

**ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI**

**FAKULTA ELEKTROTECHNICKÁ**

**Katedra aplikované elektroniky a telekomunikací**

# **BAKALÁŘSKÁ PRÁCE**

**Širokopásmová dielektrická spektroskopie jako moderní  
diagnostická technika pro hodnocení dielektrických  
vlastností pevných a kapalných elektroizolačních  
materiálů**

# ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

Fakulta elektrotechnická

Akademický rok: 2019/2020

## ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE (projektu, uměleckého díla, uměleckého výkonu)

Jméno a příjmení: **Robert HUBAČ**  
Osobní číslo: **E17B0078P**  
Studijní program: **B2612 Elektrotechnika a informatika**  
Studijní obor: **Elektronika a telekomunikace**  
Téma práce: **Širokopásmová dielektrická spektroskopie jako moderní diagnostická technika pro hodnocení dielektrických vlastností pevných a kapalných elektroizolačních materiálů**  
Zadávací katedra: **Katedra aplikované elektroniky a telekomunikací**

### Zásady pro vypracování

1. Zpracujte teoretický úvod do problematiky polarizačních dějů v dielektrikách.
2. Proveďte souhrn významných matematických modelů využívaných pro popis relaxačních polarizací.
3. Proveďte podrobný popis dielektrické spektroskopie jako perspektivní diagnostické metody.
4. Popište techniky měření pevných a kapalných látek pomocí dielektrické spektroskopie a nakreslete modely používaných elektrodových systémů.
5. Proveďte ukázková měření kapalného nebo pevného dielektrika pomocí dielektrické spektroskopie a vyhodnoťte získané teplotní a frekvenční závislosti permitivit na základě teoretického úvodu.

Rozsah bakalářské práce: **30 – 40 stran**  
Rozsah grafických prací: **podle doporučení vedoucího**  
Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná/elektronická**

**Seznam doporučené literatury:**

1. K. Ch. Kao: Dielectric phenomena in solids with emphasis on physical concepts of electronic processes. Boston: Elsevier Academic Press, 2004, xvii, 581 s. ISBN 01-239-6561-6.
2. G. G. Raju: Dielectrics in electric fields. Boca Raton: CRC Press, 2003, xvii, 578 s. Power engineering. ISBN 978-082470864-1.
3. V. Mentlík: Dielektrické prvky a systémy. 1. vyd. Praha: BEN – technická literatura, 2006, 235 s. ISBN 80-730-0189-6.
4. F. Kremer, A. Schönhal: Broadband dielectric spectroscopy. New York: Springer, 2003, xxi, 729 s. ISBN 978-3-540-43407-8.
5. elektronické informační zdroje (SUMMON – vyhledávací nástroj knihovny ZČU, případně přímo Science Direct, IEEE Explore atd.)

Vedoucí bakalářské práce: **Ing. Petr Kadlec**  
Katedra technologií a měření

Datum zadání bakalářské práce: **4. října 2019**  
Termín odevzdání bakalářské práce: **11. června 2020**

  
**Prof. Ing. Zdeněk Peroutka, Ph.D.**  
děkan



  
**Doc. Dr. Ing. Vjačeslav Georgiev**  
vedoucí katedry

V Plzni dne 4. října 2019

## Abstrakt

Předkládaná bakalářská práce se věnuje problematice měření dielektrik technikou zvanou širokopásmová dielektrická spektroskopie. Tuto moderní diagnostickou techniku lze zařadit na pomezí elektrotechniky, materiálového inženýrství a chemie. Jejím cílem je získání a vyhodnocení dielektrických spekter, která představují frekvenční a teplotní závislosti např. reálné a imaginární složky komplexní relativní permitivity daných materiálů. Znalosti změřených dielektrických spekter pomáhají s volbou vhodného dielektrika s ohledem na potřebu splnit požadavky z hlediska provozních teplot a frekvencí. Tuto metodu je možno též využít v rámci vývoje nových materiálů, kdy dochází úpravou jejich struktury ke změnám v dielektrických vlastnostech. V práci jsou popsány jevy odehrávající se v dielektriku po jeho vložení do elektrického pole, frekvenční a teplotní závislosti komplexní permitivity a princip širokopásmové dielektrické spektroskopie. Pro provedení měření dielektrik je využit spektrální analyzátor Novocontrol Alpha-A s aktivním elektrodovým systémem ZGS. V práci jsou předvedeny možnosti měření pevných a kapalných dielektrik pomocí zmíněného spektrálního analyzátoru. Pozornost je ve větší míře věnována porovnání dvou vybraných elektrodových systémů pro měření kapalných vzorků. Pro tyto elektrodové systémy jsou vytvořeny jejich 3D modely v softwarech Inventor a Solid Edge. V praktické části je realizováno ukázkové měření pevného dielektrika (folie z polyethyentereftalátu) a kapalného dielektrika (minerálního transformátorového oleje). Hodnoceny jsou hlavně frekvenční a teplotní závislosti reálné a imaginární složky relativní komplexní permitivity. Na základě výsledků měření minerálního oleje byl prokázán výrazný vliv použitého elektrodového systému.

## Klíčová slova

Dielektrická spektroskopie, dielektrické ztráty, elektrodové systémy pro měření dielektrik, frekvenční a teplotní závislost relativní permitivity, komplexní relativní permitivita, polarizace dielektrik, relaxační proces

**Abstract**

This bachelor's thesis is focused on dielectric measurement using broadband dielectric spectroscopy method. This modern method is confined between electrical engineering, materials science and chemistry field. Its aim is to obtain and evaluate dielectric spectra, which represents frequency and temperature dependences of real and imaginary parts of complex relative permittivity of given materials. Understanding of dielectric spectra helps with the selection of a suitable dielectric material in order to fulfill its purposes in terms of operating temperatures and frequencies. This method can also be used in the development of new materials when adjustments in their structure leads to changes in dielectric properties. This thesis describes the phenomena occurring in the dielectric after its insertion into the electric field, the frequency and temperature dependence of the complex permittivity and the principle of broadband dielectric spectroscopy. In order to measure dielectrics, Novocontrol Alpha-A spectrum analyzer in combination with ZGS active sample cell is employed. This thesis also presents the options of measuring solid and liquid dielectrics using mentioned spectrum analyzer. Attention is paid to the comparison of two selected liquid sample cells. 3D models are created for these cells with Inventor and Solid Edge software. In the experimental part, the measurement of solid dielectric (polyethylene terephthalate foil) and liquid dielectric (mineral transformer oil) is performed. The frequency and temperature dependences of the real and imaginary components of the relative complex permittivity are evaluated. Based on the results of mineral oil measurements, a significant effect of sample cell was observed.

**Key words**

Dielectric spectroscopy, dielectric loss, electrode system for dielectrics analyses, frequency and temperature dependencies of relative permittivity, complex relative permittivity, dielectric polarization, relaxation process

## **Prohlášení**

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracoval samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů uvedených v seznamu, který je součástí této bakalářské práce.

Dále prohlašuji, že veškerý software, použitý při řešení této bakalářské práce, je legální.

.....

podpis

V Plzni dne 16.6.2020

Robert Hubač

## **Poděkování**

Tímto děkuji vedoucímu bakalářské práce Ing. Petru Kadlecovi, Ph.D. za vstřícnost, cenné rady a profesionální dohled na průběh tvorby této práce. Dále bych rád poděkoval Ministerstvu školství, mládeže a tělovýchovy ČR, že tato práce mohla vzniknout díky podpoře v rámci projektu RICE – Nové technologie a koncepce pro inteligentní systémy, číslo projektu LO1607.

**Obsah**

<b>Úvod</b> .....	<b>12</b>
<b>1 Dielektrické materiály</b> .....	<b>13</b>
1.1 Polarizační děje v dielektrikách.....	15
1.1.1 Makroskopický pohled na polarizaci dielektrika.....	15
1.1.2 Mikroskopický pohled na polarizaci dielektrika .....	16
1.2 Základní dělení polarizací .....	17
1.2.1 Deformační polarizace .....	18
1.2.2 Relaxační polarizace .....	19
1.2.3 Migrační polarizace .....	20
1.3 Parametry využívané při hodnocení dielektrik.....	20
1.3.1 Permittivita .....	21
1.3.2 Dielektrické ztráty a ztrátový činitel.....	22
1.4 Frekvenční a teplotní závislost relativní permittivity a ztrátového činitele.....	24
1.4.1 Závislost relativní permittivity na teplotě.....	26
1.4.2 Závislost relativní permittivity na frekvenci .....	26
1.4.3 Závislost ztrátového činitele na teplotě .....	27
<b>2 Matematické modely relaxačních polarizací</b> .....	<b>28</b>
2.1 Základní Debyeova rovnice.....	29
2.2 Cole-Cole diagram.....	30
2.3 Rovnice začleňující distribuční parametr relaxačních dob.....	31
2.3.1 Cole-Cole rovnice.....	32
2.3.2 Cole-Davidson rovnice .....	32
2.3.3 Havriliak-Negami rovnice .....	33
<b>3 Dielektrická spektroskopie</b> .....	<b>34</b>
<b>4 Standardní elektrodové systémy</b> .....	<b>36</b>
4.1 Dělení dle způsobu realizace .....	36
4.1.1 Přiložené elektrody.....	36
4.1.2 Elektrody nanesené přímo na měřený vzorek.....	37
4.1.3 Bezdotykové elektrody .....	37
4.2 Dělení dle počtu elektrod.....	37
4.2.1 Třielektrodový systém.....	37
4.2.2 Dvouelektrodový systém .....	38



---

<b>5</b>	<b>Použitá měřicí aparatura .....</b>	<b>39</b>
5.1	Analyzátor dielektrického spektra .....	40
5.2	Použité elektrodové systémy .....	40
5.2.1	<i>Aktivní elektrodový systém ZGS</i> .....	40
5.2.2	<i>Třielektrodový systém BDS 1307</i> .....	43
5.2.3	<i>Dvouelektrodový systém BDS 1308</i> .....	44
5.3	Software pro ovládání měřicího systému a záznam dat .....	47
5.4	Systém pro kontrolu okolní teploty .....	47
<b>6</b>	<b>Měření vybraných dielektrik pomocí BDS .....</b>	<b>48</b>
6.1	Měření dielektrického spektra pevného dielektrika.....	48
6.2	Měření dielektrického spektra kapalného dielektrika.....	52
	<b>Závěr .....</b>	<b>55</b>
	<b>Seznam literatury a informačních zdrojů .....</b>	<b>56</b>
	<b>Příloha .....</b>	<b>1</b>

## Seznam symbolů a zkratek

$C_0$	(F)	kapacita elektrodového systému bez dielektrika
$C_x$	(F)	kapacita elektrodového systému s dielektrikem
$\vec{D}$	(C·m <sup>-2</sup> )	vektor elektrické indukce
$\vec{E}$	(V·m <sup>-1</sup> )	vektor intenzity elektrického pole
$\vec{M}$	(C·m)	dipólový moment
$\vec{P}$	(C·m <sup>-2</sup> )	vektor polarizace
$E_p$	(V·m <sup>-1</sup> )	elektrická pevnost
$f$	(Hz)	frekvence
$j$	(-)	imaginární jednotka
$T$	(°C)	teplota
$tg \delta$	(-)	ztrátový činitel
$\alpha$	(F·m <sup>2</sup> )	polarizovatelnost
$\alpha, \beta, \gamma$	(-)	distribuční parametry
$\gamma$	(S·m <sup>-1</sup> )	konduktivita
$\delta$	(°)	ztrátový úhel
$\Delta V$	(m <sup>3</sup> )	objemový element
$\varepsilon^*$	(-)	komplexní relativní permitivita
$\varepsilon'$	(-)	reálná část komplexní relativní permitivity
$\varepsilon''$	(-)	imaginární část komplexní relativní permitivity

$\varepsilon_0$	(F·m <sup>-1</sup> )	permitivita vakua
$\varepsilon_\infty$	(-)	optická permitivita
$\varepsilon_r$	(-)	relativní permitivita
$\varepsilon_s$	(-)	statická permitivita
$\vartheta$	(K)	teplota
$\kappa$	(-)	dielektrická susceptibilita
$\rho_p$	( $\Omega$ )	povrchová rezistivita
$\rho_v$	( $\Omega \cdot m$ )	vnitřní rezistivita
$\tau$	(s)	doba ustálení polarizace, relaxační doba
$\tau_0$	(s)	relaxační doba s největší pravděpodobností zastoupení
$\omega$	(rad · s <sup>-1</sup> )	kruhový kmitočet
$\omega_m$	(rad · s <sup>-1</sup> )	mezní kruhový kmitočet
ASCII		americký standardní kód pro výměnu informací (American standard code for information interchange)
BDS		širokopásmová dielektrická spektroskopie (broadband dielectric spectroscopy)
CC		Cole-Cole
DS		dielektrická spektroskopie
PEN		polyethylenafalát
PET		polyethylentereftalát

## Úvod

V rámci neustálého pokroku v oblasti elektrotechniky se vyvíjejí stále složitější a komplexnější elektrická zařízení, která musí splňovat svoji funkci s nejvyšší možnou spolehlivostí, bezpečností a životností. Nejkritičtější částí celého zařízení je obvykle jeho dielektrický subsystém. Složitá a důmyslná zařízení vyžadují vývoj a testování vhodných a kvalitních materiálů s příznivými dielektrickými parametry. Tyto materiály musí splňovat požadované parametry pro konkrétní aplikace i přes nepříznivé podmínky okolního prostředí. Vývoj nových perspektivních materiálů je obecně velmi komplexní a pro zjišťování, zda je konkrétní materiál vhodný pro zamýšlenou aplikaci, je potřeba využít rozsáhlou materiálovou diagnostiku. V případě dielektrických materiálů je třeba hodnotit dielektrické, ale také mechanické, termické a případně i další materiálové vlastnosti. Klíčové jsou však u těchto materiálů stále vlastnosti dielektrické a velký důraz je tak kladen právě na diagnostiku chování materiálů v elektrickém poli. Kromě měření elektrické pevnosti, vnitřní a povrchové rezistivity nebo analýzy částečných výbojů je dnes často důležité také hodnocení relativní permitivity, dielektrických ztrát a dalších parametrů v širokém frekvenčním a teplotním spektru. Takovouto diagnostiku umožňuje (širokopásmová) dielektrická spektroskopie. Jedná se o nedestruktivní diagnostickou metodu pro analýzu dielektrik, která slouží jako efektivní nástroj nejen k měření určitých dielektrických parametrů, ale její výstupy umožňují i prozkoumání molekulárních dějů odehrávajících se v dielektriku po jeho vložení do elektrického pole, což otevírá cestu k hlubšímu porozumění těchto dějů.

## 1 Dielektrické materiály

Dielektrikum je látka tvořena z elektricky nabitých částic, které jsou na sebe pevně vázané [1]. Po vložení do vnějšího elektrického pole má dielektrikum schopnost tvorby a existence vlastního vnitřního elektrického pole. Je to tedy látka se schopností se v tomto vnějším elektrickém poli polarizovat [2].

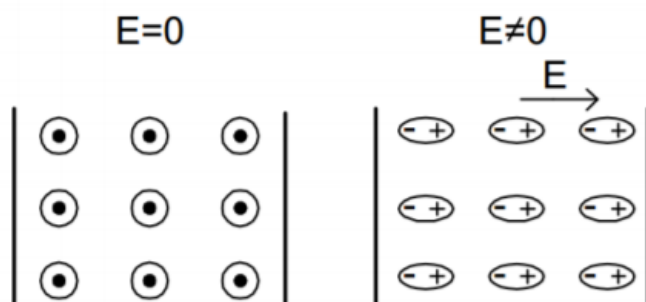
Hlavním parametrem dielektrika je jeho relativní permitivita a používá se například k hromadění energie v kondenzátoru [3, 4]. Podskupinou dielektrik jsou izolanty, jejichž účelem je pouze zabránit průchodu proudu mezi dvěma místy s různým potenciálem [2, 5]. Izolant v ideálním případě neobsahuje žádné volné nosiče elektrického náboje, tím pádem je odpor ideálního izolantu nekonečně velký a neteče jím žádný proud [3]. Dielektrika je možné dělit dle skupenství, polárnosti nebo např. struktury.

Dle skupenství se dielektrika dělí na plynná, kapalná a pevná. U pevných dielektrik podle struktury dále na krystalická, semikrystalická (částečně krystalická) a amorfní (nekrystalická). [2, 6]

Krystalické látky mají dalekosáhlé pravidelné uspořádání částic (molekul, atomů, iontů) v prostoru. Pravidelné vnitřní uspořádání se projeví navenek pravidelným krystalovým tvarem a anizotropií fyzikálních vlastností v závislosti na směru. Částečně krystalická struktura se vyskytuje zejména v pevných polymerních látkách. Ve struktuře se vyskytuje současně stav krystalický i amorfní, přičemž jednotlivé oblasti nelze oddělit od sebe fyzikálně ani chemicky. U amorfních látek je pravidelné uspořádání částic omezeno na krátkou vzdálenost (zhruba  $10^{-8}$  m), na vzdálenostech větších je pravidelnost uspořádání porušena. [6-8]

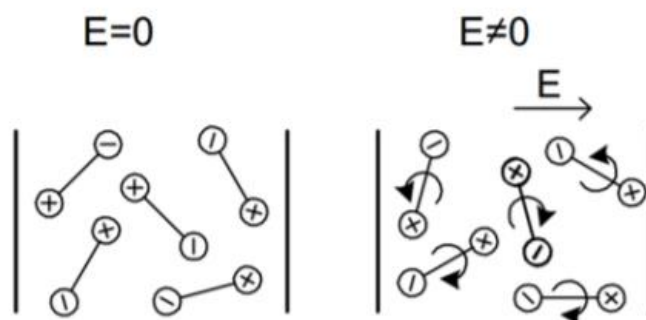
Dle uspořádání vázaných nábojů molekul se dielektrika dělí na polární a nepolární. Polárnost či nepolárnost úzce souvisí s typem vazby mezi jednotlivými atomy, které ji tvoří a dále s jejich prostorovým uspořádáním a složitostí. [2]

**Dielektrika nepolární** jsou bez přiložení vnějšího pole neutrální (nemají dipólový moment) [9]. Mají symetrickou stavbu, která je narušena přiložením elektrického pole, tím se vytvoří elektrický dipól. Při polarizaci se z atomů nebo molekul působením přitažlivé a odpuzivé elektrické síly stanou elektrické dipóly (viz Obr. 1) [4]. U nepolárních dielektrik se projevují pouze rychlé (deformační) polarizace. [3, 10]



Obr. 1: Schéma nepolárního dielektrika před a po vložení do el. pole (převzato z [3]).

**Dielektrika polární** mají nesymetrickou stavbu a stálý elementární dipólový moment i bez přítomnosti elektrického pole [2]. Směr elementárních dipólů je ale neuspořádaný, jejich vzájemné působení se vyruší a dielektrikum se tak jeví neutrálně [4]. V přítomnosti elektrického pole se dipólové molekuly natáčejí do směru tohoto pole a jejich orientace je tím úplnější, čím větší je intenzita elektrického pole a nižší teplota zároveň. Schematický příklad orientace dipólů polárního dielektrika je zobrazen na Obr. 2 [5, 9, 11].



Obr. 2: Schéma dipólů polárního dielektrika před a po vložení do elektrického pole (převzato z [3]).

Polárnost látek je velice důležitá pro určení jejich chování v elektrickém poli, což úzce souvisí s jejich použitím v praxi. Polárnost dielektrik úzce souvisí s polarizacemi, které uvnitř dielektrika probíhají po přiložení vnějšího elektrického pole. S polárností souvisí i hodnota relativní permitivity, která je popsána v kapitole 1.3.1, a velikost dielektrických ztrát popsaných v kapitole 1.3.2 společně s frekvenční a teplotní závislostí těchto parametrů v kapitole 1.4. [2]

## 1.1 Polarizační děje v dielektrikách

Polarizace je děj, který nastane po vložení dielektrika do elektrického pole. Vlivem tohoto pole jsou ionty, jádra atomů a elektrony přitahovány k opačně nabitým elektrodám. Tomuto pohybu ale brání silné vazby mezi molekulami a jejich tepelný pohyb [6]. Jinými slovy je polarizace děj, při kterém dochází k vychýlení vázaných nosičů elektrického náboje z jejich rovnovážných poloh po vložení dielektrika do elektrického pole [12]. Všechny elektrické dipóly mají při polarizaci stejnou polaritu opačnou k polaritě vnějšího elektrického pole [13].

Elektrické pole přiložené k dielektriku působí silou na kladné i záporné náboje dielektrika. Protože jsou dielektrika nevodivá, nedochází k volnému pohybu nábojů, nýbrž k jejich malému lokálnímu posuvu.

Průběh polarizace je v různých materiálech různý a závisí na struktuře a stavbě daného dielektrika. Většinou probíhá v dielektriku více polarizačních mechanismů a celkový průběh je superpozicí jednotlivých polarizací. Před samotným rozdělením polarizací do jednotlivých skupin se následující podkapitoly zabývají makroskopickým a makroskopickým pohledem na polarizaci dielektrika. [2]

### 1.1.1 Makroskopický pohled na polarizaci dielektrika

V tomto případě je předmětem zájmu výsledek polarizace, kterým je vznik vázaného náboje na povrchu zpolarizovaného dielektrika. Objem dielektrika jako celek tím získá dipólový moment. Zpolarizované dielektrikum je popsáno na základě makroskopického pohledu vektorem polarizace  $\vec{P}$  ( $\text{C}\cdot\text{m}^{-2}$ ), který představuje součet dipólových momentů zorientovaných ve směru pole k objemu materiálu dle vztahu

$$\vec{P} = \lim_{\Delta V \rightarrow 0} \frac{\Delta \vec{M}}{\Delta V}, \quad (1)$$

kde  $\vec{M}$  ( $\text{C}\cdot\text{m}$ ) je dipólový moment objemového elementu  $\Delta V$  ( $\text{m}^3$ ). [2]

Samotné vnitřní děje v dielektriku nejsou předmětem zájmu makroskopického pohledu, hodnotí se pouze vnější projevy polarizačních procesů. Jednou z nejdůležitějších veličin makroskopického pohledu je relativní permitivita  $\epsilon_r$ . [2]

Veličiny  $\vec{E}$ ,  $\vec{D}$  a  $\vec{P}$  jsou vázány vztahem

$$\vec{D} = \varepsilon_0 \cdot \vec{E} + \vec{P}, \quad (2)$$

kde  $\varepsilon_0 = 8,854 \cdot 10^{-12} \text{ F} \cdot \text{m}^{-1}$  je permitivita vakua,  $\vec{E}$  ( $\text{V} \cdot \text{m}^{-1}$ ) je vektor intenzity elektrického pole a  $\vec{D}$  ( $\text{C} \cdot \text{m}^{-2}$ ) je vektor elektrické indukce. [14]

Pro izotropní dielektrikum a homogenní pole platí pro polarizaci vztah

$$\vec{P} = \varepsilon_0 \cdot \kappa \cdot \vec{E} = \varepsilon_0 \cdot (\varepsilon_r - 1) \cdot \vec{E}, \quad (3)$$

kde  $\kappa$  (-) je dielektrická susceptibilita a  $\varepsilon_r$  (-) je relativní permitivita. [2]

Pomocí vztahů (2) a (3) lze vyjádřit elektrickou indukci [15]

$$\vec{D} = \varepsilon_0 \cdot \varepsilon_r \cdot \vec{E}. \quad (4)$$

Elektrická indukce charakterizuje elektrické pole v dielektriku na základě vnějších zdrojů. Elektrické náboje vázané v dielektriku nejsou započteny. [15]

### 1.1.2 Mikroskopický pohled na polarizaci dielektrika

Při tomto pohledu je dielektrikum chápáno jako systém sestávající z podřízených elementů, jimiž jsou nosiče elektrického náboje. Mikroskopické hledisko nabízí pohled na polarizaci dielektrika jako na pružný pohyb více či méně vázaných nosičů náboje. Na vnitřní struktuře látky závisí možnost, rychlost a vzdálenost pohybu elektrického nosiče náboje. [2]

Veličinou, která charakterizuje polarizační jevy z mikroskopického hlediska je polarizovatelnost  $\alpha$  ( $\text{F} \cdot \text{m}^2$ ), která udává míru změny systému dielektrika ve vnějším poli při polarizování. Projevem mikroskopické polarizace je vznik nových dipólových momentů nebo orientace stávajících dipólových momentů. [2, 3]

**Vznik nových dipólových momentů** je podmíněn působením vnějšího elektrického pole na dielektrikum. Nové dipóly se též nazývají indukované dipóly. Těžiště kladného a záporného náboje splývají bez působení elektrického pole. Pokud se dielektrikum v elektrickém poli nachází, těžiště se vzájemně posunou a vznikne dipólový moment. Po skončení působení vnějšího elektrického pole zanikají indukované dipólové momenty a nosiče elektrického náboje se vrací na svá původní místa. [2, 3]

**Orientace již existujících dipólových momentů** nastane v případě, kdy dielektrikum má stálé dipólové momenty i bez přítomnosti vnějšího elektrického pole.

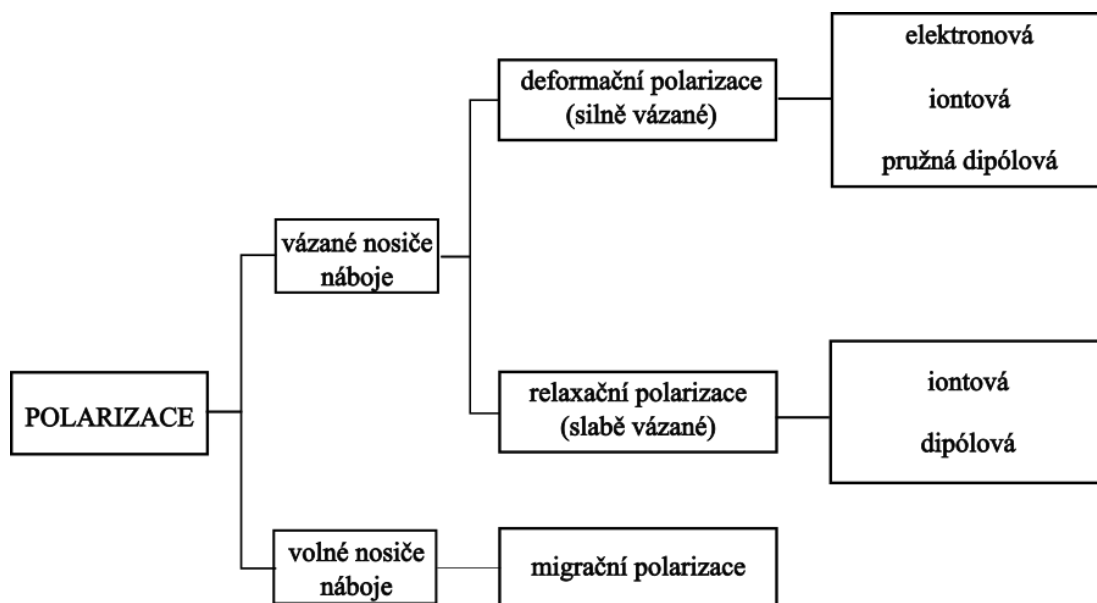


Nevznikají nové dipólové momenty, pouze dojde k natočení stávajících souhlasně ve směru přiloženého elektrického pole a změně jejich velikosti. [2]

## 1.2 Základní dělení polarizací

Polarizace lze dělit dle různých hledisek. Prvním hlediskem je to, zda je k polarizaci nutná přítomnost vnějšího elektrického pole. Některá dielektrika mohou být zpolarizována i bez jeho přítomnosti působením jiných vlivů [2]. Prvním případem je piezoelektrická polarizace probíhající v piezoelektrikách vlivem jejich mechanického namáhání. Druhým případem je spontánní polarizace vyskytující se u elektretů, dielektrik schopných udržet ve svém okolí stálé elektrické pole. Třetím případem je pyroelektrická polarizace. Jedná se o spontánní polarizaci kompenzovanou povrchovým nábojem, jehož hustota závisí na teplotě [2, 16]. Jelikož se tato práce zabývá měřením v přítomnosti elektrického pole, není potřebné výše uvedené polarizace detailněji rozebírat.

Druhou skupinou jsou polarizace s působením vnějšího elektrického pole (Obr. 3), které se dělí dle nosičů elektrického náboje podílejících se na konkrétním polarizačním mechanismu. Jedná-li se o posun silně vázaných nosičů náboje, tak se hovoří o deformační polarizaci (viz kapitola 1.2.1). Podílejí-li se naopak na polarizaci slabě vázané nosiče náboje, dochází k relaxační polarizaci, která je přiblížena v kapitole 1.2.2. Na polarizaci se mohou podílet také volné nosiče elektrického náboje, což způsobí migrační polarizaci popsanou v kapitole 1.2.3. [2]



Obr. 3: Druhy polarizačních mechanismů (převzato z [2] a upraveno).

### 1.2.1 Deformační polarizace

Deformační polarizace je výsledkem posunu silně vázaných nosičů náboje. Nosičem náboje je v tomto případě elektron, iont, nebo i stálý dipól. Nosič náboje je v atomu, molekule, či krystalu držen tak pevně, že vnější elektrické pole může posunout tento nosič jen na minimální vzdálenost z jeho rovnovážné polohy. Deformační polarizace probíhá bez ztrát energie v dielektriku a je prakticky nezávislá na teplotě i frekvenci. Po odeznění vnějšího elektrického pole se náboje okamžitě navrátí do svého původního stavu. V některé literatuře se deformační polarizace označuje jako pružná, rychlá nebo také elastická. [2, 4, 12]

#### Elektronová deformační polarizace

Nepůsobí-li na atom elektrické pole, atom není polarizovaný a nemá dipólový moment. Pokud se látka naopak v elektrickém poli nachází, budou na kladný náboj jádra a na záporný náboj obalu (elektrony) působit elektrostatické Coulombovské síly opačného směru. Tím dojde k posunu elektronového obalu vůči jádru o určitou vzdálenost, která je závislá na síle lokálního elektrického pole a síle vazby elektronů k jádru. Vzdálenosti posunů jsou minimální a nepřesahují rozměry atomu. Tento posun způsobí vznik indukovaného dipólového momentu, který závisí kromě intenzity elektrického pole také na polarizovatelnosti látky. Doba ustálení  $\tau$  této polarizace je mezi  $10^{-13}$  a  $10^{-16}$  sekund. Z toho vyplývá, že pro běžně používané frekvence se tato polarizace jeví jako frekvenčně nezávislá. Protože daný polarizační děj probíhá uvnitř atomů a není ovlivňován jejich pohybem, lze usoudit, že se zde nevyskytuje tepelná závislost ani ztráty při polarizaci. K elektronové polarizaci dochází vždy, vyskytuje se u všech látek a ve všech skupenstvích. [2]

#### Iontová deformační polarizace

Dochází k pohybu pružně vázaných iontů, které jsou součástí všech izolantů tvořených z molekul s atomy vázanými iontovou vazbou. Základním rozdílem od elektronové polarizace je existence dipólových momentů i bez existence vnějšího elektrického pole. Tyto permanentní dipólové momenty jsou důsledkem struktury dielektrika tvořeného iontovými krystaly. Doby ustálení jsou delší než u elektronové polarizace a pohybují se v rozmezí  $10^{-13}$  až  $10^{-12}$  s. Opět se jedná o frekvenčně nezávislou a bezeztrátovou polarizaci. [2, 16]

### 1.2.2 Relaxační polarizace

Vyznačuje se delší dobou průběhu než deformační polarizace a ztrátami. Vzdálenosti, o které se slabě vázané nosiče náboje posunou, jsou větší. Důležitou roli hraje teplota ovlivňující tepelný pohyb nosičů elektrického náboje, v jehož důsledku nosiče náboje snadno překonávají potenciálové bariéry mezi jednotlivými polohami. Relaxační mechanismy jsou úzce spjaty s mechanismy polarizace a vnitřní strukturou dielektrika na molekulární úrovni. Tepelný pohyb nosičů náboje je chaotický, všechny jejich možné polohy jsou stejně pravděpodobné, tudíž nedochází k nerovnoměrnému rozložení. Přiložením vnějšího elektrického pole dojde k nerovnoměrnému rozložení náboje a vznikne dipólový moment. Průběh polarizace materiálu s jedním dominantním relaxačním mechanismem má exponenciální tvar. Z toho vyplývá, že k ustálenému stavu se látka blíží asymptoticky. Význačným parametrem tohoto přechodového děje je relaxační doba  $\tau$ . V důsledku existence více různých elektrických dipólů (případně iontů či elektronů) v dielektriku se vyskytuje více polarizací s odlišnými mechanismy. [2, 14, 17]

#### Iontová relaxační polarizace

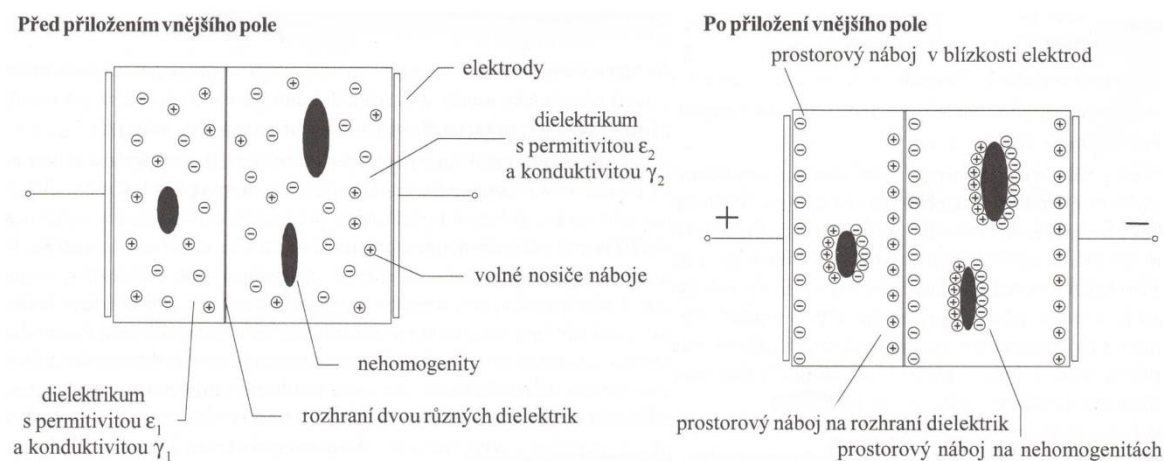
Vyskytuje se u látek složených z iontů (nebo látek ionty obsahující ve formě příměsí a nečistot), které jsou slabě vázány k sousedním stavebním částicím látky a jsou tedy velmi citlivé na elektrické pole. Vzhledem k delším časům potřebným k ustálení je iontová relaxační polarizace frekvenčně závislá. Tepelný pohyb částic výrazně ovlivňuje polarizační účinek elektrického pole, tím pádem je tato polarizace také tepelně závislá. Při vyšších teplotách převládá tepelný chaotický pohyb slabě vázaných částic nad snahou elektrického pole o jejich uspořádání a polarizace tím pádem klesá. Doba ustavení je  $10^{-12}$  až  $10^{-8}$  s. [2, 17]

#### Dipólová relaxační polarizace

Vyskytuje se v polárních látkách s velmi slabě vázanými dipólovými molekulami, které se vlivem elektrického pole snadno natočí do směru siločar působícího pole. Tento proces se někdy nazývá tepelná orientační polarizace. Ustálený stav je charakterizován nerovnoměrným rozmístěním dipólových momentů. V natočení dipólů brání tepelný pohyb částic, z čehož vyplývá, že tato polarizace je tepelně závislá a ztrátová. Doba ustavení je  $10^{-12}$  až  $10^{-8}$  s. [2, 17]

### 1.2.3 Migrační polarizace

Migrační polarizace se vyskytuje u látek s makroskopickými nehomogenitami. Za takové látky se považují i znečištěné látky. Jedná se o nejpomalejší polarizační mechanismus, je provázen ztrátami a je tepelně závislý. Podmínkou vzniku je migrace volných nosičů elektrického náboje kumulujících se na rozhraní vrstev, což vede ke vzniku prostorového náboje, jehož nerovnoměrné rozložení vede ke vzniku dipólového momentu [5]. Volné nosiče náboje v dielektriku vznikají hlavně jejich vstříkáním z elektrod. Tento jev je patrný zejména u polymerních materiálů a dominantním nosičem volného náboje je buď elektron, nebo díra (dle konkrétního polymeru) [2]. Výsledná permitivita je funkcí vlastností jednotlivých složek i jejich vzájemného prostorového rozložení [14]. Ukazuje se, že vliv migrační polarizace je velmi významný a svým významem převyšuje ostatní polarizační mechanismy [18]. Schematicky jsou zobrazeny poměry před a po vložení dielektrika do elektrického pole na Obr. 4.



Obr. 4: Vznik prostorového náboje v nehomogenním dielektriku (převzato z [2]).

## 1.3 Parametry využívané při hodnocení dielektrik

Mezi základní parametry popisující dielektrikum se řadí permitivita  $\epsilon$ , ztrátový úhel  $\delta$ , vnitřní rezistivita  $\rho_v$ , povrchová rezistivita  $\rho_p$  a elektrická pevnost  $E_p$ . Permitivitu lze dále rozdělit na relativní permitivitu  $\epsilon_r$  a permitivitu vakua  $\epsilon_0$  a ve střídavém elektrickém poli lze definovat komplexní permitivitu  $\epsilon^*$ . Dále je popsána pouze permitivita a ztrátový činitel, ostatní parametry nejsou předmětem zájmu při představování dielektrické spektroskopie.

### 1.3.1 Permitivita

**Permitivita**  $\varepsilon$  (popsána vztahem (5)) je fyzikální bezrozměrná veličina udávající poměr mezi vektorem elektrické indukce a vektorem intenzity elektrického pole [1].

$$\varepsilon = \frac{\vec{D}}{\vec{E}} \quad (5)$$

**Relativní permitivita**  $\varepsilon_r$ , dříve též nazývána dielektrická konstanta, je bezrozměrná veličina udávající kolikrát je permitivita materiálu větší než permitivita vakua [17, 19].

$$\varepsilon_r = \frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} \quad (6)$$

Relativní permitivita uvádí, kolikrát je stejnosměrné elektrické pole zeslabeno v daném materiálu oproti vakuu. Dielektrikum s vyšší permitivitou je tedy méně namáháno polem. Relativní permitivita též uvádí, jak efektivně dokáže dané dielektrikum akumulovat energii v elektrickém poli. Závisí na druhu dielektrika, na fyzikálních podmínkách (teplota, tlak). Pro vakuum je  $\varepsilon_r = 1$ , pro všechny ostatní látky je  $\varepsilon_r > 1$ . [20, 21]

Relativní permitivita lze vyjádřit též vztahem

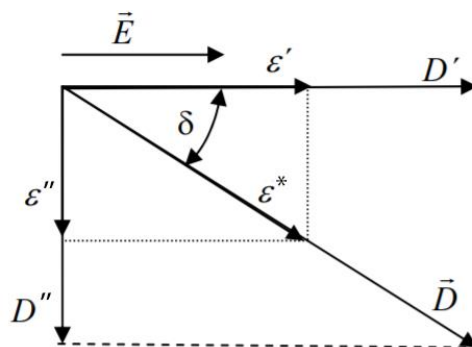
$$\varepsilon_r = \frac{C_x}{C_0}, \quad (7)$$

kde  $C_x$  je kapacita kondenzátoru s konkrétním dielektrikem a  $C_0$  je kapacita kondenzátoru bez dielektrika (dielektrikem je vzduch s relativní permitivitou přibližně 1). [19]

**Komplexní relativní permitivita**  $\varepsilon^*$  popisuje vliv střídavého pole na dielektrikum. Ukazuje se, že indukovaný dipólový moment uvnitř dielektrika, který souvisí s vektorem elektrické indukce na základě vztahů a , má určitý fázový posun vůči vektoru intenzity elektrického pole. Z toho důvodu se pro popis dielektrika ve střídavém poli zavádí komplexní permitivita vyjádřena vztahem (8). Zmíněný fázový posun a jednotlivé složky komplexní permitivity jsou graficky znázorněny na Obr. 5

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - j\varepsilon''(\omega), \quad (8)$$

kde  $\varepsilon^*(\omega)$  je komplexní relativní permitivita,  $\varepsilon'(\omega)$  je reálná složka komplexní relativní permitivity a  $\varepsilon''(\omega)$  je imaginární složka komplexní relativní permitivity ( $j = \sqrt{-1}$ ). [17]



Obr. 5: Grafická interpretace komplexní permitivity (převzato z [2]).

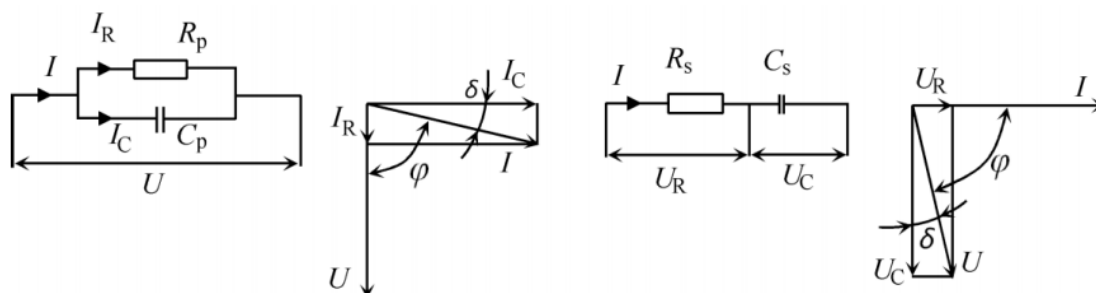
Reálná i imaginární složka komplexní permitivity mají svůj fyzikální význam. Reálná složka  $\varepsilon'(\omega)$  zastupuje energii akumulovanou v dielektriku ve střídavém poli. Imaginární složka  $\varepsilon''(\omega)$  reprezentuje ztráty během jedné periody a nazývá se též ztrátové číslo [1]. Komplexní permitivita nepolárního dielektrika nemá imaginární část a přestává být „komplexní“. Její reálná část není frekvenčně závislá [2]. Frekvenční a teplotní závislosti sledovaných parametrů dielektrik jsou popsány v kapitole 1.4.

### 1.3.2 Dielektrické ztráty a ztrátový činitel

Dielektrické ztráty lze popsat jako přeměnu energie v dielektriku na teplo. To je samozřejmě nežádoucí jev, protože ohřívání dielektrika mění jeho vlastnosti a přispívá k dalším ztrátám, což by v krajním případě mohlo vést až k průrazu dielektrika. Dielektrické ztráty záleží na struktuře dielektrika, příměsích, skupenství, obsahu nečistot, relativní permitivitě, ale i na frekvenci a teplotě. U nelineárních dielektrik závisí i na intenzitě přiloženého elektrického pole. [10, 14, 22]

V dielektriku se objevuje několik typů ztrát energie. Prvním typem ztrát energie v dielektriku jsou vodivostní ztráty. Jejich příčinou je tok elektronů dielektrikem, který je způsoben nedokonalostí dielektrika. Každé dielektrikum má totiž určitou, zpravidla velice nízkou, elektrickou vodivost způsobenou přítomností určitého množství volných nosičů náboje. Druhým typem jsou polarizační ztráty. Příčinou jejich vzniku je změna rozložení elektrického náboje v dielektriku působením proměnného (střídavého) elektrického pole – projeví se výše popsané ztrátové polarizace. Posledním typem jsou ionizační ztráty, ty se vyskytují u plynů nebo tuhých a kapalných dielektrik obsahující plyny (například nehomogenní pevný izolant s dutinkou, ve které může být vzduch). [5, 6, 23]

Vyjádření velikosti ztrátového činitele souvisí s náhradními obvody kondenzátoru a fázorovými diagramy na Obr. 6. V ideálním dielektriku by měl proud předbíhat o  $90^\circ$  před napětím. Vlivem ztrát, reprezentovaných činným odporem, je tento úhel menší než  $90^\circ$  o ztrátový úhel  $\delta$ , který je zobrazen v Obr. 6. [17, 22]



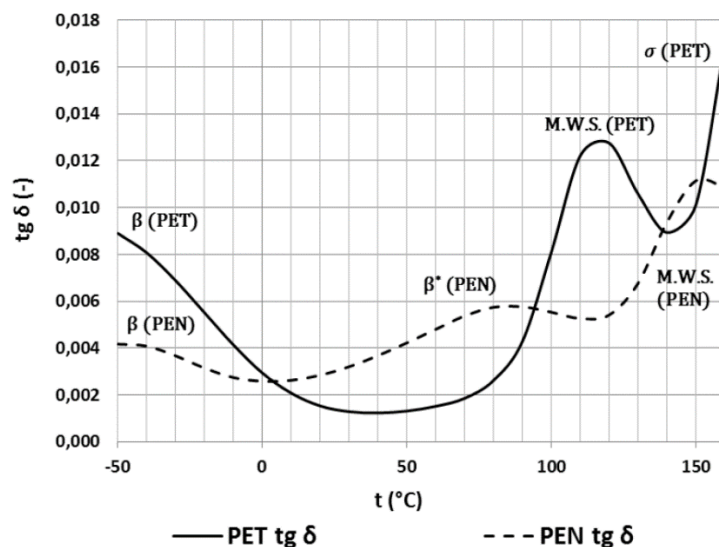
Obr. 6: Paralelní (vlevo) a sériový (vpravo) náhradní obvod kondenzátoru s fázorovými diagramy (převzato z [17]).

Ztráty v dielektriku mohou být kromě imaginární složky komplexní permitivity  $\varepsilon''$  reprezentovány pomocí ztrátového úhlu  $\delta$  nebo častěji ztrátového činitele  $\operatorname{tg} \delta$  (bezrozměrná veličina) vyplývajícího z Obr. 5. Ztrátový činitel lze vypočítat ze vztahu [17, 23, 24]

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'}. \quad (9)$$

Pro dielektrika s malými ztrátami vychází  $\operatorname{tg} \delta \rightarrow 0$  [23]. Dielektrické ztráty jsou jedním z nejdůležitějších parametrů při výběru dielektrika pro konkrétní účely [3]. Dielektrické ztráty jsou vyšší v materiálech s vysokou permitivitou, což komplikuje jejich využití v praxi [25].

Jako příklady použití, kde závisí na ztrátovém činiteli, lze uvést izolaci vysokonapěťových kabelů nebo speciální vysokofrekvenční aplikace v telekomunikacích. Jako konkrétní příklad lze použít Obr. 7, kde je možné pozorovat změny  $\operatorname{tg} \delta$  dvou polymerních materiálů (PET a PEN folie) v závislosti na teplotě, kde lze pozorovat nižší ztrátový činitel PET folie při  $50^\circ\text{C}$  než PEN folie. Při teplotách od  $100^\circ\text{C}$  má však nižší  $\operatorname{tg} \delta$  PEN folie. To je způsobeno různými polarizačními mechanismy probíhajícími v těchto dvou materiálech. Rozdíly v materiálech jsou způsobeny jejich odlišnou strukturou, kdy se jiné molekulární skupiny začnou pohybovat při různých frekvencích. [26]



Obr. 7: Ukázka závislosti ztrátového činitele na teplotě dvou polymerních materiálů (PET a PEN folie) (převzato z [27]).

Představované frekvenční závislosti lze měřit právě pomocí dielektrické spektroskopie a následně je možné detailně hodnotit reakce materiálů na působení elektrického pole. Tento postup nám umožní najít pro danou aplikaci co nejvhodnější materiál s nejnižším ztrátovým činitelem. [26]

#### 1.4 Frekvenční a teplotní závislost relativní permitivity a ztrátového činitele

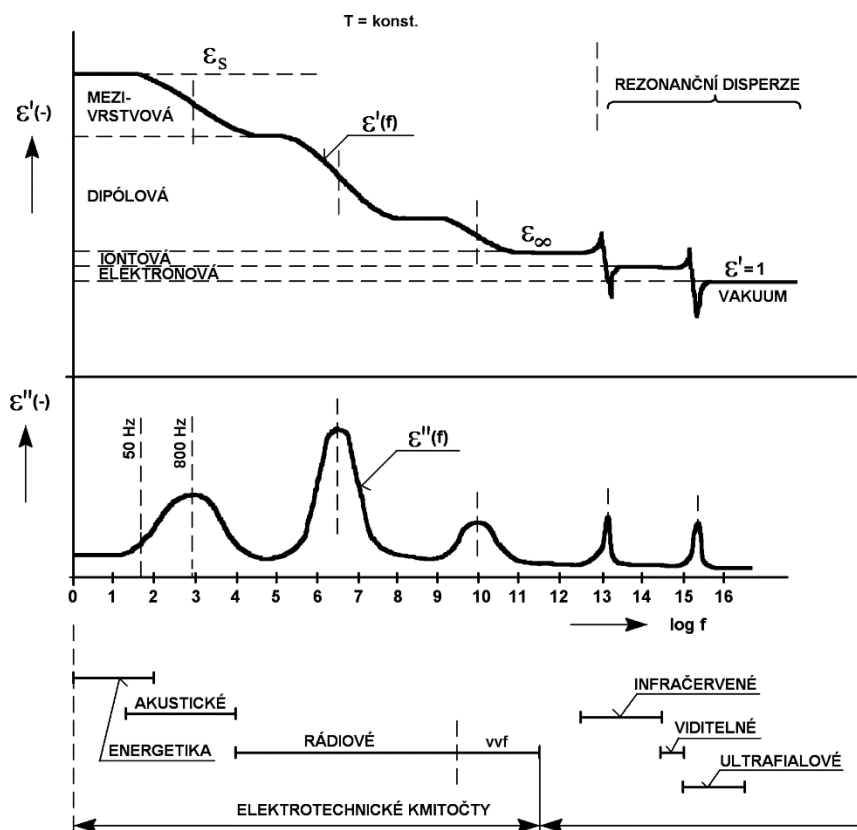
Polárnost či nepolárnost dielektrika zásadně určuje jeho chování ve vnějším elektrickém poli. Jak bylo již uvedeno, tak polárnost souvisí s polarizacemi, které se v dielektriku odehrávají. Při rostoucí frekvenci dochází k tomu, že polarizační děje polárního dielektrika nestíhají sledovat rychlé změny elektrického pole okamžitě, ale s určitým zpožděním. Tento jev se nazývá dielektrická relaxace. V nepolárním dielektriku (viz kapitola 1) probíhají pouze deformační polarizace. To znamená, že frekvenční a teplotní závislost polarizace nepolárního dielektrika se neprojeví. [1, 2, 28]

Míra příspěvku jednotlivých polarizací k permitivitě dielektrika je zobrazena na Obr. 8. Frekvenční závislost komplexní permitivity na tomto obrázku se nazývá též dielektrické spektrum. Je nutné si uvědomit, že jednotlivé druhy polarizací nepřispívají k permitivitě dielektrika stejnou měrou ani v celém frekvenčním rozsahu. Při nejnižších kmitočtech přispívají k reálné složce komplexní relativní permitivity  $\epsilon'$  všechny uvažované druhy polarizací, takže permitivita zde má nejvyšší hodnotu  $\epsilon_s$  (statická permitivita).



Statická permitivita je permitivita při nulovém kmitočtu, tedy shodná s hodnotou  $\epsilon_r$  ve stejnosměrném poli. Při sledování závislosti komplexní permitivity se při nejvyšších (optických) frekvencích projevují pouze deformační (rychlé) polarizace a hodnota permitivity se blíží  $\epsilon_\infty$ . Optická permitivita je tedy permitivita při frekvencích z optického spektra (THz). Se snižováním frekvence se postupně objevují další polarizační mechanismy s delší dobou ustálení, tedy relaxační polarizace. Při nízkých frekvencích (řádově stovky nebo desítky Hz) se již projevují i migrační polarizace. Ztrátové číslo neboli imaginární část komplexní relativní permitivity probíhá různě velkými maximy podle toho, jak který relaxační mechanismus přispívá ke ztrátám v dielektriku. [2]

Z Obr. 8 je patrné, že vše, co je z hlediska sledovaných dějů významné se odehrává v oblasti poklesu hodnoty reálné části komplexní relativní permitivity. Tuto oblast nazýváme oblastí dielektrické disperze a je podrobněji znázorněna na Obr. 12. Hodnoty statické a optické permitivity jsou používány v matematických modelech popsanych v kapitole 2. [2]

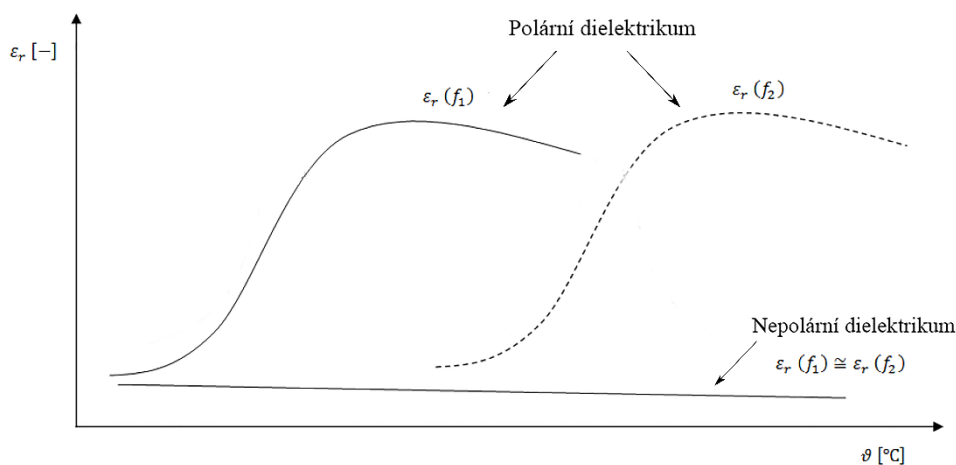


Obr. 8: Frekvenční závislost reálné a imaginární složky komplexní relativní permitivity polárního dielektrika se třemi relaxačními maximy při konstantní teplotě (převzato z [11] a upraveno).

### 1.4.1 Závislost relativní permitivity na teplotě

Relativní permitivita nepolárního dielektrika není závislá na teplotě ani frekvenci, protože se u něj projevují pouze rychlé deformační polarizace. U nepolárního dielektrika dochází pouze k nepatrnému poklesu relativní permitivity vlivem tepelné roztažnosti dielektrika, což naznačuje nepatrný pokles  $\epsilon_r$  respektive  $\epsilon'$  v Obr. 9 naznačený rovnou čarou ve spodní části průběhu. Díky teplotní roztažnosti klesá počet atomů v jednotkovém objemu dielektrika a tím se sníží počet indukovaných dipólů. [1]

Naopak polární dielektrika a jejich relativní permitivita jsou ovlivněny prostředím, ve kterém probíhá polarizace. Čas a energetické nároky potřebné k posuvu dipólů do jejich krajních poloh jsou závislé na teplotě a frekvenci. Důležitou roli sehrává vnitřní viskozita materiálu, která udává možnosti posuvu elektrických dipólů do směru vnějšího pole. V teplotní závislosti (Obr. 9) se s vyšší teplotou zvýší  $\epsilon_r$ , protože při rostoucí teplotě klesá vnitřní viskozita látky. [1]

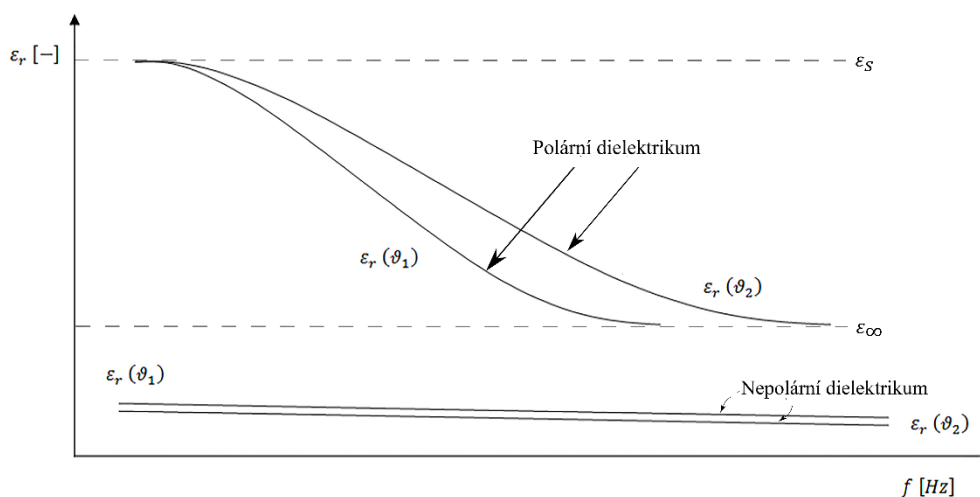


Obr. 9: Teplotní závislost relativní permitivity polárního a nepolárního dielektrika pro dvě frekvence ( $f_1 < f_2$ ) při konstantním napětí (převzato z [1] a upraveno).

### 1.4.2 Závislost relativní permitivity na frekvenci

U nepolárního dielektrika není relativní permitivita frekvenčně závislá, protože u něj probíhají pouze rychlé (deformační) polarizace. Čas a energetické nároky potřebné k posunutí dielektrika jsou závislé na frekvenci i teplotě. Hlavní roli sehrává vnitřní viskozita, která určuje možnost natáčení dipólů ve směru vnějšího pole. Vnitřní viskozita závisí na přitažlivých silách mezi molekulami (dipóly). Proto obecně kapalná dielektrika

dosahují vyšší hodnoty relativní permitivity než pevná dielektrika. Zvyšování frekvence způsobí, že se dipóly přestanou stíhat natáčet a klesá hodnota polarizace a tedy i relativní permitivity. Vyšší teplota se projeví posunutím křivky pro polární dielektrikum do vyšších kmitočtů. To je způsobeno snížením viskozity při vyšší teplotě, což umožní dipólům při stejné frekvenci natočit se rychleji a látka tak má vyšší hodnotu relativní permitivity. [3]

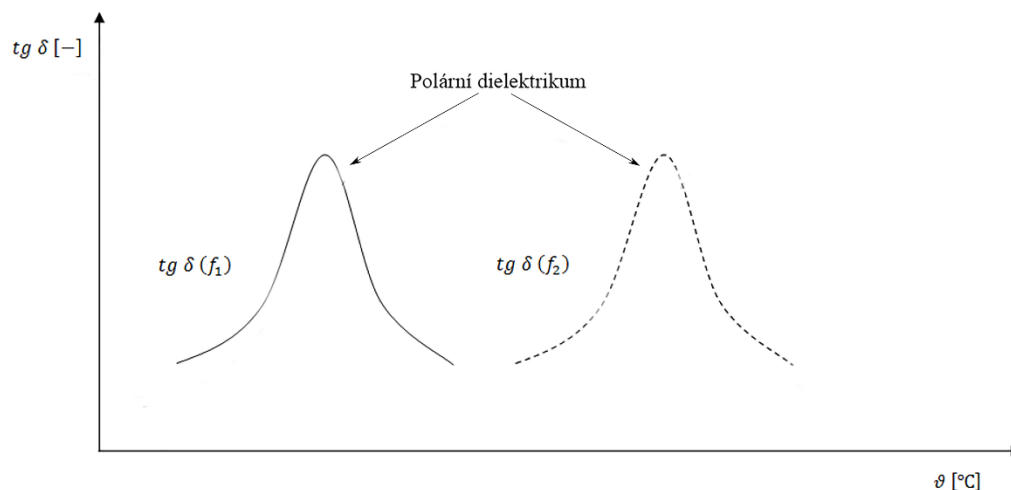


Obr. 10: Frekvenční závislost relativní permitivity polárního a nepolárního dielektrika pro dvě teploty ( $\theta_1 < \theta_2$ ) při konstantním napětí (převzato z [1] a upraveno).

### 1.4.3 Závislost ztrátového činitele na teplotě

U nepolárního dielektrika se vyskytuje pouze polarizace atomů, což způsobí pouze nepatrné ztráty a ztrátový činitel je tak téměř nulový (není zobrazen). Vodivostní ztráty nejsou uvažovány. Naopak u polárního dielektrika může být změna ztrátového činitele značná a může mít významný vliv na použití materiálu v praxi. V úzkém rozmezí teplot dochází k prudkému nárůstu a poté poklesu ztrátového činitele (viz Obr. 11). Pokud změníme frekvenci napětí z konstantní hodnoty  $f_1$  na vyšší hodnotu  $f_2$  průběh ztrátového činitele se posune do vyšších teplot. Při nízké teplotě je vysoká viskozita látky a dipóly se obtížně pohybují. Malý rozkmit dipólů vede k nízké relativní permitivitě a k malé spotřebě energie, takže je malý i ztrátový činitel. Když roste teplota, snižuje se viskozita. Tím se zvětšuje natočení dipólů, a tedy i polarizace, relativní permitivita a ztráty. Růst ztrát je způsoben tím, že prostředí má stále ještě poměrně vysokou hodnotu viskozity a klade dipólům, které mají již větší výchylky, stále velký odpor. Další růst teploty způsobí další snížená viskozity a dipólům již není kladen takový odpor při jejich natáčení. Ztrátový činitel klesá. Vodivostní ztráty nejsou uvažovány. [3]

Maximum průběhu imaginární složky permitivity je v inflexním bodě poklesu průběhu reálné složky permitivity, vrchol ztrátového činitele je posunut a je definován nejen relaxační dobou ale také poměrem  $\varepsilon_s$  a  $\varepsilon_\infty$ . [2]



Obr. 11: Teplotní závislost ztrátového činitele polárního a nepolárního dielektrika pro dvě frekvence ( $f_1 < f_2$ ) při konstantním napětí (převzato z [1] a upraveno).

## 2 Matematické modely relaxačních polarizací

Popis chování dielektrika ve střídavém elektrickém poli je komplikován nutností vzít v úvahu kinetické vlastnosti částic. Jejich setrvačnost způsobuje fázové zpoždění vektoru elektrické indukce  $\vec{D}$  za vektorem intenzity elektrického pole  $\vec{E}$  o úhel  $\delta$  (již dříve znázorněný v Obr. 5). [3] Relaxační polarizace nastane s určitým zpožděním. Dielektrické relaxační procesy jsou analyzovány pomocí matematických modelů. Modely popisující chování dielektrik po jejich vložení do elektrického pole jsou užitečné pro předpověď standardních či anomálních jevů a umožňují získat informace vedoucí k úpravě struktury dielektrika, a tak k optimalizaci jeho požadovaných vlastností. [29]

Relaxační doba  $\tau$  je spojena s kmitočtovou závislostí komplexní permitivity (Obr. 12). Při kmitočtu vyznačeném  $\omega_m$  dosahuje imaginární složka komplexní relativní permitivity maxima. Relaxační doba je získána jednoduše ze vztahu [18]

$$\tau = \frac{1}{\omega_m} = \frac{1}{2\pi f_m}. \quad (10)$$

Nejjednodušším případem popisu dielektrického spektra (závislosti komplexní relativní permitivity na frekvenci) je Debyeova rovnice, které se věnuje následující kapitola.

## 2.1 Základní Debyeova rovnice

Kmitočtovou závislost komplexní permitivity ztrátového dielektrika podle Debyeovy teorie, kdy se předpokládá existence jedné relaxační doby  $\tau$  a jednoho polarizačního mechanismu, lze zapsat ve tvaru [30, 31]

$$\varepsilon^*(j\omega) = \varepsilon'(\omega) - j\varepsilon''(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + j \cdot \omega \cdot \tau}, \quad (11)$$

kde  $\varepsilon_s$  je statická relativní permitivita pro případ  $\lim_{\omega \rightarrow 0} \varepsilon(\omega) \rightarrow \varepsilon_s$ ,  $\varepsilon_\infty$  je optická relativní permitivita pro případ  $\lim_{\omega \rightarrow \infty} \varepsilon(\omega) \rightarrow \varepsilon_\infty$  a  $\tau$  je relaxační doba.

Rozdělením rovnice (11) na reálnou a imaginární část komplexní permitivity a následnou úpravou získáme vztahy pro

reálnou část komplexní permitivity [32]

$$\varepsilon' = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + \omega^2 \cdot \tau^2}, \quad (12)$$

imaginární část komplexní permitivity [32]

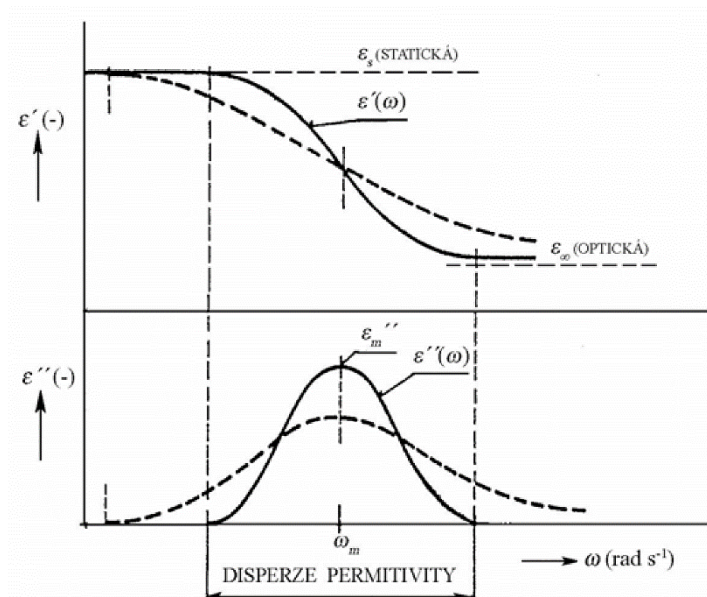
$$\varepsilon'' = \frac{(\varepsilon_s - \varepsilon_\infty) \cdot \omega \cdot \tau}{1 + \omega^2 \cdot \tau^2} \quad (13)$$

a ztrátový činitel [32]

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} = \frac{(\varepsilon_s - \varepsilon_\infty) \cdot \omega \cdot \tau}{\varepsilon_s + \varepsilon_r \cdot \omega^2 \cdot \tau^2}. \quad (14)$$

Závislost reálné složky komplexní relativní permitivity  $\varepsilon'$  a ztrátového čísla  $\varepsilon''$  v závislosti na frekvenci pro jednu relaxační dobu je zobrazena na Obr. 12, tyto průběhy jsou zobrazením rovnic (12) a (13). Lze si všimnout, že permitivita klesne, když daný polarizační mechanismus přestane stíhat sledovat rychlé změny proměnného elektrického pole. Zatímco závislost  $\varepsilon' = f(\omega)$  má inflexní bod při  $\omega_m = \frac{1}{\tau}$ , závislost  $\varepsilon'' = f(\omega)$  má při této frekvenci maximum. Dielektrické ztráty klesají při hodnotách blízkých se nule a nekonečnu. Relativní permitivita má při frekvencích blízkých se nule hodnotu  $\varepsilon_s$ , zatímco při frekvencích blízkých se nekonečnu má hodnotu  $\varepsilon_\infty$ . Oblast, ve které relativní permitivita klesá s frekvencí, se nazývá oblast dielektrické disperze. Čárkované průběhy v Obr. 12

odpovídají vztahu (16) pro distribuci relaxačních časů. Čím je rozptyl relaxačních dob větší, tím pozvolněji klesá  $\varepsilon'(\omega)$  a tím nižší a širší je průběh  $\varepsilon''(\omega)$ . [11, 14, 25, 33]



Obr. 12: Průběh složek komplexní permitivity v závislosti na kmitočtu při jedné relaxační době (převzato z [11]).

Je důležité připomenout, že Debyeova rovnice (11) popisuje chování dielektrika pouze pro jeden mechanismus polarizace a za podmínky, že se dipóly vzájemně neovlivňují, mají všechny stejnou relaxační dobu a  $\varepsilon_s - \varepsilon_\infty < 1$ . Pro realističtější popis chování reálných dielektrik, ve kterých se objevuje více polarizačních mechanismů, byly empiricky odvozeny rovnice v kapitole 2.3. [3, 32]

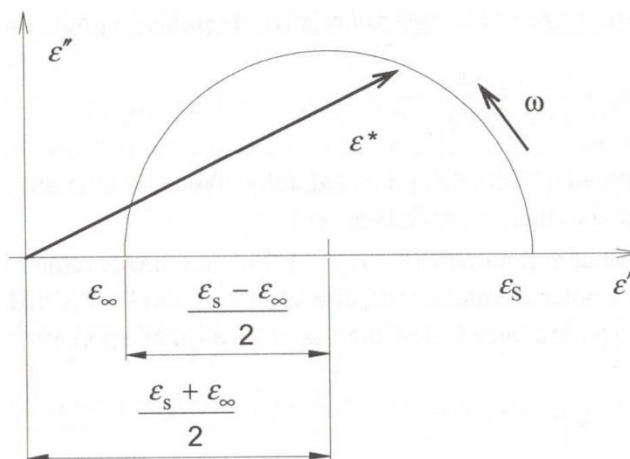
## 2.2 Cole-Cole diagram

Většina dielektrik nespĺňuje předpoklady Debyeovy teorie o existenci jedné relaxační doby, a tak byly odvozeny empirické vztahy začleňující distribuční parametry pro pravděpodobnostní spojité rozdělení relaxačních dob [2].

Eliminací členů  $\tau$  a  $\omega$  v rovnicích (12) a (13) bylo umožněno ověření platnosti Debyeovy rovnice. Touto eliminací získáme takzvanou Cole-Cole rovnici [2]

$$\left(\varepsilon'(\omega) - \frac{\varepsilon_s + \varepsilon_\infty}{2}\right)^2 + (\varepsilon''(\omega))^2 = \left(\frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{2}\right)^2. \quad (15)$$

Grafickým znázorněním rovnice (15) je kruhový Cole-Cole (dále pouze CC) diagram znázorněný na Obr. 13. CC diagram zobrazuje závislost  $\varepsilon''(\omega)=f(\varepsilon'(\omega))$  v komplexní rovině a má smysl pouze pro kladné  $\varepsilon'$  i  $\varepsilon''$  [3, 11, 32].



Obr. 13: Cole-Cole kruhový diagram Debyeovy rovnice (převzato z [2]).

Tento konkrétní CC diagram (Obr. 13) platí jen pro idealizovaná dielektrika (dle Debyeovy teorie) s výskytem jednoho polarizačního mechanismu, který je definován relaxační dobou  $\tau$  [33]. U reálných dielektrik je jeho tvar jiný. To je způsobeno zejména existencí rozdílných skupin polárních molekul v reálném dielektriku. Tyto skupiny mají různé relaxační doby. K popisu nepostačí pouze superpozice několika Debyeových průběhů kvůli kooperačnímu charakteru molekul. Z toho důvodu byl navržen popis rozložení relaxačních dob distribuční funkcí, kterou je ale náročné určit. Proto se používá aproximace komplexní relativní permitivity pomocí vhodné analytické funkce, čemuž se věnuje následující kapitola. [2, 3, 18]

### 2.3 Rovnice začleňující distribuční parametr relaxačních dob

Debyeova rovnice položila základy pro další, dnes již klasicky používané empirické vztahy. Mezi ně patří Cole-Cole, Cole-Davidson nebo Havriliak-Negami rovnice. Tyto rovnice byly sestrojeny pro popis průběhu komplexní permitivity dielektrik složených ze skupin polárních molekul, jejichž relaxační časy jsou odlišné. Tento popis je založen na zavedení distribučního parametru, který ovlivňuje pravděpodobnostní rozložení relaxačních dob okolo jedné nejpravděpodobnější relaxační doby  $\tau_0$ . [2]

Mimo výše zmíněné se vyskytuje i mnoho dalších modernějších modelů (od autorů: Jurlowitz, Weron, Stanislavsky, Hifler), které lépe popisují komplexní systémy [18, 29].

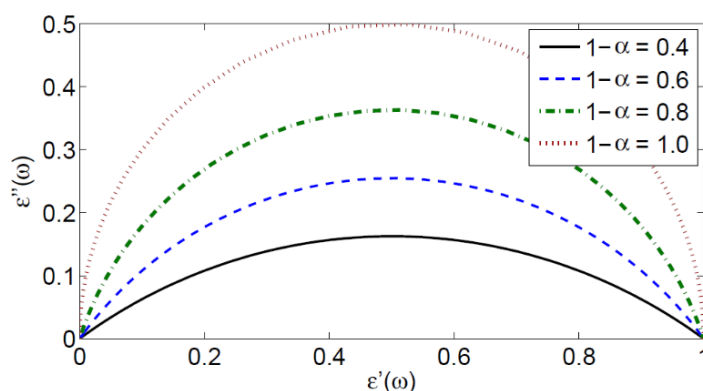
### 2.3.1 Cole-Cole rovnice

Bratři Coleové vyjádřili funkci začleňující parametr k distribuci relaxačních dob

$$\varepsilon^* = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + (j \cdot \omega \cdot \tau_0)^{1-\alpha}}, \quad (16)$$

kde  $\tau_0$  je relaxační doba molekul zastoupená u daného dielektrika s největší pravděpodobností a  $\alpha \in \langle 0,1 \rangle$  je činitel vyjadřující šířku rozložení relaxačních časů neboli distribuční parametr. [2]

Pro popis chování dielektrika pomocí rovnice (16) při jedné teplotě stačí parametry  $\varepsilon_s$ ,  $\varepsilon_\infty$ ,  $\tau_0$  a  $\alpha$  [14]. Rovnici (16), po eliminaci členů  $\omega$  a  $\tau_0$ , odpovídá digram na Obr. 14. Čím větší je distribuční parametr  $\alpha$ , tím níže se posune střed kružnice pod osu  $\varepsilon'$  [2, 32] Pro případ  $\alpha = 0$  přechází Cole-Cole rovnice (16) na Debyeovu rovnici (11) [34].



Obr. 14: CC diagram Cole-Cole rovnice začleňující jeden distribuční parametr (převzato z [29] a upraveno).

Průběh dle Obr. 14 lépe vyhovuje naměřeným hodnotám dielektrik s malými odchylkami od jediné relaxační doby. Využívá se například pro popis relaxací v polymerech [29]. Kromě Cole-Cole rovnice byly vytvořeny i další modifikované rovnice s odlišnými pravděpodobnostními parametry, které jsou popsány dále.

### 2.3.2 Cole-Davidson rovnice

Řada měřených látek vykazovala asymetrické absorpční vlastnosti, proto Cole a Davidson přišli s jinou empirickou formulí

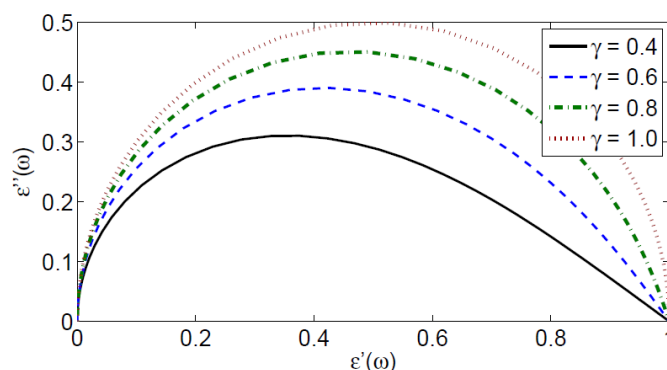
$$\varepsilon^*(j\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + (j \cdot \omega \cdot \tau_0)^\gamma}, \quad (17)$$

kde  $\gamma$  je parametr charakterizující šířku rozložení relaxačních dob [34].



V některé literatuře [31] se místo písmena  $\gamma$  pro název distribučního parametru používá  $\beta$ , ale význam je stejný.

V komplexní rovině má tato funkce tvar deformované půlkružnice (viz Obr. 15), která je zploštěná pro vyšší frekvence (vlevo) [33]. Tento tvar dobře odpovídá popisu frekvenčně závislého průběhu komplexní permitivity organických sloučenin, jejichž zástupcem je například glycerol [29].



Obr. 15: CC diagram Cole-Davidsonovy rovnice začeňující jeden distribuční parametr (převzato z [29]).

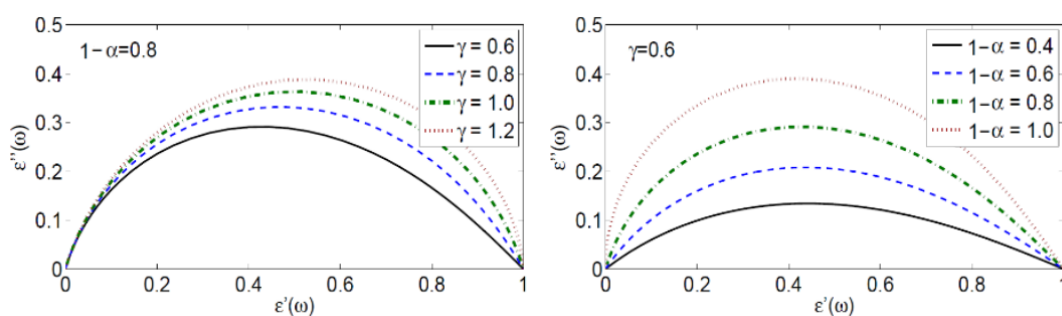
### 2.3.3 Havriliak-Negami rovnice

Havriliak-Negami rovnice (18) je rovnicí se dvěma distribučními parametry, která byla navržena na základě vyhodnocení rozsáhlého souboru experimentálních dat kombinací Cole-Cole rovnice (16) a Cole-Davidson rovnice (17)

$$\varepsilon^*(j\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{[1 + (j \cdot \omega \cdot \tau_0)^\alpha]^\gamma}, \quad (18)$$

kde  $\alpha \in \langle 0,1 \rangle$  je parametr popisující míru kooperativního chování dipólů a  $\gamma$  je parametr vyjadřující míru prostorových překážek pro otáčení dipólů. [33]

Parametr  $\gamma$  se volí běžně v intervalu 0 až 1, ale může být i větší. Při správné volbě parametrů  $\alpha$  a  $\gamma$  dosahuje lepších výsledků než Cole-Davidson rovnice. Vliv parametrů na tvar CC diagramu je znázorněn na Obr. 16. Parametr  $\alpha$  vyjadřuje šířku a parametr  $\gamma$  asymetrii křivek. Havriliak-Negami rovnice najde uplatnění k popisu asymetrie a šířky rozložení relaxačních dob dielektrického spektra některých polymerů. [29, 32, 35]



Obr. 16: CC diagram Havriliak-Negami rovnice začleňující dva distribuční parametry (převzato z [29] a upraveno).

Vztah (18) vyhovuje i pro látky s poměrně složitou strukturou (např. některé polymery), ale určení parametrů  $\alpha$  a  $\gamma$  z experimentálně získaných průběhů je poměrně náročné [2].

Dielektrická spektroskopie je diagnostická metoda, která slouží k měření materiálů. Na základě naměřených dat (konkrétně frekvenčních či teplotních závislostí složek komplexní relativní permitivity) je možná následující analýza materiálu. Při analýze je možné využít modely (16), (17) a (18) a zaměřit se na stanovení nejvhodnějších parametrů tak, aby byla odchylka od naměřeného průběhu minimální. [33]

### 3 Dielektrická spektroskopie

Dielektrická spektroskopie (DS) je obecně metoda pro zjišťování odezvy dielektrika v elektrickém poli. Jedná se o nedestruktivní měřicí metodu. Ve střídavém poli je DS využívána často pro získání frekvenční závislosti komplexní permitivity. Z této závislosti lze odhalit jednotlivé polarizační mechanismy na mikroskopické úrovni, které se projevují jako lokální maxima v dielektrickém spektru nebo též jako poklesy relativní permitivity. Ve stejnosměrném elektrickém poli lze měřit časovou závislost nabíjecích a vybíjecích proudů. Výsledky z frekvenční i časové oblasti jsou fyzikálně ekvivalentní a lze je mezi sebou převést různými numerickými operacemi. DS též umožňuje získat informace o jevech probíhajících v dielektriku při změnách frekvence, jako jsou dynamické molekulární jevy nebo změny prostorového náboje. Pochopení dějů probíhajících v dielektriku má značný přínos pro jejich použití v elektrotechnickém průmyslu. Tato metoda se používá rovněž při vývoji materiálů, kde jsou průběžně sledovány jejich parametry a dle výsledků DS lze upravit jejich strukturu. [1, 5, 33, 36]

Určení komplexní permitivity metodou dielektrické spektroskopie spočívá v měření na kondenzátoru s měřeným dielektrikem. Jeho komplexní permitivitu lze vyjádřit vztahem

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - j\varepsilon''(\omega) = \frac{C^*(\omega)}{C_0}, \quad (19)$$

kde  $C^*(\omega)$  je kapacita kondenzátoru s měřeným dielektrikem a  $C_0$  je kapacita kondenzátoru s vakuem. [18]

Vyjádřením pomocí intenzity elektrického pole sinusového průběhu  $E^*(\omega) = E \cdot e^{j \cdot \omega \cdot t}$  s kmitočtem  $\omega$  v poli s lineární odezvou (do  $10^6$  V/m) lze odvodit komplexní permitivitu ze vztahu

$$\varepsilon^*(\omega) = \frac{J^*(\omega)}{j \cdot \omega \cdot \varepsilon_0 \cdot E^*(\omega)} = \frac{1}{j \cdot \omega \cdot Z^*(\omega) \cdot C_0}, \quad (20)$$

kde  $J^*(\omega)$  je komplexní proudová hustota a  $Z^*(\omega)$  je komplexní impedance [18].

Mezi hlavní výhody DS patří obrovský rozsah měřitelných frekvencí přibližně od  $10^{-6}$  až do  $10^{12}$  Hz. K pokrytí takto širokého spektra však musí být použita kombinace několika měřících technik na několika různých měřících zařízeních. Se zvyšující se frekvencí se projevuje omezení z hlediska rozměrů měřeného uspořádání, jímž je kondenzátor, mezi jehož elektrodami je vloženo měřené dielektrikum. Mezní frekvence pro toto uspořádání se pohybuje okolo 10 MHz. Parazitní impedance kabelů a konektorů se však začínají projevovat již při frekvencích nad 100 kHz. Pro měření v rozsahu  $10^7$  až  $10^{11}$  Hz se používá k měření technika měření na vlnovodu nebo koaxiálním vedení, kde se měří odrazy na vedení nebo komplexní konstanta šíření vlnovodu. V rozmezí  $10^{-6}$  až  $10^{10}$  Hz lze měřit i v časové oblasti (TDS – *Time domain spectroscopy*), kde se skokově změní přivedené napětí a je měřen polarizační proud jako funkce času. Touto metodou je získán průběh  $\varepsilon^*(t)$ , který lze do frekvenční oblasti jako  $\varepsilon^*(\omega)$  převést pomocí Fourierovy transformace. [18, 37]

Tato bakalářská práce se zaměřuje na širokopásmovou dielektrickou spektroskopii (BDS – *Broadband dielectric spectroscopy*), tedy na měření dielektrika ve střídavém poli v široké frekvenčním a teplotním spektru. Následující kapitola se stručně zabývá různými elektrodovými systémy a konkrétní použité elektrodové systémy jsou popsány v kap. 5.2.

## 4 Standardní elektrodové systémy

Měření základních parametrů dielektrik (popsaných v kapitole 1.3) se provádí po umístění zkoumaného dielektrika mezi elektrody, které jsou napájeny ze stejnosměrného nebo střídavého zdroje napětí, a tak je mezi nimi vytvořeno elektrické pole. Určování jednotlivých parametrů vychází z určení prvků ekvivalentního náhradního obvodu kondenzátoru, který je tvořen měřeným dielektrikem a elektrodami. Relativní permitivitu materiálu lze určit jako poměr kapacity  $C_x$  elektrodového systému se vsunutým dielektrikem ku kapacitě  $C_0$  elektrodového systému bez dielektrika (mezi elektrodami je vzduch s relativní permitivitou 1,00053). Elektrody musí být elektricky velmi dobře vodivé a velmi hladké, aby nevznikala chyba měření. Jako vzorek pro měření se dá použít libovolné dielektrikum s takovými rozměry, aby se dal opatřit elektrodami a šlo jej správně změřit. Pro měření kapalných dielektrik má elektrodový systém většinou tvar nádobky. [2, 38]

### 4.1 Dělení dle způsobu realizace

Dle způsobu realizace se elektrodové systémy mohou dělit na přiložené elektrody, elektrody nanesené přímo na vzorek a bezdotykové elektrody.

#### 4.1.1 Přiložené elektrody

Pokud mají vzorky dostatečně hladký povrch, tak se dají měřit po pouhém vsunutí mezi pevné elektrody [2]. Mezi vzorkem a elektrodami je vlivem jejich drsnosti vždy tenká vrstva vzduchu, která teoreticky způsobí snížení hodnoty naměřené kapacity, a tedy i relativní permitivity. Výhodou této metody je, že není nutná složitá příprava materiálu a úkony měření jsou jednoduché, proto je tato metoda velmi používána [3]. Chybu vzduchové mezery lze eliminovat nanesením elektrod přímo na vzorek nebo bezkontaktním měřením [38].

### 4.1.2 Elektrody nanesené přímo na měřený vzorek

Tento princip snižuje chybu v měření vlivem vzduchové mezery. Elektrody jsou realizovány nanesením tenké vrstvy vodivého materiálu přímo na měřený vzorek. Používají se následující materiály [2] [3]:

- vodivý stříbrný nátěr,
- kov nanesený nástřikem,
- ve vakuu napařený nebo naprášený kov,
- koloidní grafit,
- vodivá guma,
- kovová folie (hliníková cínová).

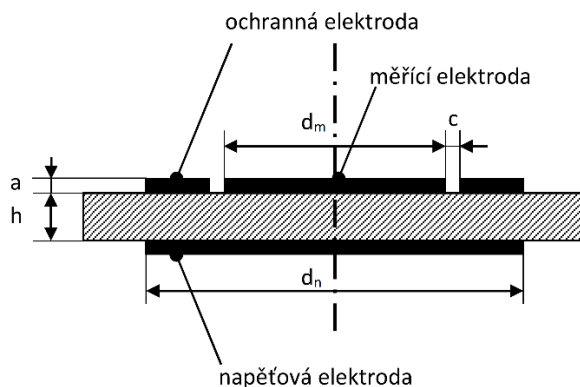
### 4.1.3 Bezdotykové elektrody

Tato metoda je založena na znalosti vlivu vzduchové mezery na chybu měření. Měřený vzorek je vložen mezi elektrody, které mají nastavenou větší vzdálenost, než je tloušťka vzorku. Tím je vytvořena vzduchová mezera přesně definované tloušťky. Měřená soustava je tedy složena ze sériově zapojených kondenzátorů se vzduchovým a měřeným dielektrikem. Relativní permitivita i ztrátový činitel jsou dopočítány pomocí směsných vztahů. Výhoda této metody je ta, že se nemusí nanášet elektrody přímo na vzorek. [38]

## 4.2 Dělení dle počtu elektrod

### 4.2.1 Tříelektrodový systém

Jak již název napovídá, tento měřicí systém je složen ze tří elektrod. Měřicí a napěťová elektroda je kruhového tvaru, třetí elektroda je ochranná a má tvar mezikruží. Základní uspořádání tříelektrodového systému je nakresleno na Obr. 17. Účelem ochranné elektrody je snížení vlivu okrajové a zemní kapacity na měřicí elektrody, čímž je vyloučen vliv svodu na výsledek měření. Měřicí elektroda společně s napěťovou elektrodou tak měří pouze homogenní elektrické pole mezi nimi. Efektivita ochranné elektrody je tím větší, čím menší je mezera a rozdíl potenciálů mezi měřicí a ochrannou elektrodou. [3, 38, 39]



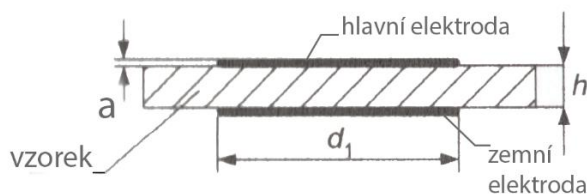
Obr. 17: Třielektrodový systém (převzato z [39]).

Rozměry elektrodového systému doporučují normy. Následující doporučení jsou dle normy IEC 250. Průměr kruhové elektrody je volen z řady 10, 25, 50, 75 a 100 mm, aby kapacita elektrodového systému se vzorkem byla v rozmezí 20 až 300 pF [39]. Šířka ochranné elektrody nesmí být menší než dvojnásobek tloušťky vzorku. Rozměr měřicí elektrody má být minimálně desetinásobek tloušťky zkoušeného tělesa. Šířka mezery mezi měřicí (chráněnou) a ochrannou elektrodou má být malá v porovnání s tloušťkou měřeného vzorku, ideálně co nejmenší. Průměr napěťové elektrody musí být větší než průměr měřicí elektrody. Pokud nelze ochranné prstence použít, musí se provést korekce na okrajovou kapacitu. Tyto doporučené rozměry platí pro měření relativní permitivity a ztrátového činitele. Pro měření vnitřního odporu dielektrika se některá doporučení liší. [39] [38] [2]

Od roku 2019 však již norma IEC 250 není platná a používá se norma ČSN EN IEC 62631-2-1. [40]

#### 4.2.2 Dvouelektrodový systém

Základní uspořádání tohoto systému zobrazuje Obr. 18. Používá se pro měření při vyšších frekvencích, kdy použité rezonanční metody při měření  $\varepsilon_r$  a  $tg \delta$  nedovolují připojení ochranné elektrody. Při vyšších frekvencích jsou vodivostní ztráty nižší, takže lze povrchovou vodivost vzorku zanedbat. Pro rozměry elektrod platí stejná doporučení jako pro výše popsaný třielektrodový systém. [38]



Obr. 18: Dvouelektrodový systém (převzato z [2]).

Dále lze odlišovat elektrodové systémy dle skupenství měřeného dielektrika. Konstrukce pro měření kapalných, pevných, práškových nebo plyných vzorků se velmi liší a není tak možné je detailně popsat všechny. U elektrodových systémů pro kapalná dielektrika je důležitá jejich snadná rozložitelnost (kvůli efektivnímu čištění). Konkrétní elektrodové systémy pro kapalná dielektrika (BDS 1307 a BDS 1308) navržené přímo pro použití spektrální analyzátor jsou popsány v kapitole 5.2.

## 5 Použitá měřicí aparatura

Měření bylo provedeno na modulárním frekvenčním analyzátoru Alpha-A. Tento přístroj i všechny následně popsané moduly jsou od výrobce Novocontrol. Fotografie měřícího pracoviště je na Obr. 19. Na tomto obrázku vlevo je prostor pro přípravu vzorků a ovládací počítač se softwarem WinDeta. Ve střední části obrázku je mainframe Alpha-A s aktivním elektrodovým systémem ZGS umístěným v horní části a vpravo je kryosystém Quatro s nádobou na tekutý dusík.



Obr. 19: Pracoviště pro měření technikou širokopásmové dielektrické spektroskopie.

## 5.1 Analyzátor dielektrického spektra

Analyzátor Alpha-A měří mimo jiné komplexní impedanční a vodivostní funkci v závislosti na frekvenci s vysokou přesností. Je speciálně optimalizovaný pro materiály s vysokou impedancí a nízkým ztrátovým činitelem v širokém frekvenčním spektru. [41]

## 5.2 Použité elektrodové systémy

Při měření dielektrik je důležitá technologie, která umožní měřit bez chyb způsobených indukčnostmi přívodů, šumem při měření velmi malých proudů v řádech fA (při nízkých frekvencích vlivem vysoké impedance) a dalšími jevy. Z tohoto důvodu je použit aktivní elektrodový systém ZGS, který tyto jevy eliminuje. [18]

Měření permitivity je umožněno na základě znalosti měřicího napětí a měření proudu horní elektrodou systému ZGS (popsaný v následující kapitole) procházejícího vzorkem. Proud je převeden přes snímací odpor na napětí a z těchto dvou signálů je při znalosti fázového posunu vypočtena komplexní impedance dle vztahu

$$Z^*(\omega) = Z' + jZ'' = \frac{U_0}{I^*(\omega)}, \quad (21)$$

kde  $Z^*(\omega)$  je komplexní impedance,  $Z'$  je její reálná složka,  $Z''$  imaginární složka komplexní impedance,  $U_0$  je přiložené (měřicí) napětí a  $I^*(\omega)$  snímaný proud horní elektrodou. Permitivita je následně vypočtena z impedance dle vztahu (20). [42]

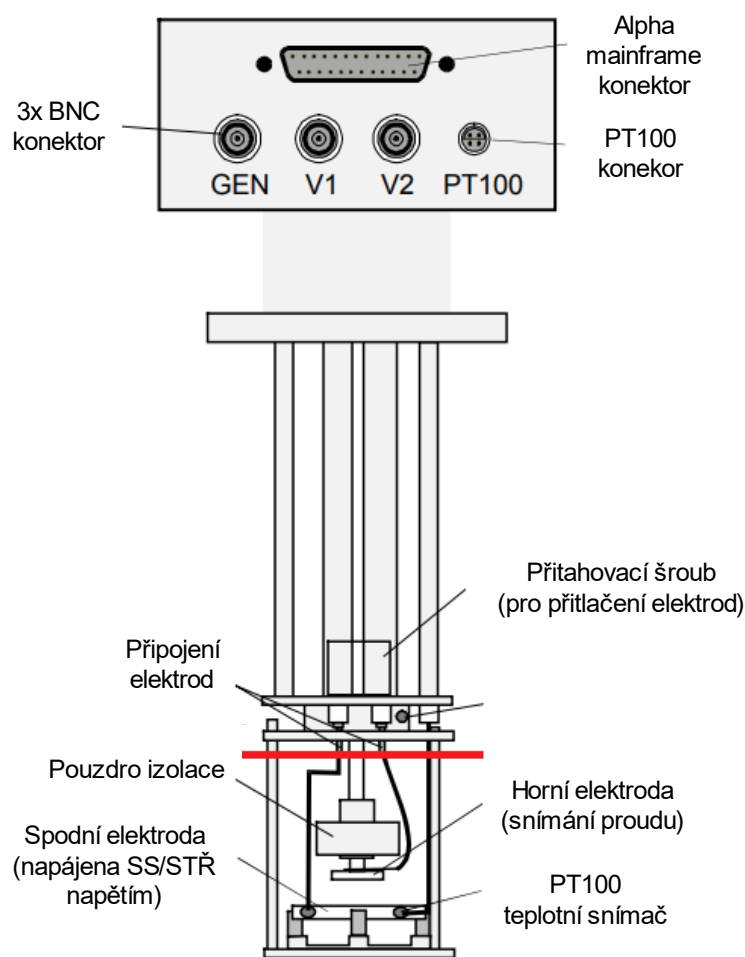
### 5.2.1 Aktivní elektrodový systém ZGS

Schematicky je tento elektrodový systém zobrazen na Obr. 20. Vytvořený 3D model v programu Autodesk Inventor je na Obr. 21. ZGS je optimalizován pro impedanční a vodivostní měření materiálů. Obsahuje všechny potřebné komponenty pro širokopásmové měření jako jsou vstupní zesilovače, referenční kapacitory, připojení na konektory, elektrody a izolaci. Výhodou je minimalizace vlivu přívodů a elektrod na měření. Systém ZGS poskytuje nejpřesnější výsledky pro měření materiálů s nízkými ztrátami a velkou impedancí při vysoké frekvenci. ZGS převádí měřený proud na napětí a určuje fázový posun mezi tímto převedeným (změřeným) napětím a měřicím napětím. Regulaci teploty umožňuje kryosystém Quatro (Novocontrol) v rozsahu od  $-160\text{ }^\circ\text{C}$  do  $500\text{ }^\circ\text{C}$ .

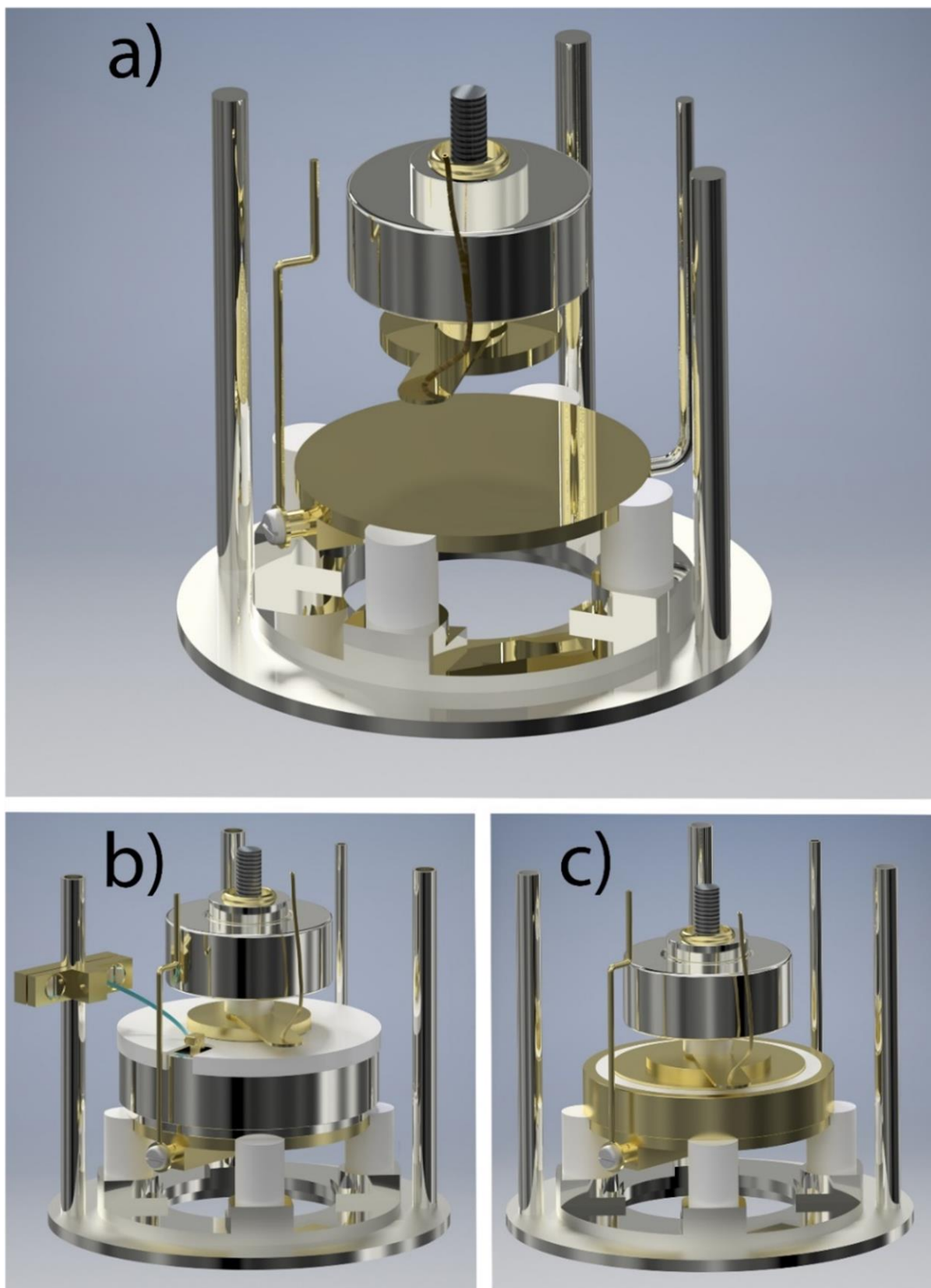


Zmíněná teplotní regulace je využitelná v případě, kdy je elektrodový systém ZGS zasunut do kryostatu, kterým prochází páry tekutého dusíku. Připojení k měřicímu systému Alpha-A (Novocontrol) je realizováno přes konektory dle Obr. 20. [41]

Měřený vzorek nesmí být vkládán přímo mezi měřicí elektrody systému ZGS, ale musí být ve formě kondenzátoru s měřeným vzorkem. Jedná-li se o pevný vzorek, může být realizován některou z předem popsaných metod (kapitola 4.1). Jedná-li se o kapalný vzorek, je možno využít měrný kondenzátor, který je dostupný v nabídce výrobce v několika variantách [41]. Pro realizovaná měření byly použity elektrodové systémy s modelovým označením BDS 1307 a BDS 1308, které jsou detailně představeny v následujících kapitolách. 3D modelování ZGS uvažuje pouze nejpodstatnější část tohoto systému, která je dle Obr. 20 od červené čáry níže.



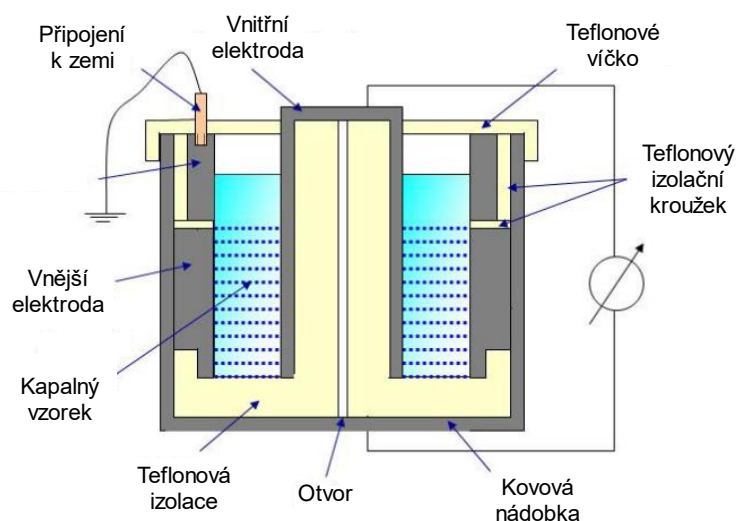
Obr. 20: Schematický náčrt aktivního elektrodového systému ZGS (převzato z [41]).



Obr. 21: 3D modely elektrodových systémů pro měření dielektrik: a) aktivní elektrodový systém ZGS bez měřeného vzorku mezi elektrodami b) ZGS s elektrodovým systémem BDS 1307 c) ZGS s elektrodovým systémem BDS 1308.

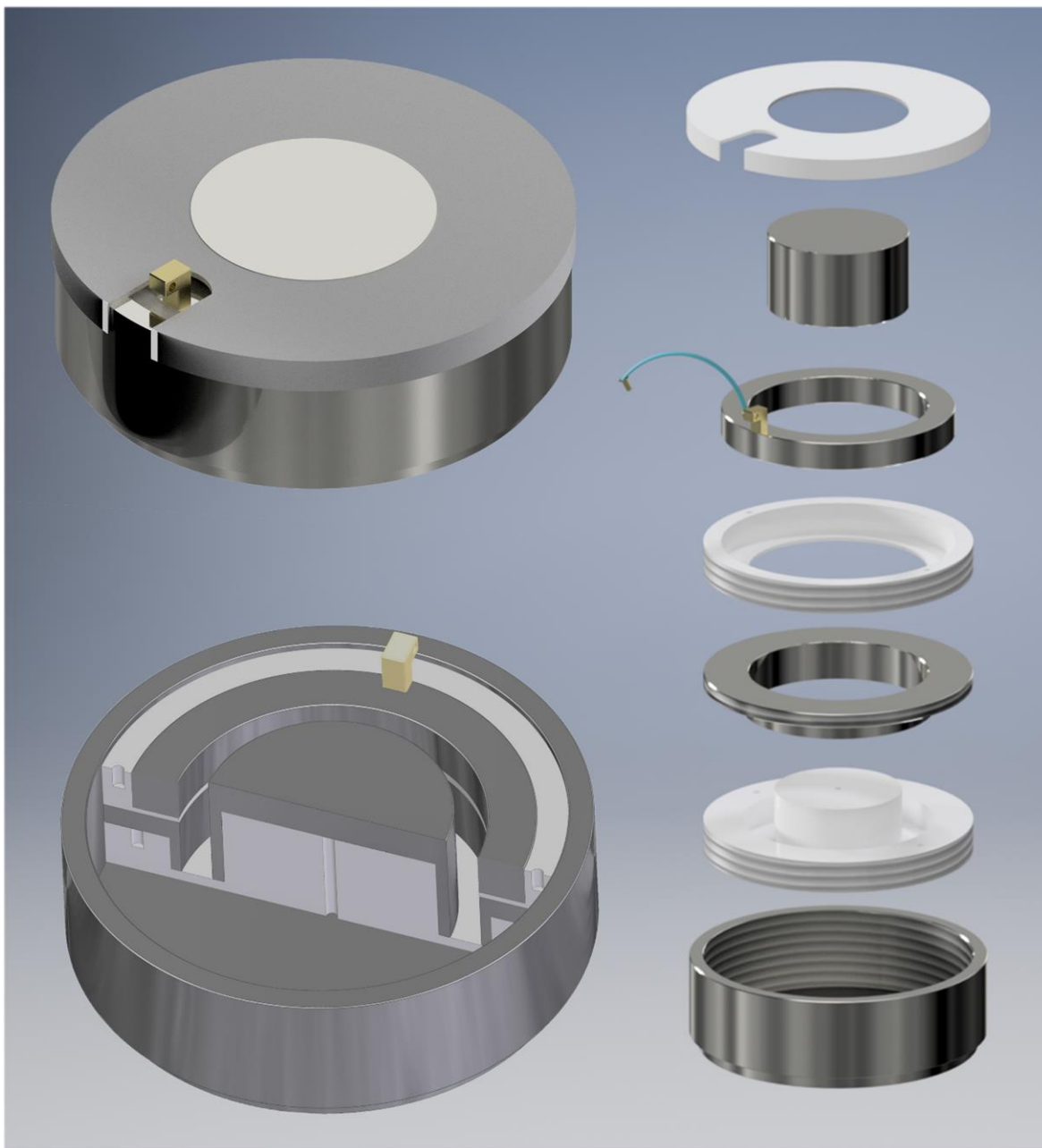
### 5.2.2 Tříelektrodivý systém BDS 1307

Tento tříelektrodivý systém zabráňuje chybám vzniklým termální expanzí měřeného vzorku, úniku vzorku z oblasti mezi elektrodami a vypařováním vzorku. Je navržen tak, aby byl se změnami teplot zachován konstantní tlak a měnící se veličinou byl objem. Díky ochranné elektrodě je umožněno, že měřené pole je koncentrováno ve stejném objemu, a tak je kapacita vzorku konstantní. Při měření se tento systém chová jako kondenzátor, jež je vložen mezi elektrody aktivní cely ZGS, která je popsána v předchozí kapitole. [43, 44]



Obr. 22: Schématický nákres elektrodivého systému BDS 1307 (převzato z [44]).

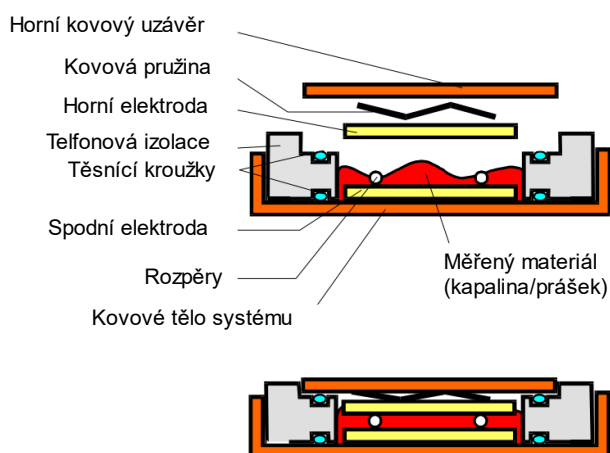
Před každým měřením musí být tento elektrodivý systém důkladně rozebrán a vyčištěn, aby nečistoty neovlivnily měření. Vnitřní elektroda je kovová čepička nasazená na teflonovém izolačním podkladu, aby byl snížen vliv parazitní kapacity mezi vnitřní elektrodou a kovovou miskou, která slouží jako tělo kondenzátoru a je propojena s vnější elektrodou. Měřená kapalina by měla být naplněna zhruba do poloviny ochranné elektrody, jak je modře vyznačeno na Obr. 22. Efektivní oblast měření je mezi vnější a vnitřní elektrodou a je vyznačena čárkovanou čarou. Ochranná elektroda je připojena pomocí vodiče k uzemněné části ZGS a je oddělena od vnější elektrody a zároveň od misky teflonovým kroužkem. Horní teflonové víčko chrání před znečištěním měřeného vzorku okolními nečistotami. Tloušťka měřeného vzorku, tedy mezera mezi vnitřní a vnější elektrodou, je 2,621 mm [44]. 3D modely jsou zobrazeny ve složeném tvaru, řezu a rozloženém stavu na Obr. 23.



Obr. 23: 3D modely elektrodového systému BDS 1307 pro měření kapalných dielektrik.

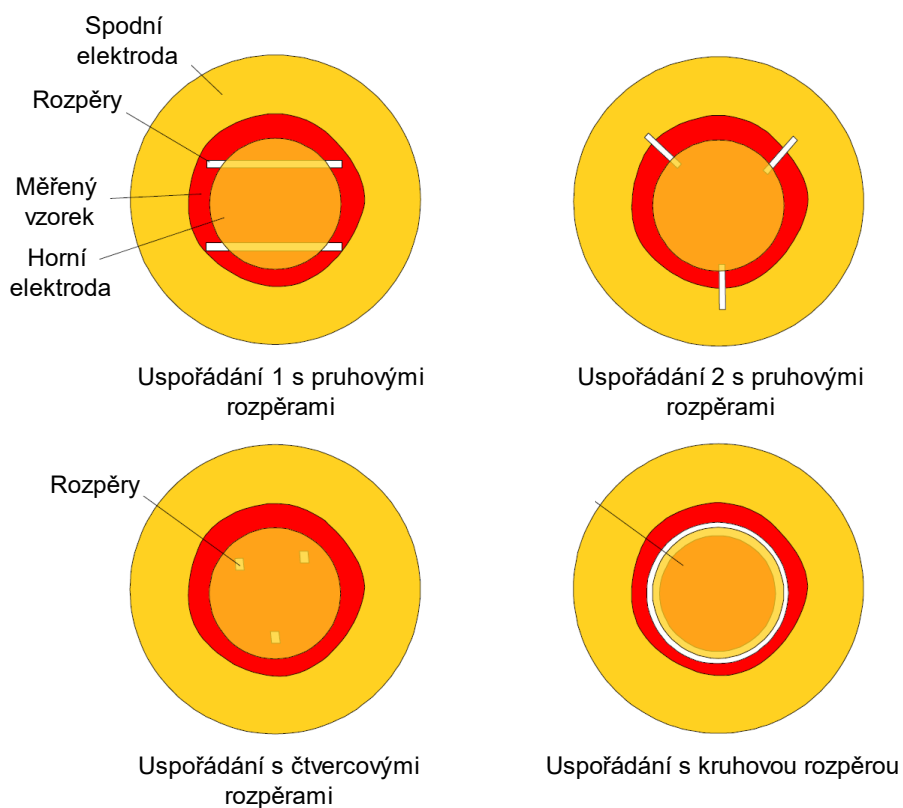
### 5.2.3 Dvouelektrodový systém BDS 1308

Elektrodový systém BDS 1308 se používá k měření kapalných nebo práškových vzorků v kombinaci s aktivní celou ZGS a Alpha-A analyzátozem. Využití tohoto elektrodového systému je obzvláště výhodné pro těkavé látky [45]. Schematický náčrtek tohoto systému s popisky jednotlivých částí je znázorněn na Obr. 24. Modely elektrodového systému jsou zobrazeny na Obr. 26. Průměr měřících elektrod je 20 mm, tloušťka 2 mm.



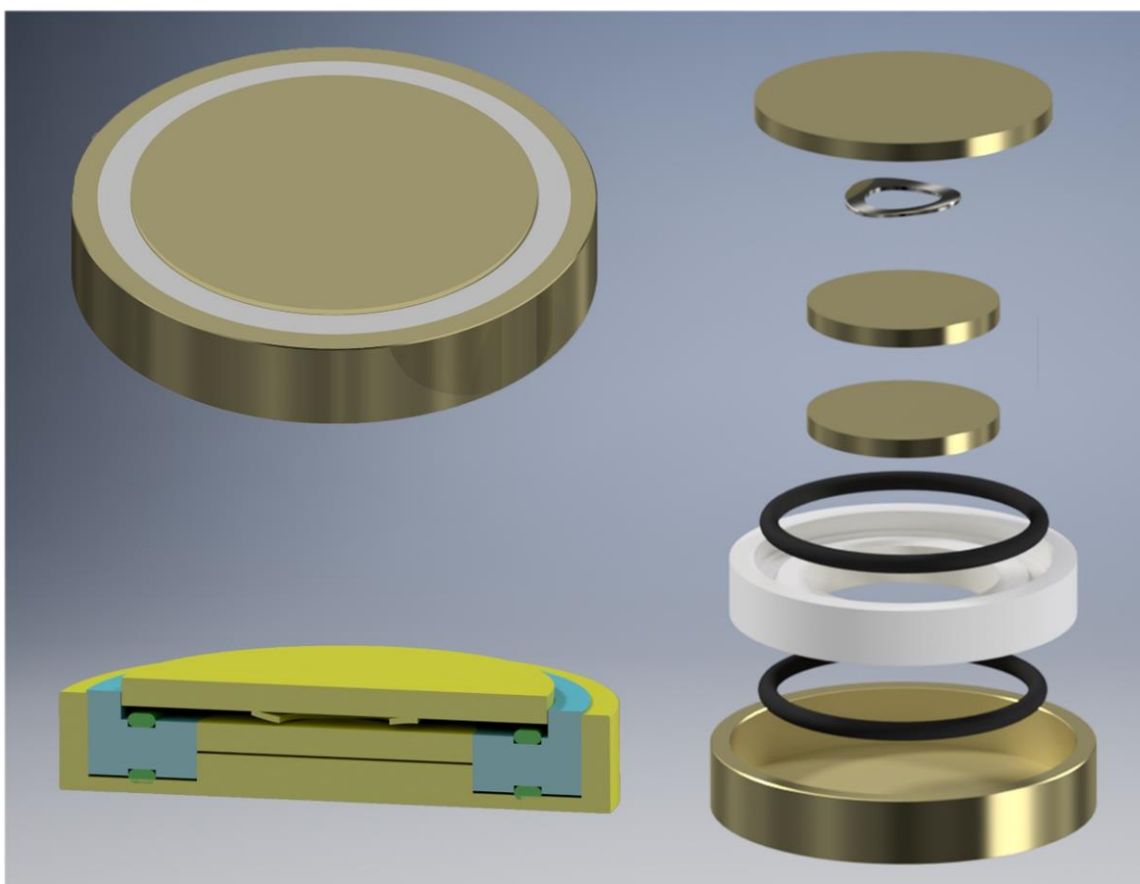
Obr. 24: Schematický náčrt elektrodového systému BDS 1308 (převzato z [45])

Vzorek je umístěn mezi dvě elektrody dle Obr. 24. Spodní elektroda může být větší, aby tekutý vzorek neměl tendenci vytékat, ale mohou být i stejného průměru. Mezi elektrody se vkládají rozpěry (*spacers*) různých tvarů z materiálu s teplotně i frekvenčně nezávislým nízkým ztrátovým činitelem a s konstantní relativní permitivitou. [45]



Obr. 25: Různé typy realizace rozpěr pro elektrodový systém BDS 1308 (převzato z [45]).

Nejvhodnější materiál je oxid křemičitý, ale jako levnější alternativu s nevýhodou vyšší teplotní roztažnosti lze použít i teflon. Používané tvary rozpěr jsou znázorněny na Obr. 25. Nejjednodušší přípravu poskytuje kruhová rozpěra (vpravo dole), ale má nejvíce objemu pod horní elektrodou. Pruhová nebo též jehlová rozpěra dle konfigurace 1 (vlevo nahoře) se používá pro měření tenkých vzorků, mezi elektrodami vytvoří mezeru větší než 0,5 mm. Pro tento případ se volí rozpěry/distanční tělíska z oxidu křemičitého. Pokud spodní elektroda přesahuje horní elektrodu je vhodné zvolit pruhové rozpěry dle konfigurace 2 (vpravo nahoře), tato konfigurace disponuje snadnou přípravou a velmi málo materiálu rozpěry je pod horní elektrodou. Čtvercové (vlevo dole) rozpěry jsou složité na přípravu, ale disponují malým objemem materiálu pod horní elektrodou. [45]



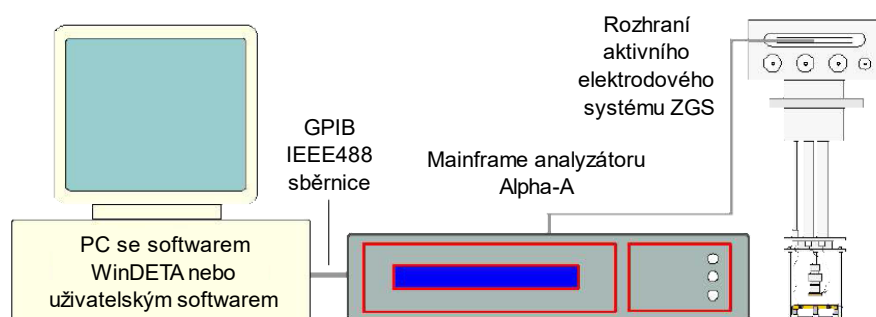
Obr. 26: 3D modely elektrodového systému BDS 1308 pro měření kapalných dielektrik.

Standardní rozměr elektrod pro nízkofrekvenční měření (pod 10 MHz) je od 10 mm do 40 mm. Kapacita měřeného vzorku by měla být volena pro dosažení optimálního výsledku při měření od 100 kHz do 10 MHz okolo 100 pF. Pro nižší frekvence může i kapacita do 2 nF poskytnout dobré výsledky. [45]

Materiál rozpěr zabírá určitý objem mezi elektrodami, který není vyplněn měřeným vzorkem. Naštěstí lze tento problém vyřešit zadáním hodnot *Spacer capacity* a *Spacer area* do dialogového okna *Sample Specification* softwaru WinDETA, který je popsán v následující kapitole. [45]

### 5.3 Software pro ovládání měřicího systému a záznam dat

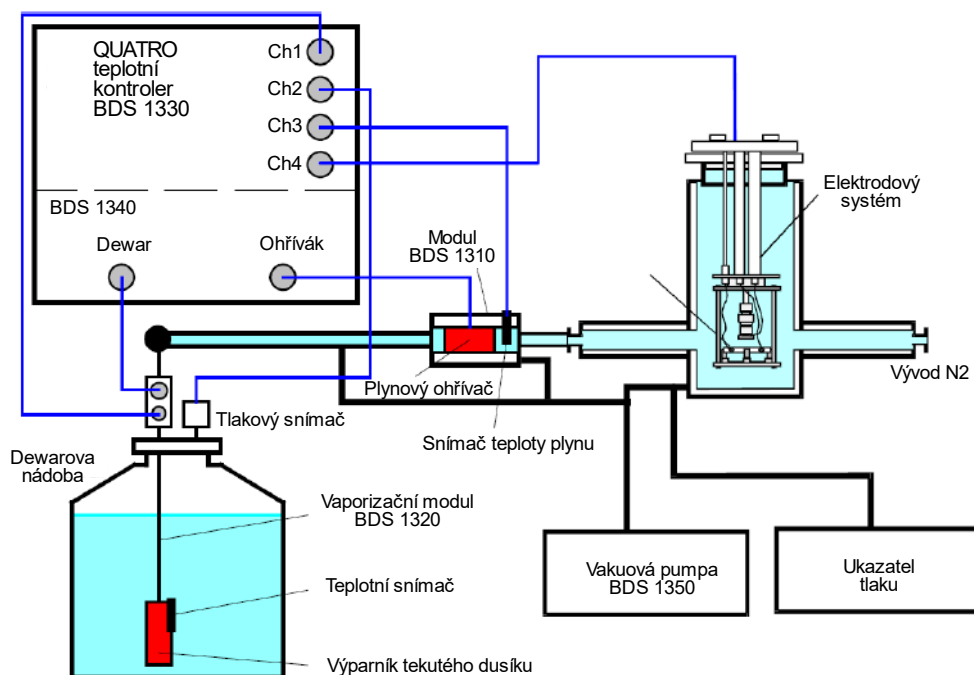
Pro nastavení měřicích podmínek (frekvenční a teplotní rozsahy, velikost měřicího napětí, rozměry vzorku atd.) byl využit software WinDETA. Tento software umožňuje kompletní ovládání měřicí aparatury včetně systému pro regulaci teploty. K použitému analyzátoru Alpha-A je připojen pomocí IEEE488 sběrnici. Naměřená data mohou být vykreslena přímo do grafu nebo exportována jako ASCII soubory [46]. Do tohoto softwaru se zadává také kapacita prázdného zvoleného elektrodového systému, kdy pro BDS 1307 bylo zadáno dle návodu 1,849 pF a pro BDS 1308 bylo zadáno 5,5 pF [44].



Obr. 27: Schematický náčrt připojení softwaru WinDETA k měřicímu systému (převzato z [42]).

### 5.4 Systém pro kontrolu okolní teploty

Pro ovládání teploty v průběhu měření byl využit kryosystém Quatro. Tento systém umožňuje podrobit měřicí elektrodový systém se vzorkem teplotám od  $-160\text{ °C}$  do  $400\text{ °C}$  s přesností až na  $0,01\text{ °C}$ . Teplota je ovládána automaticky. Není tak potřeba obsluhy, což je při měření i při nízkých frekvencích a v širokém teplotním spektru velká výhoda, protože taková měření mohou trvat i několik dní. Schematický náčrt kryosystému je na Obr. 28, podrobnější informace o tomto systému lze nalézt v návodu Novocontrol. [47]



Obr. 28: Schematický náčrt kryosystému Quatro (převzato z [47]).

## 6 Měření vybraných dielektrik pomocí BDS

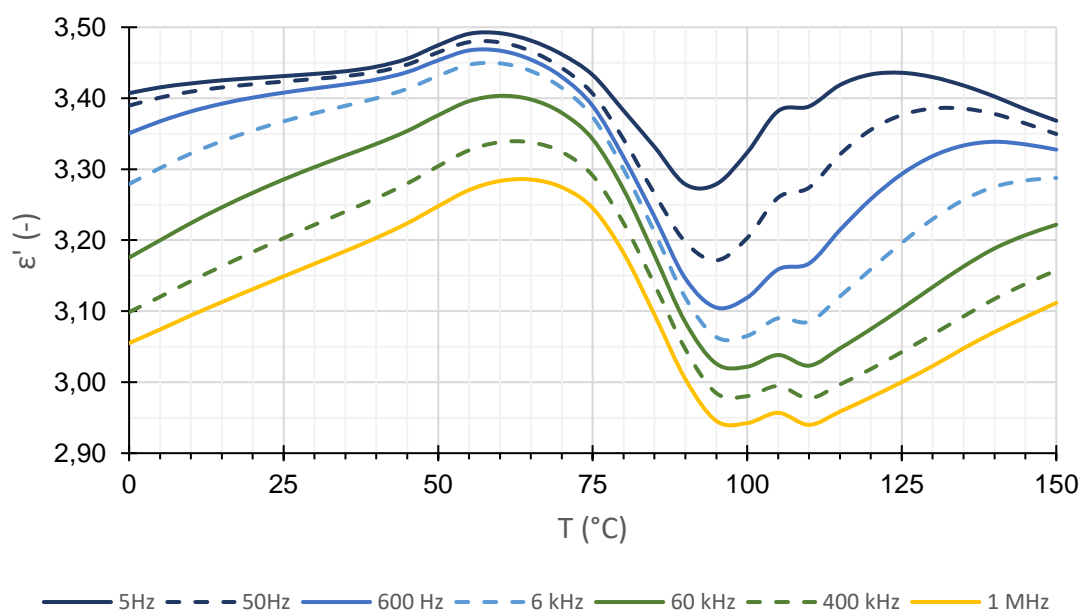
Z důvodu získání praktických zkušeností s realizací měření výše zmiňovaných dielektrických parametrů pomocí širokopásmové dielektrické spektroskopie byly měřeny dvě odlišná dielektrika. Pro měření byl vybrán Polyethylentereftalát (PET) v podobě tenké fólie (pevný elektroizolační materiál) a minerální transformátorový olej. Měření probíhalo s využitím popsaného analyzátoru Novocontrol Alpha-A a také již popsaných elektrodových systémů. Výsledky měření byly interpretovány primárně jako frekvenční a pro PET také jako teplotní závislosti reálné a imaginární složky relativní permitivity (dielektrická spektra).

### 6.1 Měření dielektrického spektra pevného dielektrika

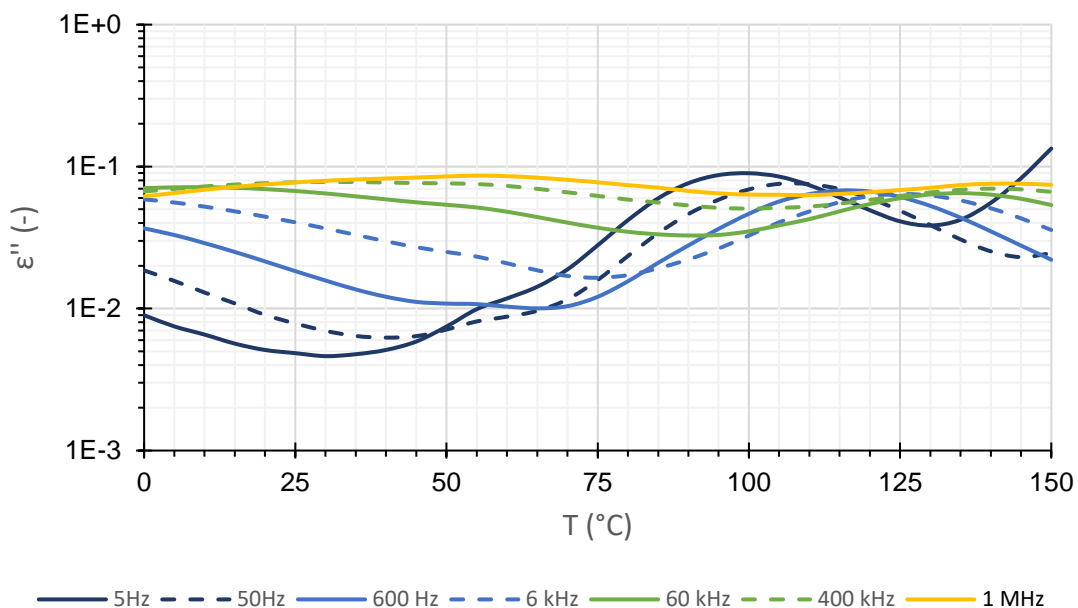
Za příklad pevného dielektrika využívaného v elektrotechnice byl zvolen PET, který nachází uplatnění v elektronice (např. fólie pro kondenzátory) ale také v energetice (např. speciální pásy pro kabelový průmysl). Testován byl konkrétně vzorek PET folie o tloušťce 0,3 mm. Měření bylo realizováno ve střídavém elektrickém poli ve frekvenčním rozsahu od 1 Hz do 1 MHz při měřicím napětí s efektivní hodnotě 1 V. Využitý teplotní interval byl od 0 °C do 150 °C. Použity byly elektrody o průměru 30 mm.



Vybrané měření získané teplotní závislosti reálné a imaginární složky relativní permitivity pro několik různých frekvencí jsou zobrazeny na Obr. 29 a Obr. 30. Zvýšení frekvence elektrického pole má za následek celkový posun křivky  $\varepsilon'=f(T)$  dolů, což znamená mírné snížení reálné složky relativní permitivity v celém teplotním rozsahu. V průběhu  $\varepsilon'=f(T)$  způsobuje zvýšení frekvence „srovnání“ křivky (vyhlazení průběhu) a její posun do vyšších hodnot  $\varepsilon'$ . To má za následek vyšší ztráty při nižších teplotách, ale při teplotách nad 80 °C jsou ztráty při různých frekvencích přibližně stejné. Polarizační mechanismy při vyšších frekvencích nejsou tak výrazné. Nejvýraznější polarizační mechanismus je patrný při nižších frekvencích v okolí 100 °C, kde je vidět v průběhu  $\varepsilon'$  kompletní polarizační vrchol. Viditelné změny průběhů hlavně  $\varepsilon'$  v teplotním intervalu od teploty přibližně 70 °C do 90 °C pravděpodobně souvisí se skelným přechodem PET. Naměřené průběhy lze dále popisovat např. na základě literatury [26, 48].

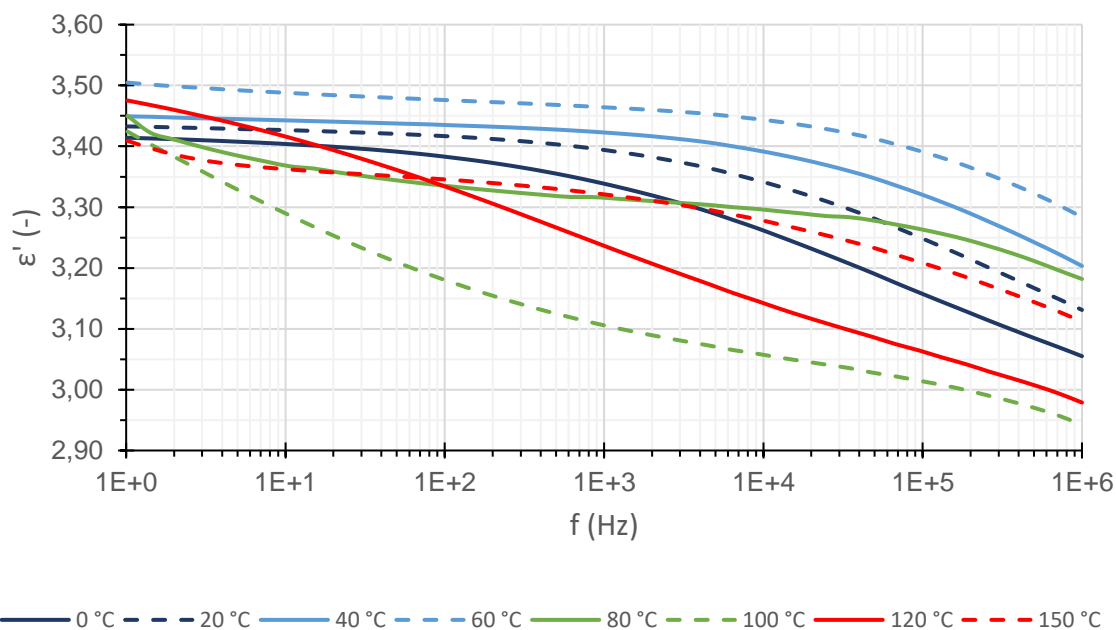


Obr. 29: Teplotní závislost reálné složky komplexní permitivity PET folie pro vybrané frekvence.

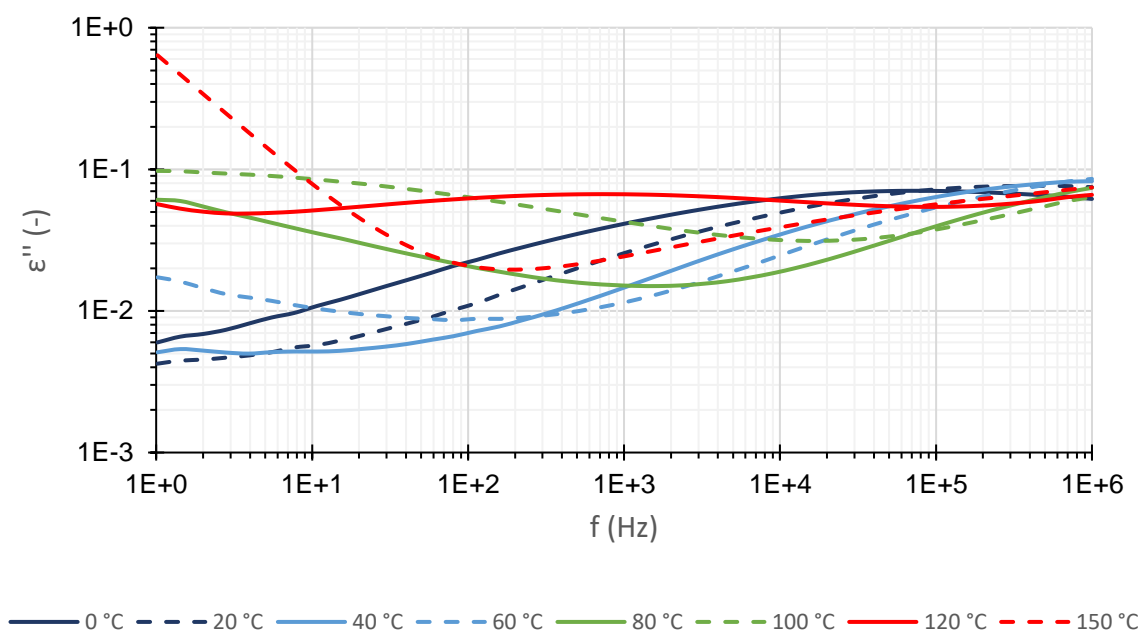


Obr. 30: Teplotní závislost imaginární složky komplexní permitivity PET folie pro vybrané frekvence.

Výsledky z měření frekvenčních spekter při několika různých teplotách zobrazují Obr. 31 a Obr. 32. Pro teploty nižší než 80 °C se v měřeném frekvenčním spektru projevuje pouze jeden polarizační mechanismus projevující se poklesem  $\varepsilon'$  a špičkou v průběhu  $\varepsilon''$ . Zvýšení teploty má za následek posunutí frekvence maxima relaxačního přechodu k vyšším hodnotám neboli zkrácení relaxační doby  $\tau$ . Snížení teploty měření tedy umožní v daném frekvenčním spektru odhalit rychlejší polarizační mechanismy. Od teploty skelného přechodu 80 °C se začíná projevovat pro nízké frekvence stejnosměrná vodivost, která zakrývá polarizační mechanismy. Při 150 °C je již vodivostní složka (téměř lineární nárůst  $\varepsilon''$  při nižších frekvencích) velmi patrná. Pro lepší představu o změnách při různých teplotách je v příloze na Obr. 37 až Obr. 39 reálná i imaginární složka pro tři vybrané teploty odděleně ve frekvenčním spektru. O frekvenčních změnách teplotních průběhů poskytnou lepší představu oddělené průběhy v přílohách na Obr. 40 až Obr. 42.



Obr. 31: Frekvenční závislost reálné složky komplexní permitivity PET folie pro vybrané teploty.

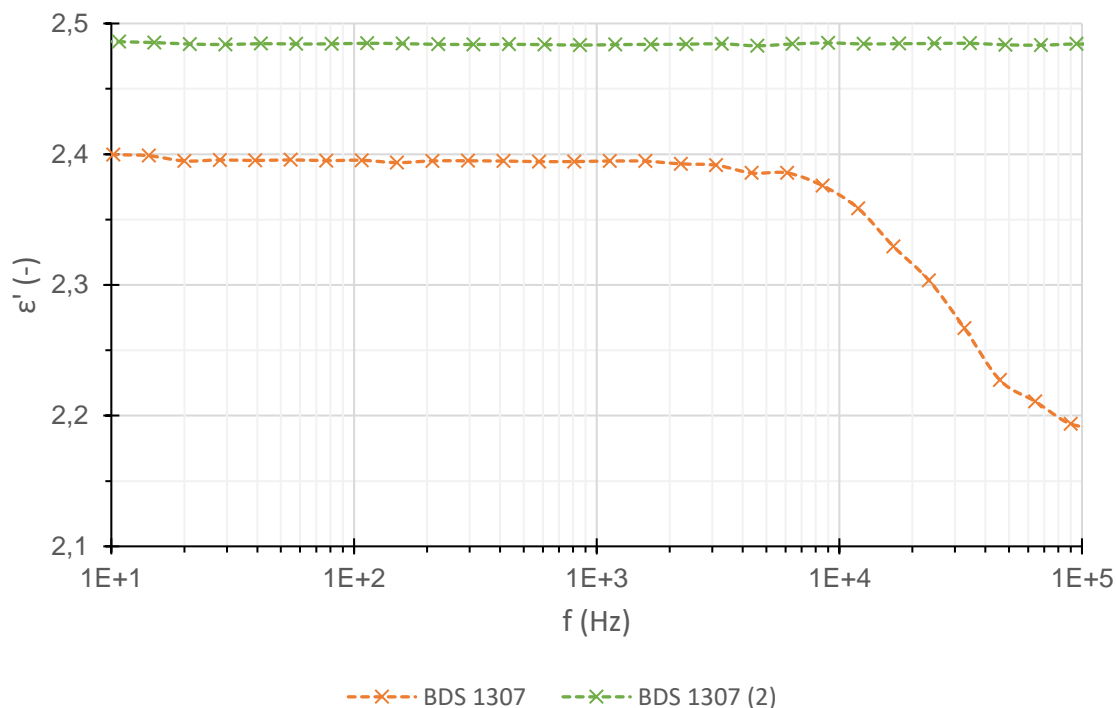


Obr. 32: Frekvenční závislost imaginární složky komplexní permitivity PET folie pro vybrané teploty.

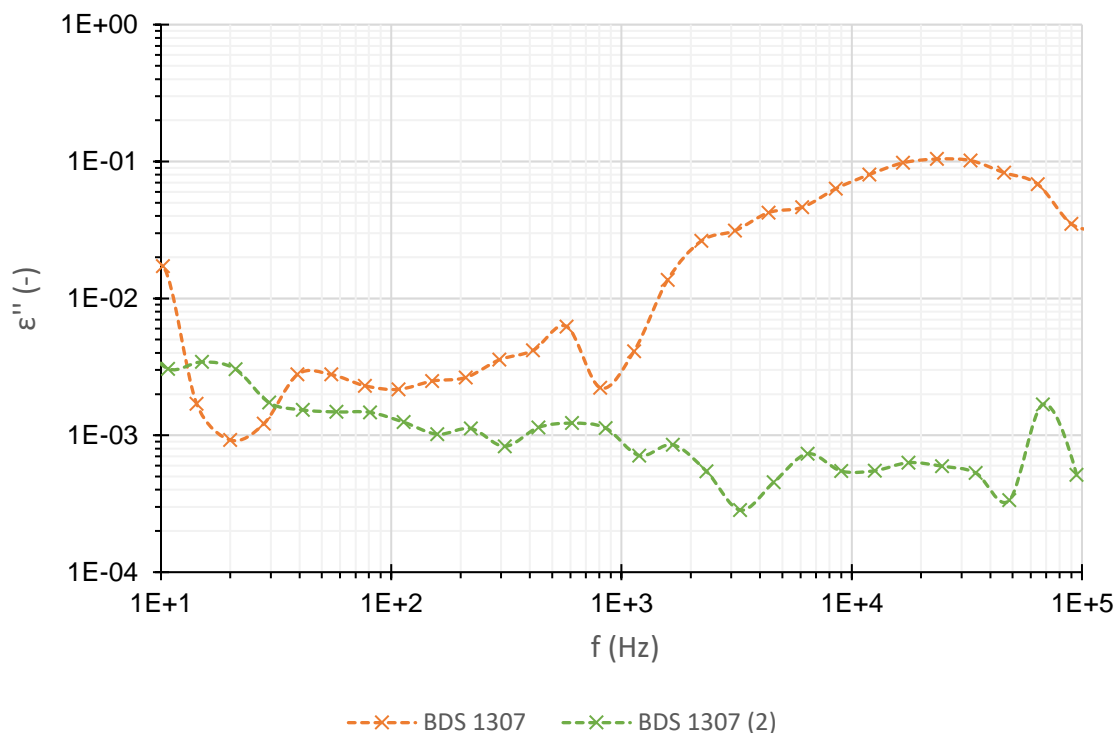
## 6.2 Měření dielektrického spektra kapalného dielektrika

Příklad kapalného dielektrika představuje minerální transformátorový olej Mogul CZ-A. Olej byl měřen ve frekvenčním intervalu od 1 Hz do 100 kHz a efektivní hodnota sinusového měřícího napětí byla opět nastavena na 1 V. Měření bylo provedeno s využitím elektrodového systému BDS 1307 a BDS 1308 vložených mezi elektrody aktivní cely ZGS. Předmětem zájmu je porovnání výsledků dosažených při použití konstrukčně odlišných elektrodovými systémy (typ 1307 oproti typu 1308) a určení dějů probíhajících v dielektriku.

Před samotným porovnáním měření z hlediska použitého typu elektrodového systému je vhodné popsat jevy pozorované při měření se systémem BDS 1307. První měření odhalilo nečekaný polarizační mechanismus oleje v oblasti mezi 10 kHz a 100 kHz. Druhé měření, kterému předcházelo důkladnější vyčištění systému a byl kladen větší důraz na odstranění vzduchových bublinek ve vzorku, již tento polarizační mechanismus nezaznamenalo.



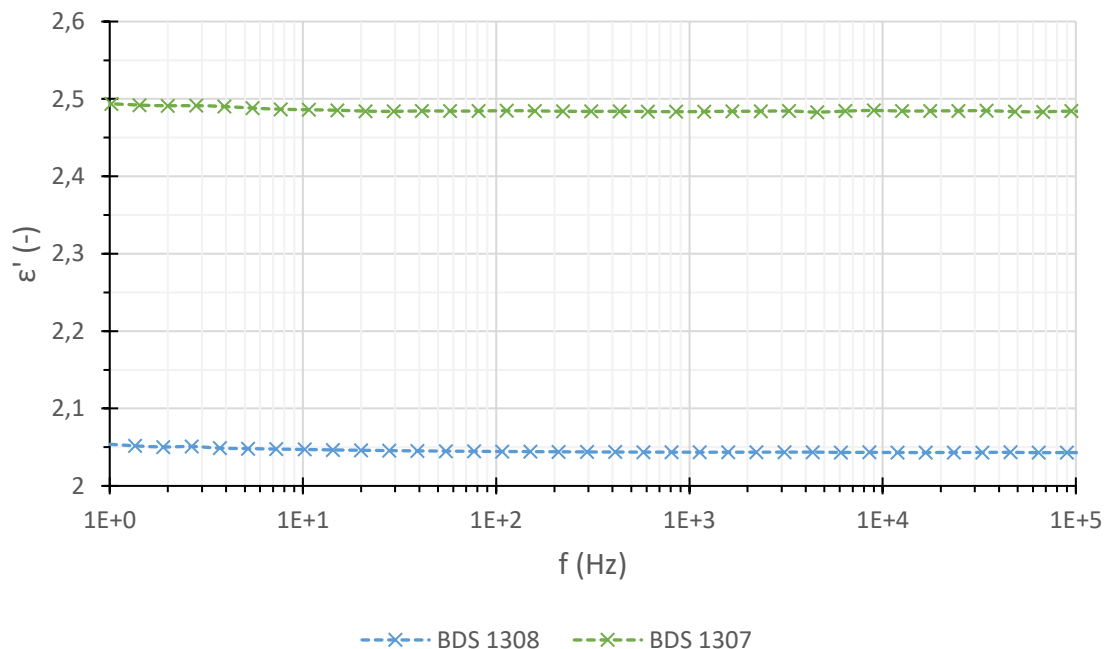
Obr. 33: Frekvenční závislost reálné složky komplexní permitivity oleje – měření provedeno s elektrodovým systémem BDS 1307 dvakrát s různými výsledky.



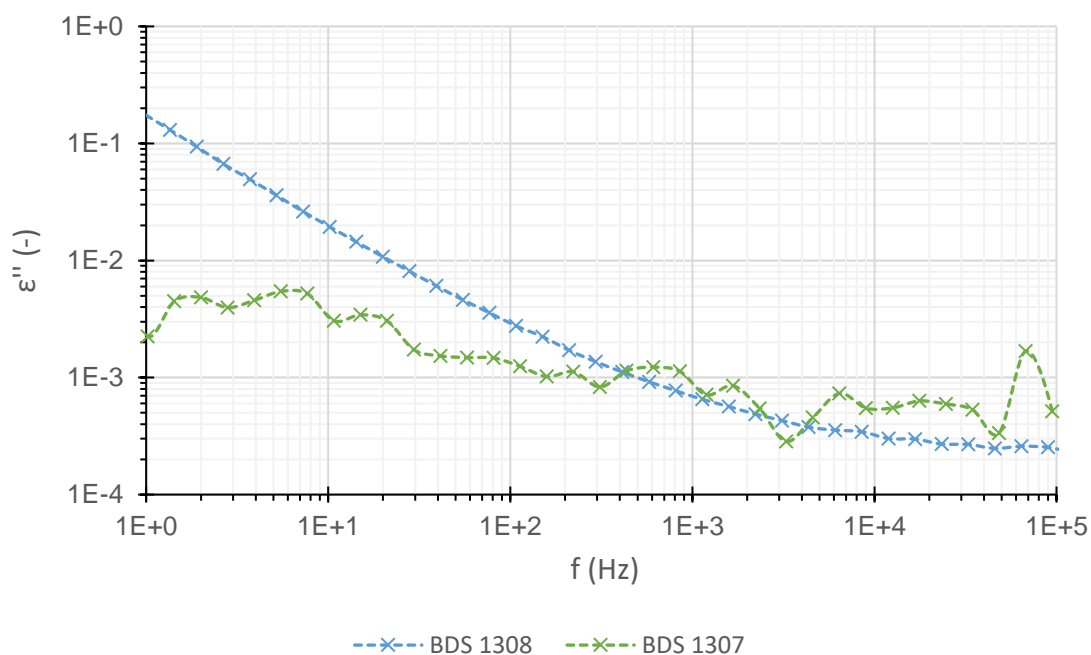
Obr. 34: Frekvenční závislost imaginární složky komplexní permitivity oleje – měření provedeno s elektrodovým systémem BDS 1307 dvakrát s různými výsledky.

Naměřené frekvenční závislosti jsou pro reálnou složku komplexní permitivity zobrazeny na Obr. 35 a imaginární složku na Obr. 36 pro porovnání elektrodových systémů BDS 1307 a BDS 1308. U těchto závislostí  $\varepsilon'$  nejsou patrné žádné viditelné projevy polarizačních dějů. Při nízkých frekvencích pod 1 Hz se začíná projevovat při měření elektrodovým systémem BDS 1308 vodivostní složka a značně roste imaginární složka komplexní permitivity jako míra dielektrických ztrát. Tento jev není při měření s elektrodovým systémem BDS 1307 pozorován. Reálná část komplexní permitivity naměřená při využití elektrodového systému BDS 1307 dosahovala v celém frekvenčním intervalu hodnoty přibližně 2,5, což je více než u systému BDS 1308, kde byla naměřena průměrná hodnota přibližně 2,05. Tento rozdíl je nejspíše způsoben blízkostí kapacit prázdného elektrodového systému BDS 1307 (1,849 pF) a měřeného vzorku (přibližně 3 pF). Věrohodnější hodnota je tedy nejspíše změřena pomocí BDS 1308, který má menší mezeru mezi elektrodami a větší kapacitu vzorku (okolo 57 pF) oproti 5,5 pF prázdného elektrodového systému. Přestože systém BDS 1307 obsahuje stínící elektrodu eliminující nabíjení elektrodového systému při měření, bylo tímto systémem dosaženo méně věrohodných a nejspíše horších výsledků. Pro měření minerálního oleje je tedy spíše vhodný

systém BDS 1308, u kterého je mezi elektrodami jen tenká vrstva oleje definovaná výškou skleněných vláken (rozpěry) o tloušťce (průměru) 100  $\mu\text{m}$  na rozdíl od BDS 1307, u kterého je mezera mezi elektrodami 2,621 mm.



Obr. 35: Frekvenční závislost reálné složky komplexní permitivity oleje – měřeno s využitím elektrodových systémů BDS 1307 a BDS 1308.



Obr. 36: Frekvenční závislost imaginární složky komplexní permitivity oleje – měřeno s využitím elektrodových systémů BDS 1307 a BDS 1308.

## Závěr

Cílem této bakalářské práce bylo představení charakterizace dielektrik širokopásmovou dielektrickou spektroskopií a vyhodnocení získaných teplotních a frekvenčních závislostí reálné a imaginární složky komplexní permitivity.

V teoretické části práce byla definována dielektrika z hlediska chování v elektrickém poli a detailně byly popsány klíčové parametry zjišťované při měření širokopásmovou dielektrickou spektroskopií, kterými jsou relativní permitivita a ztrátový činitel. Byla také stručně shrnuta problematika frekvenční a teplotní závislosti těchto parametrů. Rovněž byly rozděleny polarizační mechanismy dle síly a charakteru vazby různých nosičů náboje. V materiálu probíhající polarizace ovlivňují hodnotu (komplexní) relativní permitivity. Čím intenzivnější polarizační děje se v dielektriku projevují a čím vyšší je i vodivost materiálu, tím vyšší jsou standardně i určené hodnoty  $\varepsilon'$  a  $\varepsilon''$ . S rostoucí frekvencí jednotlivé polarizační mechanismy přestávají stíhat sledovat změny střídavého elektrického pole. Jakmile tato situace nastane, začne klesat reálná složka a roste imaginární složka komplexní permitivity, která při určité frekvenci určující relaxační dobu daného děje dosahuje maxima a poté s rostoucí frekvencí opět klesá. Tyto děje se odehrávají i při změně teploty. Imaginární část komplexní relativní permitivity představuje míru dielektrických ztrát v materiálu a pro jejich znalost v reálných aplikacích je tak důležité znát závislost komplexní relativní permitivity na frekvenci i teplotě. Účelem širokopásmové dielektrické spektroskopie je získání a vyhodnocení dielektrického spektra v širokém rozsahu frekvencí a teplot.

Přechodem mezi teoretickou a praktickou částí bylo 3D modelování elektrodových systému použitých při měření a popis měřicí aparatury. V praktické části byla realizována ukázková měření PET folie a transformátorového oleje Mogul CZ-A. Při měření PET folie byl z naměřených závislostí určen vliv vybraných frekvencí měřicího signálu v teplotním spektru a různých teplot okolí ve frekvenčním spektru na hodnoty  $\varepsilon'$  a  $\varepsilon''$ . Popis obsahuje též stručné určení polarizačních mechanismů. Reálná složka komplexní permitivity roste s rostoucí teplotou a klesá s rostoucí frekvencí, což koresponduje s informacemi z teoretické části. Měření transformátorového oleje bylo provedeno ve dvou různých elektrodových systémech BDS 1307 a BDS 1308, přičemž bylo dosaženo odlišných výsledků. Na základě výsledků měření minerálního oleje se jeví vhodnější využití spíše elektrodový systém BDS 1308 díky jeho provedení, ale i tak je třeba připravovat vzorek oleje velmi pečlivě.

## Seznam literatury a informačních zdrojů

- [1] SCHNEIDER, Martin. *Pevná dielektrika ve střídavém a stejnosměrném elektrickém poli*. Plzeň, 2014. *Bakalářská práce*. Západočeská univerzita v Plzni. *Vedoucí práce* Ing. Jiří Ulrych.
- [2] MENTLÍK, Václav. *Dielektrické prvky a systémy*. Praha: BEN - technická literatura, 2006. ISBN 80-730-0189-6.
- [3] ULRYCH, Jiří. *Dielektrická spektroskopie v elektrotechnologické diagnostice*. Plzeň, 2012. *Diplomová práce*. Západočeská univerzita v Plzni.
- [4] MUDRUŇKOVÁ, Anna. *Elektrotechnické materiály I: Izolanty a dielektrika*. Publi.cz [online]. 2016 [cit. 2020-05-11]. Dostupné z: <https://publi.cz/books/353/06.html>.
- [5] KUČERA, Miroslav. *Analýza vícefaktorového namáhání na dielektrická spektra materiálů*. Brno, 2011. *Diplomová práce*. Vysoké učení technické v Brně.
- [6] KUČEROVÁ, Eva. *Elektrotechnické materiály*. Plzeň: Západočeská univerzita, 2002. ISBN 80-708-2940-0.
- [7] HANZLÍKOVÁ, Kateřina. *Růst monokrystalů a jejich základní charakterizace*. Praha, 2014. *Bakalářská práce*. Univerzita Karlova v Praze.
- [8] REICHL, Jaroslav a Martin VŠETIČKA. *Encyklopedie fyziky: Krystalické a amorfni látky* [online]. c2006-2020 [cit. 2020-05-12]. Dostupné z: <http://fyzika.jreichl.com/main.article/view/622-krystalicke-a-amorfni-latky>.
- [9] ŠTĚTKA, Ladislav. *Dielektrická spektroskopie kapalných izolačních materiálů*. Plzeň, 2015. *Bakalářská práce*. Západočeská univerzita v Plzni.
- [10] JABŮREK, Ladislav. *Studium elektrického namáhání drážkové izolace*. Brno, 2009. *Bakalářská práce*. Vysoké učení technické v Brně.
- [11] JIRÁK, Josef, Rudolf AUTRATA, Karel LIEDERMANN, Zdenka ROZSÍVALOVÁ a Marie SEDLAŘÍKOVÁ. *Materiály a technická dokumentace: Materiály v elektrotechnice*. In: Docplayer [online]. 2011 [cit. 2020-05-19]. Dostupné z: <https://docplayer.cz/14844973-Materialy-a-technicka-dokumentace.html>.
- [12] RAŠKA, Jiří. *Modelování a aproximace absorpčních dějů v dielektrických materiálech* [online]. Brno, 2015 [cit. 2020-05-19]. Dostupné z: [https://www.vutbr.cz/www\\_base/zav\\_prace\\_soubor\\_verejne.php?file\\_id=102791](https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=102791). *Diplomová práce*. Vysoké učení technické v Brně.



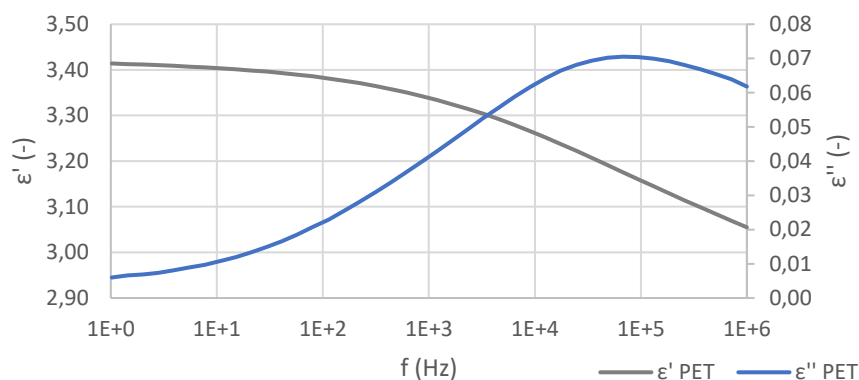
- [13] *Dielektrikum*. In: *Wikipedia: the free encyclopedia [online]*. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, c2018 [cit. 2020-05-17]. Dostupné z: <https://cs.wikipedia.org/w/index.php?title=Dielektrikum&oldid=16067716>.
- [14] PALAI-DANY, Tomáš. *Dielektrická spektroskopie karboxymethylcelulózy v časové oblasti [online]*. Brno, 2009 [cit. 2020-05-17]. Dostupné z: <https://dspace.vutbr.cz/xmlui/handle/11012/12852>. *Disertační práce. Vysoké učení technické v Brně*.
- [15] *Elektrická indukce*. In: *Wikipedia: the free encyclopedia [online]*. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, c2017 [cit. 2020-05-17]. Dostupné z: [https://cs.wikipedia.org/wiki/Elektrick%C3%A1\\_indukce](https://cs.wikipedia.org/wiki/Elektrick%C3%A1_indukce).
- [16] ČERNÝ, Patrik. *Termoplasty využívané v elektroizolačních systémech a jejich dielektrické vlastnosti [online]*. Plzeň, 2016 [cit. 2020-05-25]. Dostupné z: <https://dspace5.zcu.cz/handle/11025/23150>. *Bakalářská práce. Západočeská univerzita v Plzni*.
- [17] JEŽÍK, Jan. *Studium dielektrické relaxace v základních materiálech DPS a v izolacích kabelů [online]*. Brno, 2011 [cit. 2020-05-17]. Dostupné z: [https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace?zp\\_id=40811](https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace?zp_id=40811). *Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně*.
- [18] KREMER, Friedrich a Andreas SCHÖNHALS, ed. *Broadband Dielectric Spectroscopy*. Berlin: Springer, 2003. ISBN 978-3-540-43407-8.
- [19] *Relativní permitivita*. In: *Wikipedia: the free encyclopedia [online]*. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, c2018 [cit. 2020-05-17]. Dostupné z: [https://cs.wikipedia.org/w/index.php?title=Relativn%C3%AD\\_permitivita&oldid=16493300](https://cs.wikipedia.org/w/index.php?title=Relativn%C3%AD_permitivita&oldid=16493300).
- [20] MCCORMICK, Douglas. *How Atoms Dance in Dielectrics*. *IEEE Spectrum [online]*. 5 October 2015 [cit. 2020-04-22]. Dostupné z: <https://spectrum.ieee.org/tech-talk/at-work/test-and-measurement/how-atoms-dance-in-dielectrics>.
- [21] ZIMÁKOVÁ, Jana. *Měření permitivity a ztrátového činitele vody [online]*. Brno, 2012 [cit. 2020-05-14]. Dostupné z: [https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace?zp\\_id=57473](https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace?zp_id=57473). *Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně*.
- [22] VILHELM, Lukáš. *Elektrická pevnost plynného izolantu s izolační bariérou v elektromagnetickém poli [online]*. Plzeň, 2013 [cit. 2020-05-18]. Dostupné z: [https://theses.cz/id/k0w8z0/#panel\\_text](https://theses.cz/id/k0w8z0/#panel_text). *Diplomová práce. Západočeská univerzita v Plzni*.

- [23] *Dielectric loss*. In: *Wikipedia: the free encyclopedia [online]*. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2020 [cit. 2020-05-16]. Dostupné z: [https://en.wikipedia.org/wiki/Dielectric\\_loss](https://en.wikipedia.org/wiki/Dielectric_loss).
- [24] CHEN, Linfeng. *Microwave electronics: measurement and materials characterization [online]*. Chichester: Wiley-Blackwell, 2004 [cit. 2020-05-17]. ISBN 04-708-4492-2. Dostupné z: <https://www.brownsbfs.co.uk/Product/BookPreview?ean=9780470020456>.
- [25] University Of Cambridge: *DoITPoMS: Loss in dielectrics [online]*. c2004-2020 [cit. 2020-05-10]. Dostupné z: <https://www.doitpoms.ac.uk/tlplib/dielectrics/loss.php>.
- [26] ULRYCH, Jiri, Radek POLANSKY a Josef PIHERA. *Dielectric analysis of polyethylene terephthalate (PET) and polyethylene naphthalate (PEN) films. Proceedings of the 2014 15th International Scientific Conference on Electric Power Engineering (EPE) [online]*. IEEE, 2014, 2014, , 411-415 [cit. 2020-05-29]. DOI: 10.1109/EPE.2014.6839429. ISBN 978-1-4799-3807-0. Dostupné z: <http://ieeexplore.ieee.org/document/6839429/>.
- [27] NOVOSAD, Martin. *Dielektrická spektroskopie pevných izolačních materiálů [online]*. Plzeň, 2016 [cit. 2020-05-15]. Dostupné z: <https://dspace5.zcu.cz/handle/11025/23052>. Bakalářská práce. Západočeská univerzita v Plzni.
- [28] GRIMNES, Sverre a Ørjan G MARTINSEN. *Dielectrics. Bioimpedance and Bioelectricity Basics [online]*. Elsevier, 2015, 2015, , 37-75 [cit. 2020-04-15]. DOI: 10.1016/B978-0-12-411470-8.00003-9. ISBN 9780124114708. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780124114708000039>.
- [29] GARRAPPA, Roberto, Francesco MAINARDI a Maione GUIDO. *Models of dielectric relaxation based on completely monotone functions. Fractional Calculus and Applied Analysis [online]*. 2016, 19(5) [cit. 2020-05-17]. DOI: 10.1515/fca-2016-0060. ISSN 1311-0454. Dostupné z: <https://www.degruyter.com/view/j/fca.2016.19.issue-5/fca-2016-0060/fca-2016-0060.xml>.
- [30] HOLCMAN, Vladimír. *Dielektrická relaxační spektroskopie kompozitních soustav [online]*. Brno, 2008 [cit. 2020-05-17]. Dostupné z: [https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/8459?zp\\_id=8459](https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/8459?zp_id=8459). Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně.
- [31] IGLESIAS, T. P., G. VILÃO a João Carlos R. REIS. *An approach to the interpretation of Cole–Davidson and Cole–Cole dielectric functions. Journal of Applied Physics [online]*. 2017, 122(7) [cit. 2020-05-17]. DOI: 10.1063/1.4985839. ISSN 0021-8979. Dostupné z: <http://aip.scitation.org/doi/10.1063/1.4985839>.

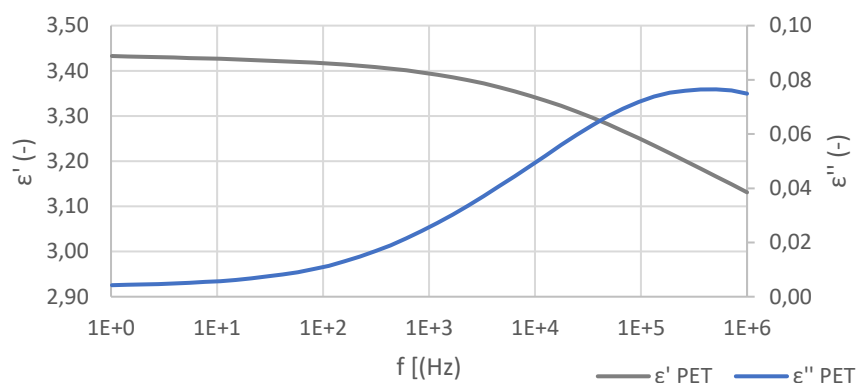
- [32] KAO, Kwan Chi, ed. *Dielectric phenomena in solids: with emphasis on physical concepts of electronic processes [online]*. Academic Press, 2004 [cit. 2020-05-17]. DOI: 10.1016/B978-0-12-396561-5.X5010-5. ISBN 9780080470160. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/book/9780123965615/dielectric-phenomena-in-solids>.
- [33] VOJTEK, Vítězslav. *Studium vlivu vícefaktorového namáhání na dielektrická spektra izolačních materiálů [online]*. Brno, 2008 [cit. 2020-05-17]. Dostupné z: [https://www.vutbr.cz/www\\_base/zav\\_prace\\_soubor\\_verejne.php?file\\_id=8342](https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=8342). Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně.
- [34] NEUBERT, Milan. *Relaxační, zejména dielektrické chování polymerních kompozitů a kapalně-krytalických polymerů [online]*. Praha, 2016 [cit. 2020-05-17]. Dostupné z: <https://dspace.cuni.cz/handle/20.500.11956/81623>. Disertační práce. Univerzita Karlova v Praze.
- [35] S. N. S. Havriliak, XHAVRILIAK, S. a S. NEGAMI. *A complex plane representation of dielectric and mechanical relaxation processes in some polymers*. *Polymer [online]*. 1967, 8, 161-210 [cit. 2020-04-17]. DOI: 10.1016/0032-3861(67)90021-3. ISSN 00323861. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0032386167900213>.
- [36] DESHMUKH, Kalim, Sowmya SANKARAN, Basheer AHAMED, Kishor K. SADASIVUNI, Khadheer S.K. PASHA, Deepalekshmi PONNAMMA, P.S. RAMA SREEKANTH a Kuppanna CHIDAMBARAM. *Dielectric Spectroscopy. Spectroscopic Methods for Nanomaterials Characterization [online]*. Elsevier, 2017, 237-299 [cit. 2020-05-17]. DOI: 10.1016/B978-0-323-46140-5.00010-8. ISBN 9780323461405. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780323461405000108>.
- [37] KLONOS, Panagiotis, Apostolos KYRITSIS a Polycarpos PISSIS. *Interfacial Effects in Polymer Nanocomposites Studied by Thermal and Dielectric Techniques: The Hidden Lever for Optimizing Performance in Spherical Nanofilled Polymers. Interface/Interphase in Polymer Nanocomposites [online]*. Hoboken, NJ, USA, 2016, 2016-12-30, , 191-251 [cit. 2020-05-17]. DOI: 10.1002/9781119185093.ch6. ISBN 9781119185093. Dostupné z: <http://doi.wiley.com/10.1002/9781119185093.ch6>.
- [38] MYDLÁŘ, Marek. *Analýza složené soustavy s různým podílem plniva [online]*. Brno, 2009 [cit. 2020-05-26]. Dostupné z: <https://core.ac.uk/download/pdf/30297008.pdf>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně.

- [39] JAHN, Michal. *Dielektrické vlastnosti kapalných izolantů [online].* Brno, 2014 [cit. 2020-05-17]. Dostupné z: <https://dspace.vutbr.cz/handle/11012/32182>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně..
- [40] KADLEC, Petr. *finalni\_verze\_BP [elektronická pošta].* Message to: [hubacr@students.zcu.cz](mailto:hubacr@students.zcu.cz). 14.6.2020 22:18 [cit. 2020-06-15]. Osobní komunikace.
- [41] *Novocontrol Technologies; Alpha-A High Resolution Dielectric, Conductivity, Impedance and Gain Phase Modular Measurement System; Owner's Manual, 2012.*
- [42] *High Performance Dielectric, Conductivity and Electrochemical Impedance Analyzers: Concepts, Features, Principles of Operation, Application Examples. In: Novocontrol [online].* [cit. 2020-05-29]. Dostupné z: [https://www.novocontrol.de/pdf\\_s/alpha.pdf](https://www.novocontrol.de/pdf_s/alpha.pdf).
- [43] *Dielectric newsteller: Scientific newsteller for dielectric spectroscopy [online].* Novocontrol, november 2005(21) [cit. 2020-05-29]. Dostupné z: <https://www.novocontrol.de/newsletter/DNL21.pdf>.
- [44] *Novocontrol Technologies; Cylindrical Liquid Sample Cell BDS 1307; Owner's Manual, 2005.*
- [45] *Novocontrol Technologies; Liquid Sample Cells BDS 1308 and BDS 1309; Owner's Manual, 2005.*
- [46] *Novocontrol Technologies; WinDETA 5.84; Owner's Manual, 2012.*
- [47] VASILYEVA, M.A., I.V. LOUNEV a Yu.A. GUSEV. *The Methodology of the Experiment on the Dielectric Spectrometer Novocontrol BDS Concept 80: Part1. Dielectric Measurements from 10<sup>-5</sup> Hz to 3.10<sup>9</sup> Hz on the Dielectric spectrometer Novocontrol BDS Concept 80 [online].* Kazan, 2013 [cit. 2020-05-29]. Dostupné z: [https://kpfu.ru/docs/F68212486/Uch\\_metod\\_posobie\\_Novocontrol\\_chast\\_2.pdf](https://kpfu.ru/docs/F68212486/Uch_metod_posobie_Novocontrol_chast_2.pdf). Study guide. Kazan Federal University.
- [48] NEAGU, E, P PISSIS, L APEKIS a J L Gomez RIBELLES. *Dielectric relaxation spectroscopy of polyethylene terephthalate (PET) films. Journal of Physics D: Applied Physics [online].* 1997, 30(11), 1551-1560 [cit. 2020-06-07]. DOI: 10.1088/0022-3727/30/11/003. ISSN 0022-3727. Dostupné z: <https://iopscience.iop.org/article/10.1088/0022-3727/30/11/003>

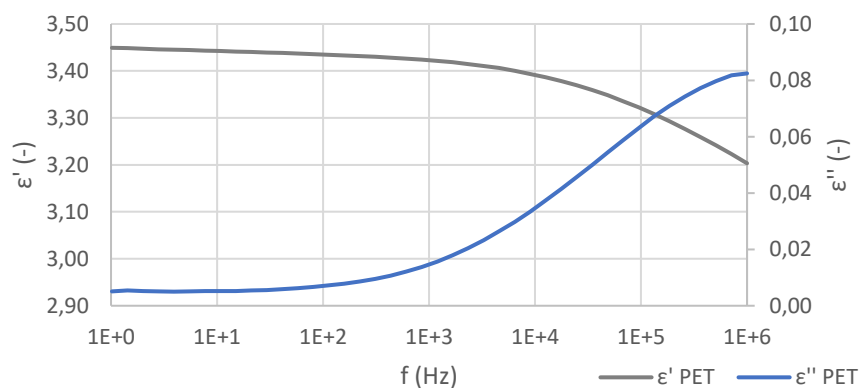
## Příloha



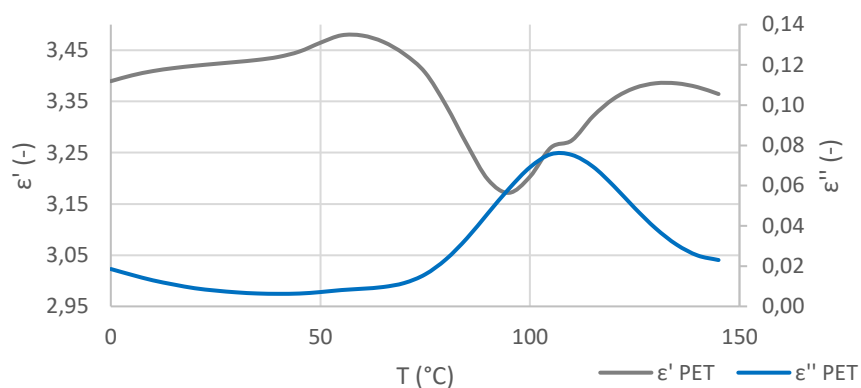
Obr. 37: Závislost reálné a imaginární složky komplexní permitivity na frekvenci při teplotě 0 °C



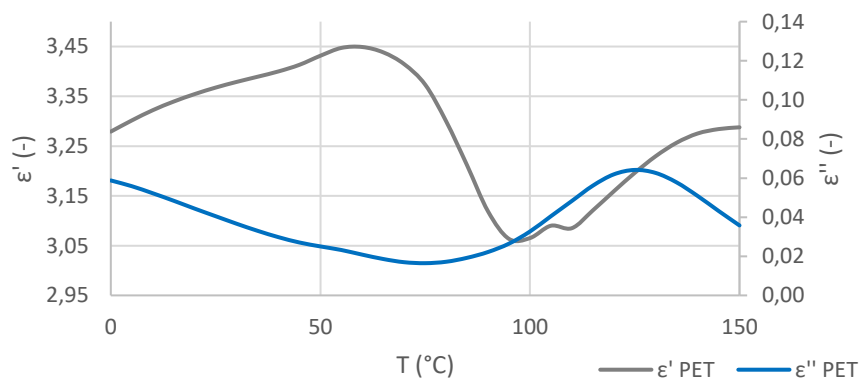
Obr. 38: Závislost reálné a imaginární složky komplexní permitivity na frekvenci při teplotě 20 °C



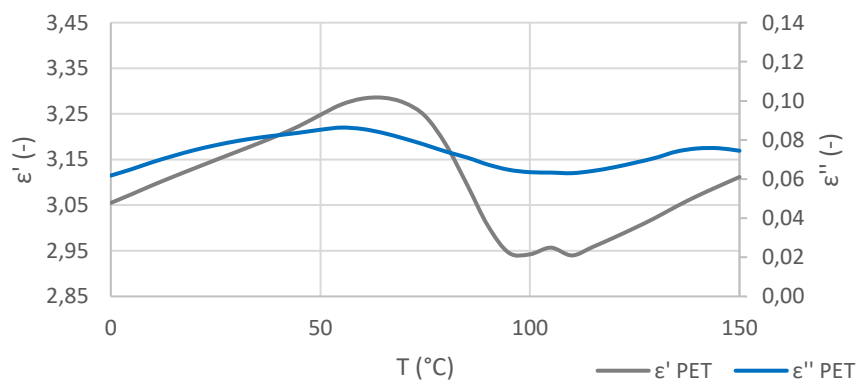
Obr. 39: Závislost reálné a imaginární složky komplexní permitivity na frekvenci při teplotě 40 °C



Obr. 40: Závislost reálné a imaginární složky komplexní permitivity na teplotě při frekvenci 50 Hz



Obr. 41: Závislost reálné a imaginární složky komplexní permitivity na teplotě při frekvenci 6 kHz



Obr. 42: Závislost reálné a imaginární složky komplexní permitivity na teplotě při frekvenci 1 MHz