Multimeter, User's Guide. 2007, 242 p.
- [23] GM Electronic spol. s r.o.: Katalogový list, multimetr HC-DT860D. [cit. 2009-02-11]. Dostupné z www: << http://www.gme.cz/_dokumentace/dokumenty/722/722-265/kgm.722-265.1.pdf >>
- [24] Keithley Instruments, Inc., Cleveland, Ohio, U.S.A.: 428-PROG Programmable Current Amplifier, Data Sheet. 2000, 2 p.
- [25] Svačina, J.: Elektromagnetická kompatibilita. Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií VUT v Brně, 2002, 171 s.
- [26] Keithley Instruments, Inc., Cleveland, Ohio, U.S.A.: Low Level Measurements Handbook, 6th Edition, 2004, 230 p.
- [27] Keithley Instruments, Inc., Cleveland, Ohio, U.S.A.: Model 617 Programmable Electrometer, Instruction Manual. 1984, 183 p.
- [28] Jan, J.: Číslicová filtrace, analýza a restaurace signálů. VUT v Brně, nakl. VUTIUM, 2002, 287 s. ISBN 80-214-1558-4.
- [29] Saeed, V.: Advanced Digital Signal Processing and Noise Reduction. Third Edition. Wiley, England, 2006, 453 p. ISBN 0-470-09494-X.
- [30] Šebesta, V., Biolek, D.: Systémy, procesy a signály 1. Skriptum VUT v Brně, 1993, 116 s.
- [31] Smékal, Z.: Číslicové zpracování signálů. Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií VUT v Brně, 2006, 152 s.
- [32] Smékal, Z., Sysel, P.: Číslicové filtry. Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií VUT v Brně, 2004, 130 s.
- [33] Chmelka, L.: Denoising ECG Signals Using Wavelet Transform. In *Student EEICT 2004*. FEKT VUT Brno, p. 65-69. ISBN 80-214-2635-7.
- [34] Matz, V., Kreidl, M., Šmíd, R.: Signal-to-Noise Ratio Improvement based on the Discrete Wavelet Transform in Ultrasonic Defectoscopy. *Acta Polytechnica*, vol. 44, part 4, 2004, p.61-66.
- [35] Lunkenheimer, P., Loidl, A.: Dynamic Processes at the Glass Transition. In *Solid State Phys.* 41, 2001, p.405-417.
- [36] IMASS Inc.: TDDS-1 Time Domain Dielectric Spectrometer. [cit. 2009-03-03]. Dostupné z www: << <http://www.imass.com/IMASS%20Line%20Sheet%205.pdf> >>.

- [37] Feldman, Y.: Time domain dielectric spectroscopy, advantages and disadvantages. In Dielectric Materials, Measurements and Applications, Seventh International Conference on (Conf. Publ. No. 430), 1996, p. 38-41, ISSN 0537-9989.
- [38] Werelius, P.: Development and Application of High Voltage Dielectric Spectroscopy for Diagnosis of Medium Voltage XLPE Cables. Department of Electrical Engineering Division of Electrotechnical Design Royal Institute of Technology (KTH) Stockholm, Sweden. 2001, 212 p, ISSN 1650-674x.
- [39] Kremer, F., Schönhals, A.: Broadband Dielectric Spectroscopy. Berlin, Springer, 2003, 721 p., ISBN 3540434070.
- [40] Farahani, M., Borsi, H., Gockenbach, E.: Dielectric Response Studies on Insulating System of High Voltage Rotating Machines. In IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 13, No. 1, 2006, p. 383-393.
- [41] Mopsik, F.I.: Precision time-domain dielectric spectrometer. Rev. Sci. Instrum. 55 (1), 1984, p. 79.
- [42] Stráník, R.: Analýza dielektrických spekter glycerolu. [Disertační práce]. VUT Brno, 2007.
- [43] Rozsivalová, Z., Křivák, P., Vaněk, J.: Materiály a technická dokumentace, Laboratorní cvičení. Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií VUT v Brně, 67 s.
- [44] Agilent technologies: VEE Pro User's Guide, November 2005. [cit. 2008-12-10]. Dostupné z www: << <http://www.agilent.com> >>
- [45] Steinbauer, M. Osobní sdělení. Ústav teoretické a experimentální elektrotechniky FEKT VUT Brno, 23.7.2008.
- [46] Moudoud, M., Megherbi, M., Mekious, M., Lamrous, O.: Thermal aging effect on charging and discharging currents in polymers under DC stress. In IEEE INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON ELECTRICAL INSULATION, Vancouver, Canada, 2008, p. 506-509. ISBN: 978-1-4244-2092-6.
- [47] Boček V., Voborník A.: Pracoviště pro měření absorpčních a resorpčních proudů. In Diagnostika 07, Západočeská univerzita v Plzni, 2007, p. 17-18, ISBN 978-80-7043-557-1.
- [48] Ďurman, V., Olach, O.: Porovnanie niektorých metód transformácie dielektrických veličín z časovej do frekvenčnej oblasti. In Elektroizolačná kabelová technika 1999, č. 3, s. 67 – 72.
- [49] Mopsik, F.I.: The Transformation of Time-Domain Relaxation Data into The Frequency Domain. In IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. EI-20 No.6, 1985, p. 957-964.
- [50] National instruments: NI 4071 Specifications, August 2005. [cit. 2009-04-27]. Dostupné z www: << <http://www.ni.com/pdf/manuals/371371d.pdf> >>.

PUBLIKACE

- [1] PALAI-DANY, T. Research of Time Domain Dielectric Relaxation Spectroscopy with Improved Apparatus. In Poster 2008. 1. Praha: Czech Technical University in Prague, 2008. s. 1-4.
- [2] PALAI-DANY, T.; LIEDERMANN, K. The Combined Dielectric Spectroscopy Metering in a Wider Frequency Range. In IEEE INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON ELECTRICAL INSULATION, 8 - 10 June 2008. 1. Vancouver, Canada: Omnipress, 2008. s. 387-390. ISBN: 978-1-4244-2092-6.
- [3] PALAI-DANY, T.; RAŠKA, M. The Combined Dielectric Spectroscopy Investigation in a Wider Frequency Range. In PROCEEDINGS OF THE 14TH CONFERENCE STUDENT EEICT 2008. 1. Brno: Ing. Zdeněk Novotný CSc, 2008. s. 307-311. ISBN: 978-80-214-3617-6.
- [4] PALAI-DANY, T.; ABUETWIRAT, I. Vliv měřicího systému a zpracování dat na parametry dielektrické relaxační spektroskopie v časové oblasti. In 17. mezinárodní konference DISEE 2008. 1. Bratislava: FEI STU Bratislava, 2008. s. 203-206. ISBN: 978-80-227-2933-8.
- [5] PALAI-DANY, T.; RAŠKA, M. Využití měření vybíjecích charakteristik dielektrik pro účely dielektrické relaxační spektroskopie. In Elektrotechnika a informatika 2007. 1. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni, 2007. s. 57-60. ISBN: 978-80-7043-572-4.
- [6] PALAI-DANY, T. The Dielectric Metering of Polyethylene-tereftalate Film Based on Discharge Characteristics Study. In New Trends in Physics 2007. Ondráčkova 105, Brno: Ing. Zdeněk Novotný, 2007. s. 110-113. ISBN: 978-80-7355-078-3.
- [7] PALAI-DANY, T. Možnosti využití elektrometru Keithley 617 v dielektrické relaxační spektroskopii. In Diagnostika '07. 1. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni, 2007. s. 66-69. ISBN: 978-80-7043-557-1.
- [8] PALAI-DANY, T.; STRÁNÍK, R. Dielectric Relaxation Spectroscopy with Keithley 617 in Wider Frequency Range. In PROCEEDINGS OF THE 13TH CONFERENCE STUDENT EEICT 2007. Brno: Vysoké učení technické v Brně, 2007. s. 225-228. ISBN: 978-80-214-3409-7.
- [9] RAŠKA, M.; PALAI-DANY, T. Si Diode - Determination of Generation and Recombination Coefficients. In 6th International Conference of Phd Students. 1. Miskolc, Hungary: University of Miskolc, 2007. s. 361-365. ISBN: 978-963-661-779-0.
- [10] PALAI-DANY, T. The Use of Keithley 617 Electrometer for Dielectric Measurement in Time Domain. In Sborník příspěvků konference ZVŮLE 2007. 1. Brno: FEKT VUT Brno, 2007. s. 138-141. ISBN: 978-80-214-3468-4.
- [11] PALAI-DANY, T.; RAŠKA, M. The Possibilities of Keithley 617 Electrometer in Time Domain Dielectric Relaxation Spectroscopy. In 6th International Conference of Phd Students. 1. Miskolc, Hungary: University of Miskolc, 2007. s. 367-372. ISBN: 978-963-661-779-0.
- [12] PALAI-DANY, T. Defibrilátor. In Nové trendy v mikroelektronických systémech a nanotechnologiích: Moderní diagnostika materiálů a součástek. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, Ústav fyziky, 2006. s. 125-128. ISBN: 80-7355-062-8.

- [13] PALAI-DANY, T. Dielektrická relaxační spektroskopie v časové oblasti s využitím elektrometru Keithley 617. In 16. mezinárodní konference DISEE 2006. Bratislava: FEI STU v Bratislave, 2006. s. 190-193. ISBN: 80-227-2470-X.
- [14] PALAI-DANY, T. Dielectric Relaxation Spectroscopy with Keithley 617 Electrometer. In PROCEEDINGS OF THE 12TH CONFERENCE STUDENT EEICT 2006. Volume 3. Brno: VUTBR, 2006. s. 117-121. ISBN: 80-214-3162-8.
- [15] PALAI-DANY, T. Dielectric Relaxation Spectroscopy in Time Domain with Keithley 617 Electrometer. In WOFEX 2006. Ostrava: VSB TU Ostrava, 2006. s. 509-513. ISBN: 80-248-1152-9.
- [16] PALAI-DANY, T. Dielektrická relaxační spektroskopie fólie v časové oblasti. In Elektrotechnika a informatika 2006. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni, 2006, s. 47-50. ISBN: 80-7043-474-0.

CURRICULUM VITAE

Jméno: Tomáš Palai-Dany

Narozen: March 10th 1981 in Brno

Kontakt: xpalai00@feec.vutbr.cz

Vzdělání a odborná praxe

- 1995 – 1999 Střední průmyslová škola elektrotechnická Kounicova 16, Brno
- 1999 – 2005 Magisterské studium na FEKT VUT v Brně, obor sdělovací technika, specializace přístrojová elektronika. Diplomová práce byla vypracována na téma „Defibrilátor“.
- 2005 – 2009 Doktorské studium na Ústavu Fyziky FEKT VUT v Brně, obor teleinformatika.
- 8. – 11. 6 .2008 Účast na mezinárodní konferenci ISEI 2008 zaměřené na elektrickou izolaci, pořádané ve Vancouveru.

Jazyky

English

ABSTRACT

The dissertation deals with the time-domain dielectric relaxation spectroscopy of carboxymethylcellulose. The main attention was paid to the experimental part of research, mainly to the design and subsequent development of an experimental setup for the measurement of discharge currents and for their processing and analysis.

The subject of the measurement is carboxymethylcellulose (CMC), which is a simple polysaccharide used in wide range of applications, among else also in biomedical engineering. The study of CMC properties has required the development of a new experimental set-up of original design, which includes the equilibration (short-circuiting) of a sample before the measurement, charging and discharging at defined time intervals, switching between these two modes, recording of measurement, adjustments and processing of measured signals up to Fourier transformation into the frequency domain and, finally, calculation of complex permittivity of the sample. The frequency dependence of complex permittivity or its imaginary part, obtained by Fourier transformation of discharge current in time domain, is then referred to as the dielectric spectrum. In view of the fact that current measurements were done at very low levels of measured signal (below 10^{-12} A) the whole measurement was no easy matter. The framework of the work also necessitated studies and subsequent resolution of problems associated with shielding, grounding, presence of noise and sensitivity to various ambient influences.

The research work focused on a reliable and trustworthy measurement of very low discharge currents and, subsequently, mathematical processing of noise present in them, i.e., operations with the original, experimentally established signal in time domain, leading in principle to a digital filtration of measured dielectric data. A further pursued objective is the explanation of dielectric parameters of tested carboxymethylcellulose sample in the widest possible frequency spectrum. The integral part of the research was the selection and application of the method for the transformation of the adjusted signal to the frequency domain.

The experimental works, including data processing, were carried out in the Department of Physics, Brno FEEC BUT. Measurements were done with Keithley 617 Electrometer, HP4284A Frequency Analyzer and Janis CCS-400-204 cryogenic system. The results were completed with results obtained at the V Department of Experimental Physics, Centre for Electronic Correlations and Magnetism, University of Augsburg, Germany.