# Τ.Ε.Ι. ΣΤΕΡΕΑΣ ΕΛΛΑΔΑΣ **ΤΜΗΜΑ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΩΝ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΤΕ**

# ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ

## «ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΕΣ ΔΙΑΤΑΞΕΙΣ ΦΑΣΜΑΤΟΣΚΟΠΙΑΣ»

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΗ ΑΣΚΗΣΗ 1:

"ΜΕΤΡΗΣΕΙΣ ΔΙΗΛΕΚΤΡΙΚΩΝ ΙΔΙΟΤΗΤΩΝ ΥΛΙΚΩΝ ΜΕ ΤΗ ΧΡΗΣΗ ΔΙΑΤΑΞΗΣ ΔΙΗΛΕΚΤΡΙΚΗΣ ΦΑΣΜΑΤΟΣΚΟΠΙΑΣ"

> Α.ΚΑΝΑΠΙΤΣΑΣ Καθηγητής

ΛΑΜΙΑ 2013

#### Μελέτη της διηλεκτρικής συμπεριφοράς των υλικών υπό την επίδραση ac πεδίου

Εργαστηριακός εξοπλισμός: διάταξη διηλεκτρικής φασματοσκοπίας (Novocontrol BDS).

#### Εισαγωγή

Διεργασίες χαλάρωσης παρατηρούνται σε πολλές κατηγορίες υλικών, όπως οι ύαλοι, τα πολυμερή, τα κεραμικά, οι υγροί κρύσταλλοι, τα σύνθετα υλικά, υλικά με ανισοτροπία και υλικά με αταξία δομής (disordered solids). Ο όρος χαλάρωση (αποκατάσταση) υποδηλώνει την επιστροφή ενός συστήματος σε ισορροπία και συχνά αναφέρεται ως η χρονικά εξαρτώμενη επιστροφή στην ισορροπία μετά την μεταβολή των επιρροών που δρούσαν στο σύστημα. Η μεταβαλλόμενη επιρροή στο πείραμα της άσκησης είναι το εναλλασσόμενο ηλεκτρικό πεδίο.

Στην περίπτωση αγωγών οι ευκίνητοι φορείς ηλεκτρικού φορτίου (π.χ. τα ηλεκτρόνια στα μέταλλα, τα ιόντα στους ηλεκτρολύτες) παρακολουθούν την εναλλαγή του πεδίου συνεισφέροντας στο φαινόμενο της αγωγιμότητας. Η κατάσταση διαφοροποιείται στους μονωτές ή τα διηλεκτρικά. Ένα υλικό που μπορεί να πολωθεί υπό την επίδραση εξωτερικού ηλεκτρικού πεδίου ονομάζεται διηλεκτρικό. Τοποθετώντας ένα διηλεκτρικό στο εσωτερικό ηλεκτρικού πεδίου, τα θετικά φορτία ωθούνται προς την κατεύθυνση του πεδίου, ενώ τα αρνητικά προς την αντίθετη. Προκύπτει συνεπώς ένας διαχωρισμός θετικών και αρνητικών φορτίων σε κάθε στοιχειώδη όγκο του υλικού, ενώ το διηλεκτρικό παραμένει συνολικά ουδέτερο. Το φαινόμενο ονομάζεται πόλωση και αίρεται με την αφαίρεση του ηλεκτρικού πεδίου, καθώς τα φορτία επιστρέφουν στις αρχικές τους θέσεις. Είναι προφανές πως εάν το εφαρμοζόμενο ηλεκτρικό πεδίο είναι χρονικά εξαρτώμενο, τότε και η προκύπτουσα πόλωση είναι και αυτή με την σειρά της χρονικά μεταβαλλόμενη.

#### Θεωρία

Η απόκριση ενός διηλεκτρικού σε εφαρμοζόμενο εναλλασσόμενο ηλεκτρικό πεδίο εξαρτάται από μία σειρά παραμέτρων στις οποίες περιλαμβάνονται: το πλάτος και η συχνότητα του εφαρμοζόμενου πεδίου, η θερμοκρασία και η μοριακή δομή του υλικού. Σε κάθε αναστροφή του πεδίου, τα δίπολα προσπαθούν να προσανατολιστούν παράλληλα με αυτό. Η διαδικασία αυτή απαιτεί έναν πεπερασμένο χρόνο, που ονομάζεται χρόνος χαλάρωσης. Σε συνθήκες στατικού ηλεκτρικού πεδίου το χαρακτηριστικό μέγεθος που αντιπροσωπεύει το διηλεκτρικό υλικό είναι η γνωστή διηλεκτρική σταθερά. Σε συνθήκες εναλλασσόμενου πεδίου η διηλεκτρική σταθερά γενικεύεται στην μιγαδική ηλεκτρική διαπερατότητα, ποσότητα που εξαρτάται από την συχνότητα του πεδίου και δίνεται από την σχέση:

$$\varepsilon^* = \varepsilon' - i\varepsilon'' \tag{1}$$

όπου ε΄ και ε΄΄ το πραγματικό και φανταστικό μέρος της ηλεκτρικής διαπερατότητας που συνδέονται μεταξύ τους ως εξής:

$$\tan \delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} \tag{2}$$

όπου tand η εφαπτομένη ή παράγοντας των απωλειών σχετίζεται με την διαχεόμενη στο υλικό ενέργεια ανά κύκλο φόρτισης.

Η συνηθέστερη πειραματική μέθοδος με την οποία μελετάται η χρονικά εξαρτώμενη απόκριση, διηλεκτρικού υλικού, σε εναλλασσόμενο ηλεκτρικό πεδίο ονομάζεται Διηλεκτρική Φασματοσκοπία. Το υπό εξέταση δοκίμιο τοποθετείται στο εσωτερικό πυκνωτή (διηλεκτρικό κελί) γνωστής γεωμετρίας, στα άκρα του οποίου εφαρμόζεται το εναλλασσόμενο πεδίο, Σχήμα 1. Τα μόνιμα και τα επαγόμενα δίπολα του υλικού προσπαθούν να προσανατολισθούν σύμφωνα με την διεύθυνση του πεδίου. Αν η συχνότητα εναλλαγής είναι πολύ μικρή (δηλ. ο χρόνος άσκησης του πεδίου πολύ μεγάλος) τότε τα πάσης φύσεως δίπολα έχουν την δυνατότητα να ευθυγραμμισθούν με το πεδίο. Στην περίπτωση αυτή επιτυγχάνεται η μέγιστη πόλωση του υλικού, στην οποία αντιστοιχεί και η στατική τιμή της ηλεκτρικής διαπερατότητας ( $\varepsilon' = \varepsilon_s$ ). Όσο αυξάνεται η συχνότητα του πεδίου τα ηλεκτρικά δίπολα δυσκολεύονται να παρακολουθήσουν την κίνησή του με αποτέλεσμα να εμφανίζονται φαινόμενα διηλεκτρικής γαλάρωσης. Σε αυτήν την περίπτωση η πόλωση όσο και η ηλεκτρική διαπερατότητα παίρνουν μικρότερες τιμές, Σχήμα 2. Κάθε διεργασία χαλάρωσης εμφανίζεται σε διαφορετική περιοχή συχνοτήτων, έτσι το φάσμα χαλαρώσεων ενός υλικού μπορεί να περιλαμβάνει περισσότερες από μία διεργασίες, Σχήμα 2. Στο εύρος συχνοτήτων κάθε διεργασίας χαλάρωσης το πραγματικό μέρος της ηλεκτρικής διαπερατότητας παρουσιάζει μία μετάβαση από υψηλές σε χαμηλές τιμές η τιμή του ε΄ στο κάτω άκρο του εύρους των συχνοτήτων αντιστοιχεί στην στατική τιμή της διαπερατότητας ( $\varepsilon' = \varepsilon_s$ ) για την συγκεκριμένη διεργασία, ενώ η τιμή της διαπερατότητας στο άνω άκρο των συγνοτήτων αντιστοιχεί στην οπτική τιμή ή τιμή υψηλών συχνοτήτων ( $\varepsilon' = \varepsilon_{\infty}$ ).



Σχήμα 1: Διηλεκτρικό υλικό υπό την επίδραση εναλλασσόμενου ηλεκτρικού πεδίου.



Σχήμα 2: Σχηματική απεικόνιση διαφορετικών διηλεκτρικών χαλαρώσεων που παρατηρούνται σε στερεό μονωτικό υλικό.

Οι διηλεκτρικές χαλαρώσεις περιγράφονται μαθηματικά μέσω των εξισώσεων διασποράς του Debye. Σύμφωνα με αυτές η μιγαδική έκφραση της διαπερατότητας δίνεται από την σχέση:

$$\varepsilon^* = \varepsilon_{\infty} + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_{\infty}}{1 + i\omega\tau} \tag{3}$$

ενώ το πραγματικό και φανταστικό μέρος από τις εκφράσεις:

$$\varepsilon' = \varepsilon_{\infty} + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_{\infty}}{1 + \omega^2 \tau^2} \tag{4}$$

$$\varepsilon'' = \frac{(\varepsilon_s - \varepsilon_\infty)\omega\tau}{1 + \omega^2 \tau^2} \tag{5}$$

όπου  $\varepsilon_s$ ,  $\varepsilon_\infty$ ,  $\tau$  και  $\omega$  η στατική τιμή της διαπερατότητας, η τιμή της διαπερατότητας στις υψηλές συχνότητες, ο χρόνος χαλάρωσης και η κυκλική συχνότητα του πεδίου αντίστοιχα.

Οι εξισώσεις Debye περιγράφουν την πλέον απλή διεργασία με έναν χρόνο χαλάρωσης, αγνοούν αλληλεπιδράσεις διπόλων και μοριακού περιβάλλοντος και η ισχύς τους περιορίζεται σε πολικά αέρια και ρευστά. Με κατάλληλη τροποποίηση προκύπτουν εκφράσεις όπως οι Cole-Cole, Cole-Davidson, Havriliak-Negami κ.α, οι οποίες εμπεριέχουν κατανομή χρόνων χαλάρωσης και είναι σε θέση να περιγράψουν διεργασίες σε στερεά διηλεκτρικά.

Στο Σχήμα 2 φαίνεται ότι σε σταθερή συχνότητα οι πιό αργές διεργασίες εμφανίζονται σε χαμηλές συχνότητες. Σε ισόχρονες συνθήκες (σταθερή συχνότητα) και με ανεξάρτητη μεταβλητή την θερμοκρασία, οι πιό αργές διεργασίες μετακινούνται στην περιοχή των υψηλών θερμοκρασιών. Για παράδειγμα, σε ένα πολυμερές η διεργασία που

καταγράφεται στην υψηλότερη θερμοκρασία συνήθως σχετίζεται με την υαλώδη μετάπτωση και τις κινήσεις μεγάλων τμημάτων της κύριας αλυσίδας, η διεργασία στην αμέσως χαμηλότερη θερμοκρασία με κινήσεις πλευρικών πολικών ομάδων κτλ.

#### Πειραματικό μέρος

1. Μετρείστε το πάχος του υπό εξέταση δοκιμίου και τις διαστάσεις των ηλεκτροδίων του διηλεκτρικού κελιού.

2. Τοποθετείστε το διηλεκτρικό υλικό ανάμεσα στους οπλισμούς του διηλεκτρικού κελιού. Το κελί μετρήσεων πρέπει να βρίσκεται στο εσωτερικό του κρυοστάτη.

3. Σε θερμοκρασία περιβάλλοντος και για όσες συχνότητες σας υποδείξει ο επιβλέπων μετρείστε την χωρητικότητα (C) και τον παράγοντα απωλειών (D) που ταυτίζεται με την εφαπτομένη των απωλειών (tan  $\delta = D$ ).

4. Το πραγματικό και φανταστικό μέρος της ηλεκτρικής διαπερατότητας υπολογίζονται από τις σχέσεις

$$\varepsilon' = \frac{C}{C_0(1+D^2)} \tag{6}$$

και

$$\varepsilon'' = \frac{C \cdot D}{C_0 (1 + D^2)} = \varepsilon' D \tag{7}$$

αντίστοιχα. Όπου C και D είναι οι μετρούμενες τιμές της χωρητικότητας και του παράγοντα απωλειών, ενώ  $C_0$  είναι η χωρητικότητα του κελιού στο κενό (απουσία διηλεκτρικού).

5. Σε θερμοκρασία περιβάλλοντος και για όσες συχνότητες σας υποδείξει ο επιβλέπων μετρείστε την ηλεκτρική διαπερατότητα (ε', ε'') και την εφαπτομένη διηλεκτρικών απωλειών (tanδ).

## <u>ΟΔΗΓΙΕΣ ΧΡΗΣΕΩΣ ΔΙΑΤΑΞΗΣ NOVOCONTROL</u> DRS (Dielectric Spectroscopy)

 Τοποθετούμε το υπό μελέτη δοκίμιο μεταξύ των οπλισμών της κυψελίδας των μετρήσεων και αφού πρώτα έχουμε καθαρίσει αυτή με ακετόνη. Στη συνέχεια σφίγγουμε τον κοχλία που βρίσκεται πάνω από τον οπλισμό του πυκνωτή όσο χρειαστεί έτσι ώστε να εξασφαλίσουμε καλή ηλεκτρική επαφή μεταξύ του δοκιμίου και του οπλισμού του πυκνωτή.

- 2) Τοποθετούμε την κυψελίδα στο εσωτερικό του κρυοστάτη (Αυτό το στάδιο απαιτεί ιδιαίτερη προσοχή καθώς δεν πρέπει η κυψελίδα να έρχεται βίαια σε επαφή με τα τοιχώματα του κρυοστάτη καθώς είναι πιθανή η καταστροφή του θερμοστοιχείου PT 100 που βρίσκεται στο εσωτερικό της κυψελίδας των μετρήσεων). Κατόπιν συνδέουμε τα δύο καλώδια με τις ενδείξεις HI και LO στις αντιστοιχες υποδοχές που βρίσκονται στο πάνω μέρος της κυψελίδας (Τα καλώδια αυτά ξεκινούν από τις εξόδους Sample HI και Sample LO του αναλυτή και καταλήγουν στην κυψελίδα, Για καθένα από αυτά υπάρχουν δύο ισοδύναμες διαθέσιμες υποδοχές στην κυψελίδα στις οποίες και μπορούν να συνδεθούν. Τέλος συνδέουμε το καλώδιο που ξεκινάει από το Channel 4 του Quatro με το πάνω μέρος της κυψελίδας των μετρήσεων. Αυτό το καλώδιο συνδέεται με το θερμοστοιχείο της κυψελίδας και ελέγχει τη θερμοκρασία που βρίσκεται το υπό μελέτη δοκίμιο.
- Τρέχουμε τη συντόμευση windeta από τον υπολογιστή που είναι συνδεδεμένος με τη διάταξη ώστε να ανοίξει το software χειρισμού της. Στο info box που ανοίγει πατάμε ΟΚ και συνεχίζουμε.
- 4) Πηγαίνουμε στο File → Set File Names → (Measurement Result) Set και δίνουμε το File Name του αρχείου της μέτρησης καθώς επίσης και την τοποθεσία στο δίσκο που θα σωθεί αυτό. Στη συνέχεια πατάμε Open ώστε να ενεργοποιηθεί η επιλογή μας και στο επόμενο παράθυρο OK.
- 5) Πηγαίνουμε στο Measurement → Sample Specification και δίνουμε στο Sample Comment το όνομα του μελετώμενου δοκιμίου, στο Sample Diameter τη διάμετρο του μικρότερου από τα χρησιμοποιούμενα ηλεκτρόδια σε mm και στο Sample Thickness το πάχος του δοκιμίου σε mm. Επίσης μπορούμε να επιλέξουμε το box Use Edge Compensation, δίνοντας παράλληλα και το πάχος των χρησιμοποιούμενων ηλεκτροδίων, έτσι ώστε το λογισμικό να πραγματοποιήσει αυτόματα μια διόρθωση που οφείλεται στο ότι το πεδίο στα άκρα του πυκνωτή δεν είναι ομογενές. Το ποσοστό της δοόρθωσης αναγράφεται ακριβώς από κάτω.
- 6) Πηγαίνουμε στο Measurement → End Conditions επιλέγουμε το Use στο Temperature και δίνουμε τη θερμοκρασία που επιθυμούμε να πάει η συσκευή αμέσως μετά το τέλος της μέτρησης (συνήθως 20-25 <sup>0</sup>C).
- 7) Πηγαίνουμε στο Measurement → Value Lists → Frequency και δίνουμε τις συχνότητες για τις οποίες θέλουμε η συσκευή να πραγματοποιήσει μέτρηση (για κάθε θερμοκρασία). Η λογική είναι ακριβώς η ίδια με το προηγούμενο βήμα με μόνη διαφορά ότι υπάρχουν προεπιλεγμένες ήδη 50 συχνότητες. Αν για κάποιο λόγο διαγραφούν επαναφέρονται πατώντας το Standard.
- 8) Αν για κάποιο λόγο (π.χ. υπάρχει σημαντικός θόρυβος στη μέτρηση) επιθυμούμε μεγαλύτερη ακρίβεια σε μια περιοχή συχνοτήτων, μπορούμε πηγαίνοντας στο Measurement → Averaging να καθορίσουμε τις φορές που θέλουμε να επαναλαμβάνει η συσκευή την ίδια μέτρηση (Average over \_\_\_\_ Points) καθώς και το εύρος των συχνοτήτων που θα γίνει αυτό (Average between \_\_\_\_ Hz and \_\_\_\_ Hz), ώστε στο τέλος να πάρουμε το μέσο όρο των μετρήσεων μειώνοντας τα μετρητικά σφάλματα. Μειονέκτημα του Averaging αποτελεί η σημαντική αύξηση της διάρκειας της μέτρησης, ανάλογα βέβαια από τον αριθμό των σημείων που έχουμε δώσει.
- 9) Πηγαίνουμε στο Measurement → Show Definitions ώστε να δούμε συγκεντρωτικά όλες τις ρυθμίσεις που έχουμε κάνει και να κάνουμε ένα τελευταίο έλεγχο πριν ξεκινήσουμε τη μέτρηση. Ιδιαίτερα σημαντική πληροφορία που μπορούμε να δούμε

είναι και ο εκτιμώμενος χρόνος μέτρησης (GUESSED TIME). Ο χρόνος αυτός μπορεί να μειωθεί δραματικά ''κόβοντας'' κάποιες πολύ χαμηλές συχνότητες (π.χ. 1\*10<sup>-2</sup> Hz) ή μειώνοντας τα σημεία στο Averaging.

- 10) Τέλος ελέγχουμε στο Analyzers να είναι κλικαρισμένος ο ALPHA Analyzer και στο Temp. Controller το Use Quatro Version 4.0.
- 11) Πηγαίνοντας στο Measurement → Start Single Sweep ξεκινάει η μέτρηση στη θερμοκρασία που βρίσκεται εκείνη τη στιγμή το δείγμα ώστε να βεβαιωθούμε ότι όλα κυλάνε ομαλά. Το στάδιο αυτό είναι προαιρετικό.
- 12) Για να ξεκινήσει η μέτρηση πηγαίνουμε στο Measurement  $\rightarrow$  Start.
- 16) Αν για οποιοδήποτε λόγο χρειάζεται να διακόψουμε τη μέτρηση πηγαίνουμε στο Measurement → Stop.
- 17) Κατά τη διάρκεια της μέτρησης μπορούμε να βλέπουμε online τα αποτελέσματα πηγαίνοντας στο Window → Online. Επίσης από το Graphics → Axes Configuration μπορούμε να αλλάξουμε τις ρυθμίσεις του online γραφήματος όπως το τι δείχνει ο αριστερός και ο δεξιός άξονας, την κλίμακά του κτλ.

#### Εξαγωγή Δεδομένων:

Για να πάρουμε τα αρχεία των μετρήσεων (σε μορφή .txt) πηγαίνουμε στο File  $\rightarrow$ Measurement Result και επιλέγουμε το αρχείο (σε μορφή .eps) στο οποίο έχει αποθηκευτεί η μέτρηση. Στη συνέχεια επιλέγουμε Export data as ASCII files και από το Dependent Variables επιλέγουμε τα μεγέθη που θέλουμε να εξάγουμε. Αν έχουμε περισσότερες από μία θερμοκρασίες θα πρέπει να τις επιλέξουμε όλες στο box Fix. Temperature. Πατάμε OK και στο επόμενο παράθυρο δίνουμε το destination καθώς και το όνομα του αρχείου. Για κάθε θερμοκρασία προκύπει και από ένα .txt αρχείο. Το λογισμικό αριθμεί αυτόματα τα αρχεία που γίνονται export.

#### Διαδικασία λήψης μετρήσεων

#### Το λογισμικό WINDETA

Η λήψη μετρήσεων με τον αναλυτή Alpha-A και τον HVB300 είναι αυτοματοποιημένη και γίνεται μέσω του λογισμικού WINDETA που παρέχεται από την εταιρεία κατασκευής.

Ο χρήστης καλείται να ρυθμίσει τις παραμέτρους του προγράμματος ώστε να ληφθούν μετρήσεις με βέλτιστη διακριτική ικανότητα και σύμφωνα με τις προδιαγραφές του δείγματος το οποίο μετράει. Η απεικόνιση των μετρήσεων γίνεται σε πραγματικό χρόνο, ώστε να μπορεί ο χρήστης να επέμβει για να σταματήσει ή να διορθώσει κάτι από τις επιλογές του προγράμματος.Το πρόγραμμα παρέχει τη δυνατότητα για έλεγχο και μεταβολή διαφόρων φυσικών παραμέτρων όπως πίεση και θερμοκρασία, εφόσον βέβαια έχουν συνδεθεί οι κατάλληλες μονάδες που παρέχουν αυτή τη δυνατότητα. Ακολουθεί σύντομη περιγραφή του προγράμματος σε ότι αφορά τις λειτουργίες που χρησιμοποιήθηκαν στην παρούσα εργασία.

#### Διαδικασία βαθμονόμησης του ALPHA-A και HVB300

Προκειμένου να επιτευχθούν μετρήσεις με την ύψιστη ακρίβεια, είναι απαραίτητο πριν από τη λήψη μετρήσεων (ή το πολύ κάθε 2 – 3 βδομάδες) να διενεργείται η διαδικασία της βαθμονόμησης (calibration). Από τα αναδιπλούμενα μενού επιλέγουμε *analyzers:options:configuration* όποτε και ανοίγει το παράθυρο διαλόγου της εικόνας 3.15 όπου ρυθμίζουμε κάποιες παραμέτρους της διαδικασίας βαθμονόμησης αλλά και της λήψης μετρήσεων.

Ένας καθοριστικός παράγοντας που μπορεί να αυξήσει κατά πολύ την ακρίβεια των μετρήσεων εις βάρος βέβαια του χρόνου λήψης τους, είναι η εκτέλεση μετρήσεων αναφοράς. Ύστερα από κάθε μέτρηση της χωρητικότητας του δείγματος, ο μετατροπέας ρεύματος-τάσης μετάγεται σ' ένα μεταβλητό πυκνωτή αναφοράς και η μέτρηση επαναλαμβάνεται (επιλογή reference measurement always). Αν επιλέξουμε ωστόσο reference measurement auto γίνονται μετρήσεις αναφοράς για συχνότητες μεγαλύτερες των 0.1Hz. Στο πεδίο default ac output μπορούμε να καθορίσουμε το πλάτος της εναλλασσόμενης τάσης. Ο χρόνος ολοκλήρωσης (integration time) είναι το χρονικό διάστημα εφαρμογής του εναλλασσόμενου ηλεκτρικού πεδίου και καθορίζεται ως μέγιστη τιμή ενός από τα πεδία seconds ή periods.

AIS ALPHA Dielectric Analyzer Configuration	
Reference Capacitors	Reference Measurement
🗖 1000 pF 🛛 🔽 Auto Select	C Never
470 pF Max. Capacitor(s)	C Auto
☐ 235 pF Simultaneous 3	<ul> <li>Always</li> </ul>
100 pF     External Reference     50 pF     Capacity	- Default AC Output
E 25 pF 1.000e-10 F	🗖 Auto-Voltage
= 100 pF	Voltage [Vrms] 1.50
Integration Time Maximum of 0.500 Seconds or or 1 Periods	4-Wire Interface Front State Two Wire Three Wire Four Wire
DC-Bias Measurements V1 Coupling	<ul> <li>Drive VHigh Shield</li> <li>Drive VLow Shield</li> </ul>
Options ☐ Use Low Capacity Open Calibration ☑ Use Low Impedance Load Short Calibration ☑ Use Low Loss Correction	Cancel OK Help
GPIB Temp. Controller Syncro.	-novocontrol>

Εικ 3.15: Παράθυρο διαλόγου όπου καθορίζονται διάφορες παράμετροι της μέτρησης.

Καθορισμός προδιαγραφών μετρούμενου δείγματος και παραμέτρων μέτρησης

Από το αναδιπλούμενο μενού επιλογών επιλέγουμε *Measurement:Sample Specification*, προκειμένου να καθορίσουμε τις παραμέτρους του μετρούμενου δείγματος (εικόνα 3.16). Στο παράθυρο διαλόγου που εμφανίζεται (εικόνα 3.17) προκαθορίζονται στα διάφορα πεδία οι διαστάσεις δείγματος-πυκνωτή ώστε να υπολογιστεί σωστά η χωρητικότητα Co του πυκνωτή. Η διάμετρος των κυκλικών οπλισμών του πυκνωτή και το πάχος του δείγματος (sample thickness) είναι η μεταξύ τους απόσταση. Στην περίπτωση που το δείγμα είναι σε υγρή μορφή ή σκόνη, θα πρέπει μεταξύ των οπλισμών του πυκνωτή να παρεμβληθεί κάποιο αντικείμενο (spacer) (συνήθως από χαλαζία ή τεφλόν), το πάχος του οποίου καθορίζει και την απόσταση μεταξύ των οπλισμών του πυκνωτή.

Στην περίπτωση αυτή, επειδή το υλικό αυτό καταλαμβάνει κάποιον όγκο, θα πρέπει αυτό να ληφθεί υπόψη στους υπολογισμούς. Στην πράξη, επειδή το δείγμα και το παρεμβληθέν υλικό έχουν ίδιο ύψος, το εμβαδόν της επιφάνειας που καταλαμβάνει το Measurement

Start Conditions         End Conditions         List Order         Ctrl+0         Value Lists         Averaging         Auto Skip Conditions	
List Order Ctrl+0 Value Lists ▲veraging Auto Skip Conditions List Order Ctrl+0 Temperature Ctrl+1 Bias Ctrl+1 Bias Ctrl+1	
Value Lists     ⊥emperature     Ctrl+`       Averaging     Erequency     Ctrl+i       Auto Skip Conditions     Bias     Ctrl+i	
Averaging  Auto Skip Conditions  Erequency  Erequency  Erequency  Erequency  Ctrl+I  Bias  Ctrl+I  Trl	ī į
Show Definitions Ctrl+D AC Volt Ctrl+	3
Start Single Sweep Higher Harmonics	
Start Ctrl+R	
Pause Ctrl+P	
Res <u>u</u> me Ctrl+U	
Stop Ctrl+S	
S <u>kip</u> Temperature Stabilization Skip to the <u>E</u> nd of inner List	

Εικ 3.16: Αναδιπλούμενο μενού επιλογών όπου ο χρήστης μπορεί να καθορίσει τις προδιαγραφές του δείγματος, τις τιμές συχνοτήτων έναρζης και λήζης, να ζεκινήσει τη λήψη μετρήσεων, κ.λ.π.

υλικό θα πρέπει να αφαιρεθεί από το συνολικό εμβαδόν των ηλεκτρόδιων.Το εμβαδόν δηλώνεται στο 40 πεδίο του παραθύρου διάλογου της εικόνας 3.17.

Οι παρασιτικές χωρητικότητες που δημιουργούνται λόγω μη ιδανικής μόνωσης της κυψέλης του δείγματος, και η χωρητικότητα στον όγκο του παρεμβληθέντος υλικού θα πρέπει να αφαιρεθούν από την ολική μετρούμενη χωρητικότητα (3ο πεδίο στο παράθυρο διάλογου). Οι παραπάνω χωρητικότητες μπορούν να υπολογιστούν και να αφαιρεθούν, μετρώντας τον πυκνωτή πριν την τοποθέτηση του δείγματος.

Το λογισμικό υπολογίζει τη διηλεκτρική συνάρτηση ε\* από τη σχέση:

$$C^* = \varepsilon^* \varepsilon_0 \frac{A}{d}$$

η οποία ωστόσο προϋποθέτει ότι το ηλεκτρικό πεδίο μεταξύ των οπλισμών του πυκνωτή είναι ομογενές στο εσωτερικό του και μηδενικό εκτός. Στην πραγματικότητα ωστόσο, επειδή ο πυκνωτής έχει πεπερασμένες διαστάσεις, ο παράγοντας λάθους θα πρέπει να ληφθεί υπόψη και να γίνει η σχετική διόρθωση. Αυτό επιτυγχάνεται τσεκάροντας το τετραγωνάκι *use edge compensation*. Από το αναδιπλούμενο μενού επιλογών μπορούμε επίσης να καθορίσουμε επακριβώς μέσω παραθύρων διαλόγου, το εύρος συχνοτήτων, την εφαρμοζόμενη εναλλασσόμενη τάση, το πλήθος των μετρήσεων στο επιλεγμένο διάστημα, την εφαρμογή επιπλέον πόλωσης του δείγματος (εικόνες 3.18 – 3.20).



Εικ 3.17: Παράθυρο διαλόγου όπου ο χρήστης καθορίζει τις διάφορες παραμέτρους της κυψέλης δείγματος που θα χρησιμοποιήσει, το είδος της κυψέλης καθώς και αν θα διορθωθούν οι μετρήσεις λόγω παραμόρφωσης του ηλεκτρικού πεδίου στα άκρα των οπλισμών του πυκνωτή.

Set Measurement Points		
Start 1.000006	∍+06	C linear
End 1.00000	∋-02	Iogarithm
Factor 1.50000	-	C Add To List
-novocontro	⊳	Replace List
Help	Cance	ОК

Εικ 3.18:Παράθυρο διαλόγου όπου ο χρήστης καθορίζει τα όρια του διαστήματος των μετρούμενων συχνοτήτων και τον αριθμό των μετρούμενων σημείων σε κανονική ή λογαριθμική κλίμακα μέσω του παράγοντα factor.

Start Conditions		
Temperature [*C]	0.00	🗖 Use
Frequency [Hz]	1.00e+03	🔽 Use
AC Volt [Vrms]	1.000	🔽 Use
Bias [V]	0.00	
Time [min]	0.00	
With "Use AC Voltage" local analyzers configur	disabled, the set ation menus will	tings of the be used.
-novocontrol>	Help	Cancel OK

Εικ 3.19: Παράθυρο διαλόγου όπου ο χρήστης μπορεί να καθορίσει την τιμή της συχνότητας από την οποία θα ξεκινήσει να μετράει ο αναλυτής, το πλάτος της εφαρμοζόμενης εναλλασσόμενης τάσης, την τιμή της ενδεχόμενης dc πόλωσης του δείγματος.

List of Measurement Poi	nts		
	Frequency [Hz]		Add
3.0000e+06	Points :	50	
			Insert
1: 3.0000e+06	10:8.3180e+04	19: 2.3063e+0	Change
2: 2.0142e+06	11:5.5848e+04	20:1.5485e+L	
4:9.0800e+05	12:3:7437e+04	22:69804e+0	Delete
5: 6.0964e+05	14:1.6903e+04	23: 4.6867e+(	
6: 4.0932e+05	15:1.1349e+04	24: 3.1467e+(	Clear
7:2.7482e+05	16:7.6199e+03	25: 2.1128e+(	
8: 1.8452e+05	17:5.1161e+03	26:1.4185e+L	Points
3.1.23038+05	10. 3.43508+03	27. 5.52416+0	Standard
		<u></u>	Stanuaru
-novocontro	Help	Cancel	ОК

Εικ 3.20:Παράθυρο διαλόγου όπου ο χρήστης μπορεί να καθορίσει επακριβώς, τις συχνότητες (έως και 1000 σημεία) για τις οποίες θα ληφθούν μετρήσεις.

#### 3.2.4 Διαχείριση και απεικόνιση μετρήσεων – δεδομένων

Το λογισμικό WINDETA παρέχει πολλές δυνατότητες σε ότι αφορά τη διαχείριση των μετρήσεων. Οι μετρήσεις του κάθε πειράματος μπορούν να αποθηκευτούν είτε σαν αρχείο του προγράμματος (\*.esp) είτε ως αρχείο ASCII ώστε να μπορούν να εισαχθούν σε κάποιο άλλο πρόγραμμα για επιπλέον ανάλυση (εικόνα 3.21).

<u>File</u>	
Set <u>F</u> ile Names	Ctrl+N
Load Measurement Result Display or Export result Save Measurement Result	
<u>L</u> oad Preset <u>S</u> ave Preset	
Load <u>2</u> d-Diagram Save 2 <u>d</u> -Diagram	
Save Measurement As ASCII.	
Ogen ASCII to Edit	
Load DOS DETA Single Load DOS DE <u>T</u> A Multi Save DOS DETA <sub>.</sub> Load Diele <u>c</u> tric Instrumentatio	ın
Load Temperature Log	
Exit	

Εικ 3.21: Αναδιπλούμενο μενού επιλογών όπου ο χρήστης μπορεί να επιλέζει τον καθορισμό ονομάτων στα αρχεία μετρήσεων, να φορτώσει αποθηκευμένα αρχεία μετρήσεων, κλπ.

Για παρόμοια πειράματα η παραμετροποίηση μπορεί να αποθηκευτεί έτσι ώστε να χρησιμοποιείται σε επόμενο πείραμα (*load* και *save reset*). Η απεικόνιση των μετρήσεων γίνεται σε πραγματικό χρόνο, παρέχοντας στο χρήστη τη δυνατότητα να παρέμβει για τυχόν αλλαγές. Ένα παράδειγμα απεικόνισης μετρήσεων δίνεται στην εικόνα 3.22 όπου φαίνονται για την περιοχή συχνοτήτων 10-2 Hz - 106 Hz το πραγματικό (permittivity') και το φανταστικό μέρος (permittivity'') της διηλεκτρικής συνάρτησης δείγματος που χρησιμοποιήθηκε στην παρούσα εργασία. Ο χρήστης μέσα από το παράθυρο διάλογου της εικόνας 3.23, έχει τη δυνατότητα να επιλέξει οποιαδήποτε από τις ισοδύναμες ποσότητες για τον αριστερό και δεξιό κατακόρυφο άξονα. Οι υπολογισμοί όλων αυτών των ποσοτήτων γίνονται αυτόματα από το πρόγραμμα μέσω των σχέσεων της ενότητας 3.2.5.Υπάρχει επιπλέον η δυνατότητα για απεικόνιση Cole-Cole διαγραμμάτων.





Εικ 3.22:Παράθυρο πολλαπλών γραφημάτων όπου απεικονίζονται τα αποτελέσματα των μετρήσεων, εκφρασμένα ως διαφορετικές ποσότητες: (α) πραγματικό και φανταστικό μέρος της διηλεκτρικής συνάρτησης και (β) ειδική αγωγιμότητα και ειδική αντίσταση.

Axes of Online Window			
Left Y-Axis		Right Y-Axis	
Nothing Permittivity'' Permittivity'' [Permittivity]] Modulus' Modulus' [Modulus] Conductivity' [S/cm] Conductivity' [S/cm] [Conductivity' [S/cm] Specific Resistance' [O Tan(Delta) Loss Angle (Delta) [De(	<ul> <li>Logarithm</li> <li>Auto Scaling</li> <li>Grid</li> <li>Connect</li> <li>Wide Scaling</li> <li>Accuracy Bars</li> </ul>	Nothing Permittivity' Permittivity' [Permittivity] ] Modulus' Modulus' [Modulus] Conductivity' [S/cm] Conductivity' [S/cm] [Conductivity' [S/cm] [Conductivity] [S/cm] Specific Resistance' [O Tan(Delta) Loss Angle (Delta) [Det	<ul> <li>Logarithm</li> <li>Auto Scaling</li> <li>Grid</li> <li>Connect</li> <li>Wide Scaling</li> <li>Accuracy Bars</li> </ul>
-novocontrol>	I Logarithm X-A I Neg. Logs Inve Colors	is 🛛 Right Y-Axis a erse Color 🗖 Same Scaling Help Canc	el OK

Εικ 3.23: Παράθυρο διαλόγου όπου ο χρήστης μπορεί να καθορίσει τις ποσότητες που θα εμφανίζονται στους κατακόρυφους άζονες.

### 3.4.2 Ενδείξεις οθόνης του αναλυτή Alpha-A κατά τη μέτρηση

Μετά την έναρξη των μετρήσεων σε μία μόνο συχνότητα, η οθόνη δείχνει διάφορες αναφορές της διαδικασίας μέτρησης ως εξής:

SAMDLE	
SAME DIS	

Το δείγμα είναι εσωτερικά συνδεδεμένο με την τρέχουσα τάση εισόδου του μετατροπέα.



Μετά από παύση για ένα ορισμένο χρονικό διάστημα, προκειμένου να εγκατασταθεί μια σταθερή ηλεκτρική κατάσταση και να ξεκινήσει η μέτρηση του δείγματος, υποδεικνύεται ένα αστέρι στην πάνω δεξιά γωνία.

SAMPLE 1.003V1 234.7mV2 56.789° 76

Εάν η μέτρηση του δείγματος έχει ολοκληρωθεί, οι τάσεις που μετρούνται στο δείγμα (δείκτης 1) και το ρεύμα τάσης εξόδου (δείκτης 2) θα εμφανιστεί. Επιπλέον, η γωνία

φάσης μεταξύ των δύο τάσεων εμφανίζεται σε μοίρες (° δείκτη). Οι δύο αριθμοί (7 και 6) δείχνουν το πραγματικό εύρος τάσης εισόδου για το κανάλι 1 (αριστερά του αριθμό) και το κανάλι 2 (δεξιά του αριθμού).

```
220pFCr 1.003V1 234.7mV2 56.789° 7 6
```

Αν η επιλογη μέτρησης αναφοράς είναι ενεργοποιημένη, ένας από τους εσωτερικούς πυκνωτές αναφοράς θα είναι συνδεδεμένος με το ρεύμα του μετατροπέα τάσης. Η χωρητικότητά του εμφανίζεται στην επάνω αριστερή γωνία.Προκειμένου να δοθεί χρόνος για ανάγνωση στο χρήση,οι τάσεις της προηγούμενης μέτρησης του δείγματος δεν έχουν υποστέι εκκαθάριση.

```
220pFCr 1.003V1 234.7mV2 56.789° 7 6 *
```

Μετά από παύση για ένα ορισμένο χρονικό διάστημα, προκειμένου να εγκατασταθεί μια σταθερή ηλεκτρική κατάσταση, η αναφορά μέτρησης έχει ξεκινήσει και υποδεικνύεται από ένα αστέρι στην πάνω δεξιά γωνία.

```
220pFCr 1.007V1 634.2mV2 -89.789° 7 6
237.35pF 421.67TΩ 2.5677UTd 7.000000MHz
```

Αν η μέτρηση έχει ολοκληρωθεί οι τάσεις που μετρούνται στο πυκνωτή αναφοράς (μονάδα V, δείκτης 1) και στο ρεύμα προς τάση εξόδου (μονάδα V, δείκτης 2) θα εμφανιστεί. Επιπλέον, η γωνία φάσης μεταξύ των δύο τάσεων εμφανίζεται σε μοίρες (° μονάδα και δείκτη). Η δεύτερη γραμμή στην οθόνη δείχνει το αποτέλεσμα της μέτρησης του δείγματος (δείκτης και μονάδα F).Παράλληλα δείχνει την αντίσταση του δείγματος (δείκτης και μονάδα Ω) και τον παράγοντα απώλειας (χωρίς μονάδα,δείκτη Td). Τέλος ο τελευταίος τομέας της δεύτερης γραμμής δείχνει την συχνότητα του μετρούμενου τελευταίου στοιχείου (μονάδα και δείκτη Hz)

#### Υπολογισμοί/Ερωτήσεις

1. Υπολογίστε την χωρητικότητα στο κενό του πυκνωτή που χρησιμοποιήσατε.

2. Υπολογίστε το πραγματικό και φανταστικό μέρος της ηλεκτρικής διαπερατότητας για κάθε ζεύγος τιμών C και D που καταγράψατε. Καταχωρείστε τις τιμές C, D, ε΄ και ε΄ σε κατάλληλο πίνακα.

3. Κατασκευάστε διαγράμματα του τύπου  $\varepsilon' = f(\log f)$  και  $\varepsilon'' = f(\log f)$  για τρεις διαφορετικές θερμοκρασίες. Σχολιάστε τα αποτελέσματά σας.

4. Κατασκευάστε διαγράμματα του τύπου  $\varepsilon' = f(T)$  και  $\varepsilon'' = f(T)$  όπου Τ η θερμοκρασία, για όλες τις συχνότητες που μετρήσατε. Σχολιάστε τα αποτελέσματά σας.

#### Βιβλιογραφία

1. Αρχές της Φυσικής Στερεάς Καταστάσεως, Robert Levy, Εκδόσεις Γ. Α. Πνευματικού.

2. Εισαγωγή στην Φυσική Στερεάς Καταστάσεως, C. Kittel, Εκδόσεις Γ. Α. Πνευματικού.

3. The Solid State, H. M. Rosenberg, Oxford University Press, 3rd edition.

4. Electronic Properties of Materials, Rolf E. Hummel, Springer, 3rd edition, 2001.

5. Electrical Properties of Materials, L. Solymar and D. Walsh, Oxford University Press, 6th edition, 1997.

6. Principles of electronic materials and devices, S. O. Kasap, 2002.