

Łukasz MACIOSZEK

UNIwersytet Zielonogórski, Instytut Metrologii Elektrycznej
ul. Podgórna 50, 65-246 Zielona Góra

Badanie elektrod o zwiększonej pojemności elektrycznej w spektroskopii impedancyjnej cieczy słaboprzewodzących

Mgr inż. Łukasz MACIOSZEK

Absolwent Wydziału Elektrotechniki, Informatyki i Telekomunikacji Uniwersytetu Zielonogórskiego (2009). Po studiach pracował na stanowisku konstruktor-programista w ośrodku badawczo-rozwojowym. Obecnie, jako asystent w Instytucie Metrologii Elektrycznej Uniwersytetu Zielonogórskiego, zajmuje się badaniem właściwości materiałów z zastosowaniem spektroskopii impedancyjnej.



e-mail: L.Macioszek@ime.uz.zgora.pl

Streszczenie

W pracy podjęto próbę oceny elektrod o zwiększonej pojemności elektrycznej, które użyte w spektroskopii impedancyjnej cieczy słaboprzewodzących pozwoliłyby na uzyskanie mniejszych wartości mierzonego modułu impedancji. Wyniki przeprowadzonych badań wskazują, że zarówno poprzez użycie elektrod o gęstszym układzie ścieżek, jak i kształtach ścieżek opartych na fraktalach, możliwe jest osiągnięcie większej pojemności elektrycznej układu elektroda-badana ciecz, a co za tym idzie mniejszych wartości modułu mierzonej impedancji.

Słowa kluczowe: spektroskopia impedancyjna, elektroda pojemnościowa, impedancja.

The study of electrodes with enhanced capacitance in impedance spectroscopy of poorly conductive liquids

Abstract

In the paper an attempt is made to evaluate the electrodes with enhanced capacitance which used in the impedance spectroscopy of poorly conductive liquids would ensure lower values of impedance modulus. Three capacitive electrodes with different trace shapes are evaluated: basic comb electrode (denoted by I, shown in Fig. 1), comb electrode with denser traces (II, Fig. 2) and electrode III (Fig. 3) with traces of fractal based shapes. The measurements were taken with the use of the Princeton Applied Research laboratory system for electrochemical impedance spectroscopy. The results of impedance modulus measurement of the fresh engine oil are illustrated in Fig. 4, while those of the used engine oil are shown in Fig. 5. The results of impedance modulus measurement of the diesel fuel (Fig. 6) and cooking oil (Fig. 7) are also presented in the text. It is visible that the value of the measured impedance modulus is lower for comb electrode II and fractal electrode III than that obtained with electrode I. Table 1 contains the summary of the measured impedance modulus percentage using electrodes comb II and fractal III related to the results of the measurements with electrode I (as 100%). The test findings show that both comb electrode with denser traces and the one based on fractal shaped traces can provide greater electrical capacity of the electrode - poorly conductive liquid system and this, as a result, leads to lower values of the measured impedance modulus.

Keywords: impedance spectroscopy, capacitive electrode, impedance.

1. Wprowadzenie

Spektroskopia impedancyjna jest coraz częściej stosowaną metodą badania właściwości różnego rodzaju obiektów i materiałów. Jej rozwój wiąże się z opracowywaniem coraz bardziej doskonałych narzędzi pomiarowych oraz wypracowywaniem nowych metod i algorytmów analizy wyników pomiarów. Istotną część znanych aktualnie zastosowań spektroskopii impedancyjnej dotyczy obszaru badań naukowych. Wynika to m.in. z faktu, że profesjonalna aparatura umożliwiająca badanie widma impedancyjnego jest skomplikowana i kosztowna. Spodziewane zwiększenie ob-

szaru zastosowań spektroskopii impedancyjnej wiąże się z możliwością budowy prostszych konstrukcyjnie i tym samym tańszych przyrządów i systemów pomiarowych (analyzerów impedancji) bazujących na przykład na komercyjnych kartach pomiarowych, czy też scalonych cyfrowych przetwornikach impedancji. Tego rodzaju rozwiązania sprzętowe mają zwykle mniejsze, w porównaniu z komercyjnymi zestawami do spektroskopii impedancyjnej, zakresy pomiarowe impedancji i węższe pasmo częstotliwościowe. Taka sytuacja zwiększa wymagania w stosunku do czujników impedancyjnych umożliwiających przeprowadzenie analizy impedancyjnej badanych materiałów.

Do badań fizykochemicznych właściwości cieczy metodą spektroskopii impedancyjnej mogą być użyte różnego typu czujniki. Jednym ze stosowanych rodzajów są czujniki pojemnościowe [1]. Badana ciecz rozdziela przewodzące elektrody, które można porównać do okładek kondensatora. Stąd na wypadkową pojemność czujników bezpośredni wpływ ma ich budowa, czyli: rozmiar, pole powierzchni, kształt oraz odstęp między elektrodami. Zastosowanie równoległych względem siebie płaskich okładek nie zawsze jest możliwe. Rozwiązaniem jest wówczas użycie elektrody, której konstrukcja opiera się na przewodzących ścieżkach osadzonych na jednej płaszczyźnie.

Zwiększenie pojemności elektrycznej elektrod umożliwia uzyskanie mniejszych wartości mierzonego modułu impedancji. Efekt taki może być korzystny w sytuacji, gdy badana ciecz charakteryzuje się słabą przewodnością elektryczną, a zakres pomiarowy impedancji w dostępnym systemie pomiarowym jest niewystarczający. Podstawowym ograniczeniem przy zwiększeniu pojemności elektrycznej układu elektroda-badana ciecz jest powierzchnia elektrody. Możliwe jest uzyskanie różnych wartości pojemności przy zachowaniu tych samych rozmiarów czujnika poprzez modyfikację kształtu i odstępu między ścieżkami elektrody. Gdy zmiana odstępu nie jest możliwa, pozostaje dobór odpowiedniego kształtu ścieżek. Na przykład kształty oparte na fraktalach od niedawna zaczęły znajdować zastosowanie w elektrotechnice. Są coraz częściej używane między innymi w budowie superkondensatorów i w celu miniaturyzacji anten [2].

W pracy zbadano eksperymentalnie i porównano moduły impedancji cieczy słaboprzewodzących zmierzone przy użyciu trzech rodzajów elektrod pojemnościowych o zróżnicowanym kształcie, w tym dwóch elektrod grzebieniowych oraz jednej o kształcie fraktalnym. Do badań użyto laboratoryjnego systemu do elektrochemicznej spektroskopii impedancyjnej (ESI).

2. Spektroskopia impedancyjna cieczy słaboprzewodzących

Wypadkowy moduł impedancji badanego materiału zależy od szeregu czynników i może się zawierać w bardzo szerokim zakresie, zmieniając się wraz z częstotliwością sygnału pomiarowego. Przedziały częstotliwości dobierane są ze względu na to, jaki materiał jest badany i jakie informacje o nim mają być uzyskane podczas badań. Na przykład w szeroko rozumianej metodzie ESI nastawy częstotliwości sięgają pojedynczych miliherców [1], w przemyśle spożywczym najwięcej informacji może być zawartych przy badaniach dla dziesiątków herców [3], zaś ocena stopnia zużycia oleju silnikowego wymaga pomiarów przy częstotliwościach rzędu dziesiątek i setek kiloherców [4].

W spektroskopii impedancyjnej materii cechującej się słabą przewodnością elektryczną nierzadko mierzone są wartości modułu impedancji sięgające gigaomów przy niskich częstotliwościach. O ile specjalizowane, laboratoryjne systemy pomiarowe niejednokrotnie obejmują swoimi zakresami pomiarowymi tego rzędu

wartości, o tyle prostsze konstrukcyjnie, mobilne rozwiązania mogą mieć dużo węższe zakresy. Budowę przenośnych systemów do pomiaru impedancji można znacznie uprościć wykorzystując w nich na przykład cyfrowy przetwornik impedancji firmy Analog Devices AD5933, zawierający wszystkie niezbędne bloki przetwarzania sygnału. Należy jednak uwzględnić, że błąd pomiaru modułu impedancji przez ten przetwornik zależy od mierzonej wartości i może wraz z nią rosnąć, zaś górna granica pomiaru według producenta wynosi $10\text{ M}\Omega$ [5, 6].

Istotnym czynnikiem wpływającym na wynik pomiaru impedancji próbki jest użyta elektroda. Przyjęto, że elektrody będące przedmiotem badań prezentowanych w niniejszej pracy spełniają następujące założenia:

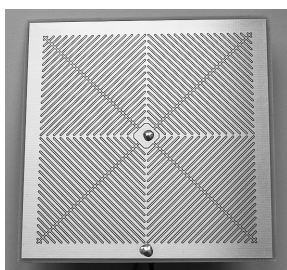
- ciecz może przepływać przez obszar, w którym znajduje się elektroda,
- ściany naczynia, w którym znajduje się ciecz nie są przewodnikami i nie mogą stanowić jednej z okładek elektrody,
- elektroda nie może być przestrzenna, musi się składać z jednej płaskiej płytki,
- rozmiary elektrod będą takie same, a sumaryczne powierzchnie ścieżek będą możliwie najbardziej do siebie zbliżone.

Elektrody zostały wykonane z laminatu dwustronnego o wymiarach $10 \times 10\text{ cm}$, o grubości warstw miedzi $35\text{ }\mu\text{m}$. Po obu stronach płytek był ten sam wzór ścieżek. Na rys. 1 przedstawiono model fizyczny podstawowej elektrody grzebieniowej.

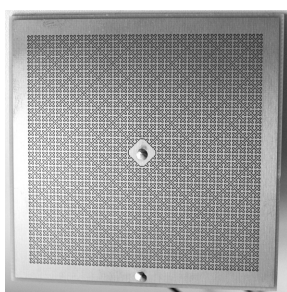


Rys. 1. Fizyczna realizacja elektrody I – grzebieniowej
Fig. 1. Physical realization of electrode I – comb

Rozbudowana wersja elektrody grzebieniowej oparta na węższych (zarazem gęstszych) ścieżkach została przedstawiona na rys. 2 [7].



Rys. 2. Fizyczna realizacja elektrody II – grzebieniowej
Fig. 2. Physical realization of electrode II – comb

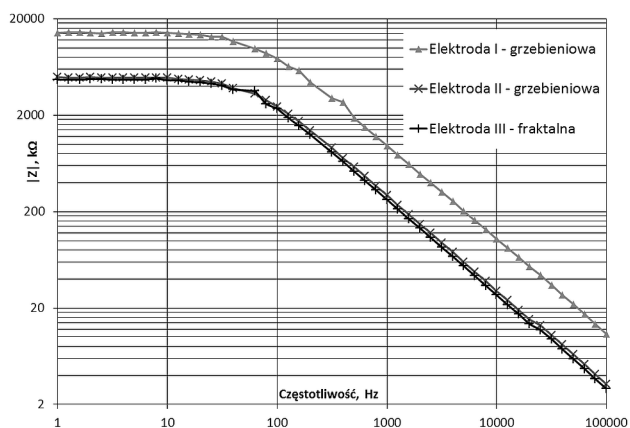


Rys. 3. Fizyczna realizacja elektrody III – fraktalnej
Fig. 3. Physical realization of electrode III – fractal

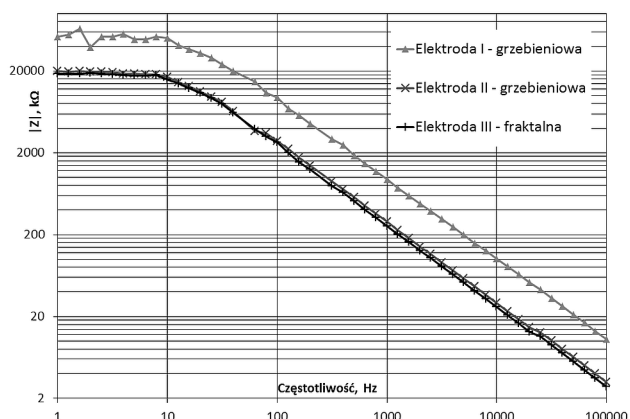
Na rys. 3 przedstawiono trzecią z badanych elektrod, ze ścieżkami o kształcie fraktalnym, bazującym na przekątnych kwadratu [7]. Szerokość ścieżek oraz odległość między nimi jest taka sama jak w przypadku elektrody II grzebieniowej, inny jest jedynie ich kształt.

3. Wyniki badań

Celem badań było sprawdzenie wpływu kształtu elektrod na wartość modułu impedancji cieczy słaboprzewodzących mierzonego metodą spektroskopii impedancyjnej. Pomiaru wykonano za pomocą skomputeryzowanego systemu do elektrochemicznej spektroskopii impedancyjnej marki EG&G/Princeton Applied Research, składającego się z detektora fazowego Lock-In Amplifier 5210, potencjostatu-galwanostatu 263A oraz oprogramowania PowerSINE. Materiał do badań stanowiły ciecze słaboprzewodzące w postaci olejów: nowy i zużyty olej silnikowy, dwa typy oleju napędowego oraz nowy i zużyty olej spożywczy. Nastawy częstotliwości pomiarowych obejmowały 51 wartości w zakresie od 1 Hz do 100 kHz z krokiem logarytmicznym. Wybrane wyniki pomiarów modułu impedancji olejów przedstawiono na rys. 4-7.



Rys. 4. Wyniki pomiarów modułu impedancji nowego oleju silnikowego
Fig. 4. The results of impedance modulus measurement of the fresh engine oil

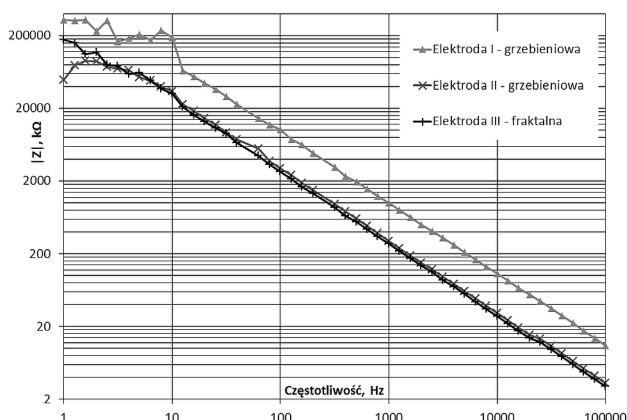


Rys. 5. Wyniki pomiarów modułu impedancji zużytego oleju silnikowego
Fig. 5. The results of impedance modulus measurement of the used engine oil

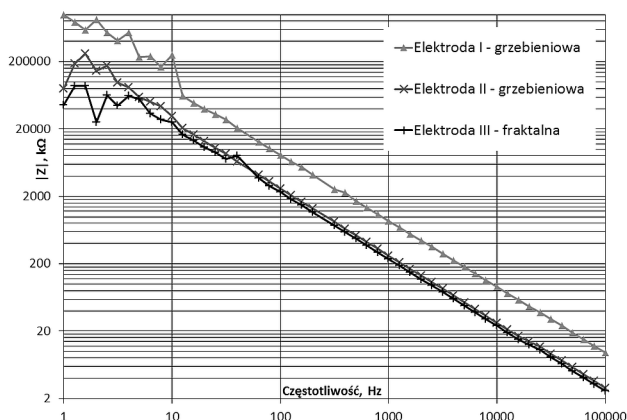
Użycie elektrod o różnych kształtach nie wpływa na charakter zmian modułu impedancji badanych olejów w dziedzinie częstotliwości (rys. 4 i 5). Zmienia się jedynie wartość modułu impedancji, zauważalnie malejąc w przypadku pomiarów wykonanych przy użyciu gęstszej elektrody grzebieniowej oraz elektrody o kształcie fraktalnym.

Na rys. 6 oraz 7 przedstawiono wyniki pomiaru modułu impedancji wybranych kolejnych dwóch olejów, napędowego oraz spożywczego. Mimo szerokiego zakresu zmian mierzonej wielko-

ści, w każdym przypadku użycie elektrody grzebieniowej II oraz elektrody fraktalnej pozwalało na pomiar znacząco mniejszej wartości modułu impedancji, niż to miało miejsce w przypadku użycia elektrody I. Odchyłki od spodziewanych wartości mierzonych w zakresie niższych częstotliwości (do około 10 Hz) były spowodowane zmianami temperatury otoczenia w laboratorium badawczym w trakcie trwania pomiarów. Celem badań było porównanie elektrod, nie zaś dokładny pomiar modułu impedancji olejów, stąd brak potrzeby stabilizacji temperatury w pomieszczeniu.



Rys. 6. Wyniki pomiarów modułu impedancji oleju napędowego
Fig. 6. The results of impedance modulus measurement of the diesel fuel



Rys. 7. Wyniki pomiarów modułu impedancji oleju spożywczego
Fig. 7. The results of impedance modulus measurement of the cooking oil

Tab. 1. Zestawienie wartości modułu impedancji zmierzonych przy użyciu elektrod: grzebieniowej II oraz fraktalnej III, odniesione do wyników przy pomiarach z użyciem elektrody I

Tab. 1. Summary of the measured impedance modulus using electrodes: comb II and fractal III related to the results of the measurements with electrode I

Rodzaj oleju	Elektroda	% wartości zmierzonej przy użyciu elektrody I – grzebieniowej				
		Częstotliwość pomiarowa				
		25 Hz	100 Hz	1 kHz	10 kHz	100 kHz
Nowy olej silnikowy	II	34,0	31,7	30,4	28,6	30,2
	III	32,4	30,2	27,5	25,9	27,0
Zużyty olej silnikowy	II	33,8	29,5	30,4	28,7	30,0
	III	32,2	28,0	27,1	25,7	26,5
Olej napędowy I	II	32,8	29,0	30,3	28,4	30,0
	III	29,4	26,2	27,5	25,8	27,2
Olej napędowy II	II	33,0	32,4	30,2	28,4	29,8
	III	29,3	29,0	27,3	25,7	26,9
Nowy olej spożywczy	II	32,2	31,2	30,7	29,2	30,1
	III	27,0	27,9	27,4	26,2	27,2
Zużyty olej spożywczy	II	32,4	32,5	30,0	28,4	29,5
	III	28,6	28,4	27,0	25,6	26,5

W tabeli 1 zawarto procentowe wartości wyników pomiaru modułu impedancji przy wybranych częstotliwościach, otrzymanych przy użyciu elektrody gęstszej grzebieniowej (II) oraz elektrody o kształcie fraktalnym (III), odniesione do wyników uzyskanych w pomiarach przy użyciu elektrody grzebieniowej I (wartość odniesienia, 100%). Na przykład wartość 34% przy 25 Hz dla elektrody II w przypadku badania nowego oleju silnikowego oznacza, że elektroda ta umożliwiła pomiar modułu impedancji o wartości blisko trzykrotnie mniejszej niż miało to miejsce przy użyciu elektrody I.

4. Podsumowanie

W zależności od właściwości elektrochemicznych badanych substancji wyniki pomiaru modułu impedancji mogą osiągać wartości z szerokiego zakresu. Jak wykazały badania, w przypadku cieczy słaboprzewodzących mogą to być wartości rzędu gigamów przy niskich częstotliwościach. Kiedy użycie laboratoryjnego systemu pomiarowego obejmującego swoim zakresem pomiarowym tak duże wartości nie jest możliwe, pozostaje dobór elektrod pojemnościowych, które będą w stanie zapewnić największą możliwą pojemność elektryczną w połączeniu z badaną cieczą słaboprzewodzącą. Przy ograniczonej powierzchni możliwe jest zwiększanie pojemności poprzez zagęszczanie równoległych do siebie ścieżek elektrody grzebieniowej. Zwiększanie pojemności może mieć także miejsce przez zmianę kształtów ścieżek na takie, które będą oparte na fraktalach. Badane w pracy elektrody miały pojemność elektryczną w powietrzu wynoszącą odpowiednio: 120 pF – elektroda I, 440 pF – elektroda II oraz 480 pF – elektroda III. Dane przedstawione w tabeli 1 wskazują, że obie elektrody, gęstsza grzebieniowa i fraktalna, umożliwiły pomiar modułu impedancji cieczy wynoszący 25,6-34% wartości zmierzonej przy użyciu elektrody I, co oznacza wartości mniejsze o 66-74,4%. Natomiast różnica między wynikami uzyskanymi przy użyciu obu rozwiązań nie jest znaczna. Dalsze badania, w tym analityczne, nad zagęszczaniem ścieżek tworzących elektrodę pojemnościową oraz ich kształtem, powinny umożliwić opracowanie elektrod zapewniających jeszcze większą pojemność elektryczną układu elektroda-badana ciecz.

5. Literatura

- [1] Barsoukov E., Macdonald J. R.: Impedance Spectroscopy. Theory, Experiment, and Applications. John Wiley & Sons, Inc., 2005.
- [2] Tiwari A.: Fractal Applications In Electrical And Electronics Engineering. International Journal of Engineering Science & Advanced Technology, vol. 2, iss. 3, s. 406-411, 2012.
- [3] Żywica R., Banach J. K., Charzyńska D. G., Staniewski B.: Wpływ dodatku oleju słonecznikowego na właściwości przewodnościowe miksów tłuszczowych. Żywność. Nauka. Technologia. Jakość., nr 2 (81), s. 161-172, 2012.
- [4] Yasuhara S.: U.S. Patent 4646070, 1987.
- [5] Hoja J., Kiwilszo M.: Ograniczenia wirtualnego miernika RLC zrealizowanego na układzie AD5933. Zeszyty Naukowe Wydziału Elektrotechniki i Automatyki Politechniki Gdańskiej, nr 25, s. 67-70, 2008.
- [6] Macioszek Ł.: Ograniczenia cyfrowego przetwornika impedancji AD5933. PAK, vol. 59, nr 1, s. 16-18, 2013.
- [7] Macioszek Ł.: Elektrody o zwiększonej pojemności elektrycznej w spektroskopii impedancyjnej cieczy słaboprzewodzących. Prace Komisji Metrologii Oddziału PAN w Katowicach, Konferencje, nr 17, 2013.

otrzymano / received: 30.11.2013

przyjęto do druku / accepted: 03.02.2014

artykuł recenzowany / revised paper