

**VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ**

**FAKULTA ELEKTROTECHNIKY  
A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ**

**DISERTAČNÍ PRÁCE**

k získání akademického titulu Doktor (Ph.D.)

ve studijním oboru

Teleinformatika

**Ing. Tomáš Palai-Dany**

**DIELEKTRICKÁ SPEKTROSKOPIE KARBOXYMETYLCELULÓZY  
V ČASOVÉ OBLASTI**

Školitel: Doc. Ing. Karel Liedermann, CSc.

Datum státní doktorské zkoušky: 8. června 2007

Datum odevzdání práce: 30. června 2009

Práce je k dispozici na Vědeckém oddělení děkanátu FEKT VUT v Brně,  
Údolní 53, Brno, 602 00

## Abstrakt

Práce se zabývá dielektrickou relaxační spektroskopií karboxymethylcelulózy v časové oblasti. V rámci experimentálních prací bylo navrženo a postupně dále vyvíjeno měřicí pracoviště umožňující záznam časového průběhu vybíjecích proudů dielektrik, jeho zpracování a analýzu.

Předmětem měření byla karboxymethylcelulóza, což je jednoduchý polysacharid používaný v širokém spektru aplikací, mezi jiným i v biomedicínském inženýrství. Studium vlastností karboxymethylcelulózy si vyžádalo vytvoření vlastního experimentálního zařízení, v němž byly ošetřeny stabilizace vzorku před měřením, jeho nabíjení i vybíjení v definovaných časových intervalech, přepínání mezi jednotlivými režimy, záznam měření, úpravy a zpracování naměřených signálů až po Fourierovu transformaci do frekvenční oblasti. Frekvenční průběh komplexní permitivity či jeho imaginární část, získaný Fourierovou transformací průběhu vybíjecího proudu dielektrika v časové oblasti, se pak označuje jako dielektrické spektrum. Vzhledem k tomu, že měření probíhala na velice nízkých úrovních měřeného signálu (pod  $10^{-12}$  A), nejednalo se o právě jednoduchou záležitost. V rámci práce tak bylo nutné studovat a řešit otázky zemnění, šumu a citlivosti k různým vnějším vlivům.

Hlavním těžištěm práce je matematické zpracování šumu přítomného ve vybíjecím proudu, tedy operace s původními získanými signály v časové oblasti směřující v podstatě k číslicové filtraci zaznamenaných dielektrických dat. Na to navazujícím cílem práce je objasnit dielektrické parametry zkoumaného vzorku karboxymethylcelulózy v co nejširším spektru frekvencí. Nedílnou součástí práce tvoří výběr a aplikace metody převodu upraveného signálu do frekvenční oblasti.

Měření včetně experimentální části i zpracování měřených dat bylo provedeno na Ústavu fyziky FEKT VUT Brno. Pro účely měření byl používán elektrometr Keithley 617, měřicí most HP 4284A a kryogenický systém Janis CCS-400-204. Výsledky měření byly doplněny měřením provedeným na V. katedře experimentální fyziky Přírodovědecké fakulty University Augsburg.

## Abstract

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

The subject of the measurement is carboxymethylcellulose (CMC), which is a simple polysaccharide used in wide range of applications, among else also in biomedical engineering. The study of CMC properties has required the development of a new experimental set-up of original design, which includes the equilibration (short-circuiting) of a sample before the measurement, charging and discharging at defined time intervals, switching between these two modes, recording of measurement, adjustments and processing of measured signals up to Fourier transformation into the



frequency domain and, finally, calculation of complex permittivity of the sample. The frequency dependence of complex permittivity or its imaginary part, obtained by Fourier transformation of discharge current in time domain, is then referred to as the dielectric spectrum. In view of the fact that current measurements were done at very low levels of measured signal (below  $10^{-12}$  A) the whole measurement was no easy matter. The framework of the work also necessitated studies and subsequent resolution of problems associated with shielding, grounding, presence of noise and sensitivity to various ambient influences.

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

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

## **Klíčová slova**

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

## **Keywords**

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

PALAI-DANY, T. *Dielektrická spektroskopie karboxymethylcelulózy v časové oblasti*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2009. 140 s. Vedoucí disertační práce Doc. Ing. Karel Liedermann, CSc.

Prohlášení:

Prohlašuji, že disertační práci jsem v celém rozsahu vypracoval samostatně s použitím doporučené odborné literatury, kterou jsem všechnu citoval v seznamu literatury, a pod odborným vedením svého vedoucího práce, Doc. Ing. Karla Liedermanna, CSc.

V Brně dne 30. 6. 2009

.....

Tomáš Palai-Dany

Poděkování:

V úvodu bych chtěl Doc. Ing. Karlu Liedermannovi, CSc., vedoucímu disertační práce, poděkovat za cenné rady a připomínky, které mi poskytl během mé práce.

Rovněž bych chtěl poděkovat všem pracovníkům Ústavu fyziky FEKT VUT v Brně za pomoc v průběhu prací.

.....

Tomáš Palai-Dany

## Obsah

|           |  |           |
|-----------|--|-----------|
| <b>1.</b> | <b>Úvod .....</b>  | <b>8</b>  |
| <b>2.</b> | <b>Stav problematiky .....</b>   | <b>10</b> |
|           | <i>2.1 Dielektrika .....</i>   | <i>10</i> |
|           | 2.1.1 Polarizační mechanismy dielektrik.....                               | 10        |
|           | 2.1.1.1 Přehled Maxwellových rovnic .....                                  | 10        |
|           | 2.1.1.2 Základní veličiny a vztahy pro popis polarizace .....              | 11        |
|           | 2.1.1.3 Klasifikace polarizačních mechanismů .....                         | 12        |
|           | 2.1.2 Dielektrikum ve stejnosměrném poli.....                              | 20        |
|           | 2.1.3 Dielektrikum ve střídavém poli.....                                  | 24        |
|           | 2.1.4 Dielektrická relaxační spektroskopie .....                           | 26        |
|           | 2.1.4.1 Základní veličiny a popisy v oblasti dielektrických měření .....   | 26        |
|           | 2.1.4.2 Měření dielektrické relaxační spektroskopie v časové oblasti ..... | 32        |
|           | 2.1.4.3 Metody měření dielektrik ve frekvenční oblasti .....               | 33        |
|           | 2.1.5 Elektrické vlastnosti karboxymethylcelulózy (KMC) .....              | 39        |
|           | <i>2.2 Měření velmi malých proudů .....</i>                                | <i>41</i> |
|           | 2.2.1 Obecná problematika měření nízkých úrovní elektrických veličin.....  | 41        |
|           | 2.2.2 Problematika měření velmi malých proudů.....                         | 45        |
|           | 2.2.3 Rušivé vlivy při měření nízkých úrovní elektrických veličin .....    | 46        |
|           | <i>2.3 Číslcová filtrace měřeného signálu .....</i>                        | <i>48</i> |
|           | 2.3.1 Lineární číslcová filtrace.....                                      | 49        |
|           | 2.3.2 Přizpůsobená filtrace.....   | 56        |
|           | 2.3.2.1 Náhodné signály .....  | 56        |
|           | 2.3.2.2 Potlačení šumu adaptivní filtrací.....                             | 58        |
|           | 2.3.3 Filtrace šumu s použitím vlnkové transformace .....                  | 62        |
|           | 2.3.3.1 Použití bank číslcových filtrů .....                               | 62        |
|           | 2.3.3.2 Vlnková transformace .....   | 63        |
|           | 2.3.3.3 Aplikace vlnkové transformace v oblasti potlačování šumu .....     | 66        |
| <b>3.</b> | <b>Cíle disertační práce .....</b>   | <b>68</b> |
| <b>4.</b> | <b>Experimentální práce.....</b>   | <b>70</b> |
|           | <i>4.1 Měřicí aparatura.....</i>   | <i>70</i> |
|           | 4.1.1 Měřicí obvod se čtyřvodičovým připojením .....                       | 70        |
|           | 4.1.1.1 Základní provedení měřicího pracoviště .....                       | 70        |

---

|           |  |            |
|-----------|--|------------|
| 4.1.1.2   | Typy provedení měřicího obvodu.....  | 72         |
| 4.1.1.3   | Zvolený obvodový systém.....   | 74         |
| 4.1.1.4   | Systém řízení relé.....  | 78         |
| 4.1.2     | Měřicí obvod s dvou vodičovým připojením .....   | 84         |
| 4.2       | Úprava měřeného signálu.....   | 87         |
| 4.2.1     | Kontrola přímo měřeného signálu.....   | 89         |
| 4.2.2     | Statistické metody pro úpravu měřeného signálu.....  | 92         |
| 4.3       | Převod dielektrických dat do frekvenční oblasti.....   | 101        |
| 4.3.1     | Princip převodu dielektrických dat z časové oblasti do frekvenční .....                          | 101        |
| 4.3.2     | Přehled matematických metod převodu dielektrických dat .....                                     | 102        |
| 4.3.2.1   | Přímá aplikace Fourierovy transformace.....  | 104        |
| 4.3.2.2   | Aproximace funkce poklesu mocninnou závislostí.....  | 106        |
| 4.3.2.3   | Hamonova aproximace.....   | 107        |
| 4.3.2.4   | Aproximace absorpční konduktivity součtem exponenciál .....                                      | 111        |
| 4.3.2.5   | Transformace pro případ časových dat s proměnnou vzorkovací periodou....                         | 111        |
| <b>5.</b> | <b>Výsledky.....</b>   | <b>114</b> |
| 5.1       | Porovnání vlivu měřicí aparatury a zpracování dat na kvalitu výsledků .....                      | 114        |
| 5.1.1     | Výsledky měření aparatury se čtyřvodičovým připojením vzorku .....                               | 114        |
| 5.1.1.1   | Výsledek jednoho měření TDRS ze dne 23. 2. 2008.....   | 115        |
| 5.1.1.2   | Výsledek opakovaných měření z období 12. – 23. 2. 2008 .....                                     | 117        |
| 5.1.2     | Výsledky měření aparatury s dvou vodičovým připojením vzorku .....                               | 119        |
| 5.1.2.1   | Výsledky jednoho měření ze dne 7. 4. 2008.....   | 119        |
| 5.1.2.2   | Výsledek opakovaných měření z období 21. 3. – 7. 4. 2008 .....                                   | 121        |
| 5.2       | Výsledky opakovaných měření v časové oblasti.....  | 123        |
| 5.2.1     | Výběr naměřených hodnot opakovaných měření aparaturou s dvou vodičovým<br>připojením vzorku..... | 124        |
| 5.2.2     | Výsledek výběru opakovaných měření dle stanovené metodiky .....                                  | 124        |
| 5.3       | Doplnění výsledků měření o měření ve frekvenční oblasti.....                                     | 126        |
| 5.3.1     | Měření frekvenčním analyzátozem HP 4284A.....  | 126        |
| 5.3.2     | Měření vysokofrekvenčním analyzátozem HP 4291A.....  | 128        |
| <b>6.</b> | <b>Závěr .....</b>   | <b>130</b> |
| <b>7.</b> | <b>Literatura .....</b>  | <b>132</b> |

---

## Seznam symbolů

|             |  |
|-------------|--|
| a, A        | koeficient, konstanta zesílení   |
| b           | konstanta  |
| B           | magnetická indukce   |
| C           | kapacita   |
| $C_0$       | geometrická kapacita dielektrického vzorku                                 |
| $C_P$       | kapacita kondenzátoru paralelního náhradního obvodu                        |
| d           | tloušťka dielektrika   |
| D           | elektrická indukce, rozptyl  |
| E           | intenzita elektrického pole  |
| $E_0$       | intenzita elektrického pole při nabíjení dielektrika                       |
| $E_l$       | intenzita lokálního elektrického pole                                      |
| $E_P$       | elektrická pevnost   |
| f           | kmitočet   |
| $\Delta f$  | kmitočtový krok  |
| F           | distribuční funkce (rozložení pravděpodobnosti)                            |
| $f_{VZ}$    | vzorkovací kmitočet  |
| $g(\tau)$   | hustota rozložení relaxačních dob  |
| G           | vodivost, operátor, frekvenční přenosová funkce, spektrální hustota výkonu |
| h           | impulsní odezva systému  |
| H           | intenzita magnetického pole  |
| $H(z)$      | obrazový přenos systému  |
| i           | koeficient, okamžitá hodnota proudu v čase                                 |
| $i_{POL}$   | nabíjecí proud dielektrika v čase  |
| $i_{DEPOL}$ | vybíjecí proud dielektrika v čase  |
| I           | proud  |
| $I_0$       | počáteční (maximální) hodnota proudu                                       |
| j           | imaginární jednotka, koeficient, okamžitá hodnota proudové hustoty v čase  |
| $j_{POL}$   | proudová hustota při nabíjení dielektrika                                  |
| $j_{DEPOL}$ | proudová hustota při vybíjení dielektrika                                  |
| J           | proudová hustota   |
| k           | koeficient, Boltzmannova konstanta   |
| K           | koeficient, kovariační funkce  |
| l           | koeficient   |
| L           | koeficient, indukčnost   |
| m           | koeficient   |
| M           | magnetizace  |
| N           | konstanta, počet vzorků, počet realizací náhodného procesu                 |
| n           | koeficient, číslo diskretního vzorku, komplexní koeficient                 |
| p           | komplexní koeficient, pravděpodobnostní funkce                             |
| P           | polarizace   |
| $P_a$       | polarizace při nabíjení dielektrika  |
| $P_n$       | polarizace nasycení  |

---

|                     |   |
|---------------------|---|
| $P_r$               | polarizace při vybíjení dielektrika                               |
| $P_s$               | ustálená hodnota polarizace                                       |
| $P_\infty$          | počáteční (přechodná) hodnota polarizace                          |
| $q$                 | elektrický náboj, koeficient                                      |
| $Q$                 | elektrický náboj  |
| $r$                 | vzdálenost, koeficient  |
| $R$                 | odpor (rezistence), korelační funkce                              |
| $R_p$               | odpor rezistoru paralelního náhradního obvodu                     |
| $s$                 | koeficient  |
| $s(t)$              | spojitý signál v čase   |
| $S$                 | plocha elektrod   |
| $S(\omega)$         | spektrální funkce   |
| $t$                 | čas   |
| $\Delta t$          | vzorkovací interval   |
| $T$                 | teplota, perioda (vzorkovací interval)                            |
| $T_m$               | teplota relaxačního maxima  |
| $U$                 | napětí  |
| $U_0$               | nabíjecí napětí vzorku  |
| $V$                 | objem   |
| $w(t)$              | funkce času, Gaussova funkce                                      |
| $W_a$               | aktivační energie   |
| $x, X$              | vstupní veličina  |
| $X(f)$              | amplitudové frekvenční spektrum signálu                           |
| $y, Y$              | výstupní veličina   |
| $z$                 | komplexní proměnná  |
| $Z$                 | impedance   |
| $l(t)$              | funkce jednotkového skoku   |
| $\text{tg } \delta$ | ztrátový činitel  |
| $\alpha$            | polarizovatelnost, koeficient funkce rozdělení relaxačních dob    |
| $\beta$             | koeficient funkce rozdělení relaxačních dob                       |
| $\delta$            | ztrátový úhel   |
| $\delta(t)$         | funkce jednotkového impulsu                                       |
| $\gamma$            | měrná elektrická vodivost (konduktivita)                          |
| $\gamma_0$          | vlastní konduktivita dielektrika (v konstantním elektrickém poli) |
| $\gamma_A$          | absorpční konduktivita  |
| $\hat{\epsilon}$    | komplexní permitivita   |
| $\epsilon'$         | reálná složka komplexní permitivity (relativní permitivita)       |
| $\epsilon''$        | imaginární složka komplexní permitivity (ztrátové číslo)          |
| $\epsilon_r$        | relativní permitivita (ekvivalentní značení)                      |
| $\epsilon_s$        | statická permitivita  |
| $\epsilon_\infty$   | optická permitivita   |
| $\epsilon_0$        | permitivita vakua, konstanta                                      |
| $\varphi(t)$        | funkce poklesu  |
| $\Phi(t)$           | funkce odezvy   |

---

|            |  |
|------------|--|
| $\kappa$   | dielektrická susceptibilita                        |
| $\mu_i$    | indukovaný dipólový moment                         |
| $\mu_r$    | relativní permeabilita                             |
| $\mu_X$    | střední hodnota                                    |
| $\mu_0$    | permeabilita vakua                                 |
| $\rho$     | objemová hustota náboje                            |
| $\rho_P$   | povrchová rezistivita                              |
| $\rho_V$   | vnitřní rezistivita                                |
| $\sigma$   | směrodatná odchylka                                |
| $\tau$     | časová konstanta, relaxační doba                   |
| $\tau_0$   | nejvíce zastoupená relaxační doba molekul          |
| $\psi(t)$  | bázová funkce vlnkové transformace, vlnkové funkce |
| $\omega$   | úhlový kmitočet                                    |
| $\omega_m$ | úhlový kmitočet relaxačního maxima                 |

## Seznam obrázků

|           |   |    |
|-----------|---|----|
| Obr. 2.1  | Polarizace dielektrika [2].....   | 12 |
| Obr. 2.2  | Časový průběh náboje na deskách kondenzátoru a) nabíjení b) vybíjení [4].....   | 14 |
| Obr. 2.3  | Podstata elektronové polarizace [4].....  | 15 |
| Obr. 2.4  | Teplotní závislost permitivity nepolárního dielektrika při konstantní frekvenci [4].....                                  | 16 |
| Obr. 2.5  | Podstata iontové (pružné) polarizace [4].....   | 17 |
| Obr. 2.6  | Teplotní závislost permitivity iontového krystalu při konstantní frekvenci [4].....                                       | 17 |
| Obr. 2.7  | Podstata iontové relaxační polarizace u anorganického skla [4].....   | 18 |
| Obr. 2.8  | Podstata vzniku mezivrstevové (migrační) polarizace [4].....  | 18 |
| Obr. 2.9  | Disperzní průběh obou složek komplexní permitivity dielektrika se třemi relaxačními maximy za konstantní teploty [4]..... | 19 |
| Obr. 2.10 | Nabíjecí a vybíjecí proud dielektrika [6].....  | 20 |
| Obr. 2.11 | Absorpční charakteristika suché a vlhké izolace za konstantní teploty [4].....  | 21 |
| Obr. 2.12 | Rozdílné typy funkce odezvy u dielektrických měření v časové oblasti [7].....   | 22 |
| Obr. 2.13 | Měření v časové oblasti včetně měření zotaveného napětí dielektrik [7].....   | 23 |
| Obr. 2.14 | Komplexní permitivita [2].....  | 24 |
| Obr. 2.15 | Paralelní náhradní obvod reálného kondenzátoru a fázorový diagram.....  | 25 |
| Obr. 2.16 | Dielektrikum s jedním relaxačním procesem [2].....  | 27 |
| Obr. 2.17 | Coleho-Coleho diagram (T=konst.) a) Debye b) rozptyl relaxačních dob [4].....   | 27 |
| Obr. 2.18 | Klasifikace relaxačních mechanismů [2].....   | 28 |
| Obr. 2.19 | Relaxační mapa [2].....   | 28 |
| Obr. 2.20 | Coleho-Coleho diagram z naměřených hodnot na KMC.....   | 29 |
| Obr. 2.21 | Coleův-Davidsonův diagram s jedním distribučním parametrem [10].....  | 30 |
| Obr. 2.22 | Havriliakovo-Negamiho rozdělení [10].....   | 30 |
| Obr. 2.23 | Blokové schéma pracoviště TDRS [6].....   | 33 |
| Obr. 2.24 | Voltampérová metoda měření [13].....  | 34 |
| Obr. 2.25 | Mostová metoda měření [13].....   | 35 |
| Obr. 2.26 | Rezonanční metoda měření [13].....  | 36 |
| Obr. 2.27 | Automaticky vyvažovaný most HP4284A [14].....   | 37 |
| Obr. 2.28 | Měřicí pracoviště FDRS s aplikací stejnosměrné složky testovacího signálu.....  | 39 |
| Obr. 2.29 | Chemické složení KMC v podobě sodíkové soli [20].....   | 39 |
| Obr. 2.30 | Molekulové schéma kompozitních struktur KMC [21].....   | 41 |
| Obr. 2.31 | Znázornění parazitních vazeb rušivých signálů do měřeného obvodu TDRS.....  | 43 |
| Obr. 2.32 | Aktivní stínění [26].....   | 44 |
| Obr. 2.33 | Ampérmetr běžného digitálního multimetru [26].....  | 45 |



|           |  |     |
|-----------|--|-----|
| Obr. 2.34 | Pikoampérmetr [26].....  | 46  |
| Obr. 2.35 | Triboelektrický jev [26].....  | 48  |
| Obr. 2.36 | Přímá realizace nerekurzivního systému [28].....   | 53  |
| Obr. 2.37 | Přímá realizace rekurzivního systému [28].....   | 55  |
| Obr. 2.38 | Signály zpracováváné adaptivním filtrem [28].....  | 59  |
| Obr. 2.39 | Blokové schéma adaptivního filtru [28].....  | 60  |
| Obr. 2.40 | Varianta adaptivní filtrace pro potlačení šumu [32].....   | 61  |
| Obr. 2.41 | Banka číslicových filtrů a) rozklad signálu b) rekonstrukce signálu [31].....  | 62  |
| Obr. 2.42 | Příklad báze funkce výpočtu krátkodobé Fourierovy transformace.....  | 64  |
| Obr. 2.43 | Schéma rozkladové banky filtrů s postupným dělením šířky pásma [33].....   | 67  |
|           |  |     |
| Obr. 4.1  | Pracoviště dielektrické relaxační spektroskopie v časové oblasti [39]. ....  | 70  |
| Obr. 4.2  | Pracoviště TDRS jednoduché koncepce. ....  | 71  |
| Obr. 4.3  | Základní měřicí obvod TDRS [40]. ....  | 72  |
| Obr. 4.4  | Měřicí obvod TDRS s referenčním kapacitorem [41].....  | 74  |
| Obr. 4.5  | Elektrometr Keithley 617.....  | 75  |
| Obr. 4.6  | Měřicí obvod TDRS se čtyřvodičovým připojením.....   | 75  |
| Obr. 4.7  | Kontaktní systém HP 16451B [12]. ....  | 76  |
| Obr. 4.8  | Tříelektrodový systém Tettex [12], [42], [43] . ....   | 77  |
| Obr. 4.9  | Vstupní a výstupní signály objektů prostředí Agilent VEE Pro [44]. ....  | 77  |
| Obr. 4.10 | Programovací prostředí Agilent VEE Pro.....  | 78  |
| Obr. 4.11 | Blokové schéma zapojení měřicí aparatury s ovládáním relé napěťovým zdrojem elektrometru. ....   | 80  |
| Obr. 4.12 | Časová sekvence ovládání relé řídicím obvodem.....   | 81  |
| Obr. 4.13 | Časový průběh vybíjecího proudu získaný měřicím systémem se čtyřvodičovým připojením vzorku.....   | 82  |
| Obr. 4.14 | Detail vlivu šumu měření aparaturou se čtyřvodičovým připojením.....   | 83  |
| Obr. 4.15 | Nepříznivé jevy při měření TDRS (záporný vybíjecí proud).....  | 84  |
| Obr. 4.16 | Modifikovaný měřicí obvod TDRS s dvouvodičovým připojením.....   | 85  |
| Obr. 4.17 | Srovnání měření TDRS oběma aparaturami.....  | 86  |
| Obr. 4.18 | Přední panel programu řízení měření TDRS v prostředí Agilent VEE Pro.....  | 87  |
| Obr. 4.19 | Schéma postupu úprav dielektrických dat získaných v časové oblasti.....  | 88  |
| Obr. 4.20 | Přímo měřený signál v lineárních souřadnicích bez prokládání hodnot.....   | 90  |
| Obr. 4.21 | Přímo měřený signál v lineárních souřadnicích s proložením hodnot.....   | 91  |
| Obr. 4.22 | Měřený signál v logaritmických souřadnicích bez prokládání hodnot.....   | 91  |
| Obr. 4.23 | Měřený signál v logaritmických souřadnicích s proložením hodnot.....   | 92  |
| Obr. 4.24 | Relativní odchylka měřených hodnot od průměru okolních hodnot.....   | 94  |
| Obr. 4.25 | Upravený průběh po vyřazení vzorků mimo povolenou toleranci.....   | 95  |
| Obr. 4.26 | Upravený průběh po aplikaci statistického průměru medián.....  | 96  |
| Obr. 4.27 | Korigovaný signál jednoho měření s proložením hodnot.....  | 97  |
| Obr. 4.28 | Zobrazení původního, opraveného a chybového signálu.....   | 98  |
| Obr. 4.29 | Zobrazení korigovaných výsledků devíti opakovaných měření TDRS.....  | 99  |
| Obr. 4.30 | Zobrazení statistického průměru medián devíti opakovaných měření.....  | 100 |
| Obr. 4.31 | Ukázka náhrady části vstupního signálu exponenciální funkcí před provedením Fourierovy transformace.....   | 108 |
| Obr. 4.32 | Výsledky výpočtu frekvenčního průběhu relativní permitivity Fourierovou transformací.....  | 109 |
| Obr. 4.33 | Výsledky výpočtu frekvenčního průběhu ztrátového čísla Fourierovou transformací a zjednodušenou variantou (Hamonovou aproximací).....                            | 109 |
| Obr. 4.34 | Ukázka výsledku převodu dielektrických dat aplikovaného na neupravený přímo měřený signál vybíjecího proudu (frekvenční průběh relativní permitivity).....       | 110 |
| Obr. 4.35 | Ukázka výsledku převodu dielektrických dat aplikovaného na neupravený přímo měřený signál vybíjecího proudu dielektrika (frekvenční průběh ztrátového čísla).... | 110 |
|           |  |     |
| Obr. 5.1  | Přímo měřený průběh vybíjecího proudu KMC (23. 2. 2008).....   | 115 |
| Obr. 5.2  | Upravený průběh vybíjecího proudu (23. 2. 2008).....   | 115 |
| Obr. 5.3  | Frekvenční průběh relativní permitivity (23. 2. 2008).....   | 116 |
| Obr. 5.4  | Frekvenční průběh ztrátového čísla (23. 2. 2008).....  | 116 |

---

|           |   |     |
|-----------|---|-----|
| Obr. 5.5  | Statistický průměr (medián) pěti vybraných měřených průběhů z období 12. – 23. 2. 2008 .....                                | 117 |
| Obr. 5.6  | Frekvenční průběh relativní permitivity (12. – 23. 2. 2008) .....   | 118 |
| Obr. 5.7  | Frekvenční průběh ztrátového čísla (12. – 23. 2. 2008) .....  | 118 |
| Obr. 5.8  | Přímo měřený průběh (7. 4. 2008) .....  | 119 |
| Obr. 5.9  | Detail signálu po úpravě v semilogaritmickém zobrazení (7. 4. 2008) .....   | 120 |
| Obr. 5.10 | Frekvenční průběh relativní permitivity (7. 4. 2008) .....  | 120 |
| Obr. 5.11 | Frekvenční průběh ztrátového čísla (7. 4. 2008) .....   | 121 |
| Obr. 5.12 | Statistický průměr medián měření dle výběru z období 21. 3. – 7. 4. 2008 .....  | 122 |
| Obr. 5.13 | Frekvenční průběh relativní permitivity (21. 3. – 7. 4. 2008) .....   | 122 |
| Obr. 5.14 | Frekvenční průběh ztrátového čísla (21. 3. – 7. 4. 2008) .....  | 123 |
| Obr. 5.15 | Průběh velikosti proudu $I_{5000}$ po sobě následujících měření .....   | 124 |
| Obr. 5.16 | Statistický průměr (medián) celkem 28 vybraných časových průběhů vybíjecího proudu dielektrikem (7. 2. – 13. 5. 2008) ..... | 125 |
| Obr. 5.17 | Frekvenční průběh relativní permitivity (7. 2. – 13. 5. 2008) .....   | 125 |
| Obr. 5.18 | Frekvenční průběh ztrátového čísla (7. 2. – 13. 5. 2008) .....  | 126 |
| Obr. 5.19 | Frekvenční průběh permitivity a ztrátového čísla při teplotě 300 K .....  | 127 |
| Obr. 5.20 | Frekvenční průběh permitivity při teplotách 50 a 300 K .....  | 127 |
| Obr. 5.21 | Frekvenční průběh ztrátového čísla při teplotách 50 a 300 K .....   | 128 |
| Obr. 5.22 | Frekvenční průběh permitivity a její teplotní závislost (1 – 245 MHz) .....   | 129 |
| Obr. 5.23 | Frekvenční průběh a teplotní závislost ztrátového čísla (1 – 245 MHz) .....   | 129 |

---

## 1. Úvod

Žijeme v době, ve které nás doslova na každém kroku obklopují neustále složitější elektrotechnická zařízení, ať již silnoproudá nebo obsahující polovodičovou techniku. V každém případě je vývoj těchto přístrojů a zařízení do značné míry závislý i na dostupnosti kvalitních izolačních a dielektrických materiálů. V dnešní době jsou zpravidla požadovány tyto materiály s co nejvyšší teplotní odolností i životností při zachování ostatních potřebných parametrů. Kvalitní izolační materiály umožňují konstruovat přístroje menších rozměrů a zároveň šetří jiné nedostatkové a drahé suroviny.

Z výše uvedených důvodů je zřejmé, že pro nasazení moderních dielektrických a izolačních materiálů musíme znát dokonale jejich vlastnosti. Jedině tak lze bezpečně dosáhnout plnohodnotné využití těchto materiálů bez negativního vlivu na spolehlivost provozu uvažovaného elektrotechnického zařízení či technologického celku. Pro komplexní posouzení vlastností dielektrických materiálů tedy potřebujeme využít nových teoretických poznatků i možností experimentálních měřicích metod.

Dielektrická relaxační spektroskopie (DRS) patří mezi moderní nedestruktivní metody; jedná se o metodu spadající do oblasti na pomezí elektrotechniky, fyziky, chemie a materiálového inženýrství. DRS se v podstatě zabývá zkoumáním odrazu mikrofyzikálních mechanismů testované látky na vnějšek. Samotné měření je založeno na nepřímém měření polarizace jako odezvy vzniklé po změně elektrického pole. Zmíněné polarizační jevy lze měřit za působení stejnosměrného i střídavého elektrického pole.

Z globálního pohledu je DRS širokopásmovou měřicí metodou umožňující měření vlastností materiálů v rozsahu kmitočtů od zlomků Hz až po kmitočty spadající do oblasti optického záření. Těžištěm zájmu dielektrické relaxační spektroskopie je získání závislosti komplexní permitivity dané látky na frekvenci (tzv. dielektrické spektrum) a na dalších veličinách, které měřené vlastnosti výrazně ovlivňují. Mezi tyto veličiny se řadí především teplota okolí s možnou kombinací teplotního stárnutí vzorku a relativní vlhkost okolního prostředí. V jednodušších případech obvykle požadujeme pouze dostatečnou časovou stabilitu parametrů okolí na konstantní známé úrovni v průběhu měření; při požadavku získat nejkvalitnější možné informace o vlastnostech měřeného materiálu již ovšem potřebujeme znát závislost komplexní permitivity na kombinaci více vstupních veličin.

Dielektrická relaxační spektroskopie má velký význam při nasazení v nedestruktivní diagnostice materiálů a soustav. Materiály mohou být kontinuálně testovány již během výroby, aby se zaručil požadovaný rozsah parametrů. Další významný okruh využití činí nedestruktivní diagnostika provozovaných systémů, kdy je potřeba kontrolovat zejména stav izolačních systémů, s cílem včas detekovat potřebu výměny izolací a předejít případné havárii. Dielektrická relaxační spektroskopie patří obecně mezi metody podílející se na zkoumání dalších neelektrických parametrů látek, související především s chemickým složením materiálů. Je ovšem nutné poznamenat, že výsledky měření DRS v obecném případě nepodávají veškeré detailní informace o chemicko-fyzikálních vlastnostech měřených materiálů. Pro podrobnější

představu o zkoumaném materiálu je nutné využít dalších teoretických poznatků, případně i jiných měřicích metod.

V pásmu radiotechnických kmitočtů se používají dvě metody DRS:

- v časové oblasti (TDRS).
- ve frekvenční oblasti (FDRS).

Pro měření DRS ve frekvenční oblasti se používají metody založené na střídavých měřeních. Pro rozsahy kmitočtů začínajících velmi nízkými hodnotami v řádu jednotek  $\mu\text{Hz}$  se používá DRS v časové oblasti. Vzorek dielektrika je vystaven skokové změně napětí a měřenou odezvou je časový průběh proudu dielektrikem. Naměřená data ve frekvenční i časové oblasti jsou vzájemně převoditelná s použitím Fourierovy transformace.

Oblast dielektrických měření v časové oblasti (TDRS) je předmětem této práce. V rámci dielektrické relaxační spektroskopie v časové oblasti (TDRS) je třeba řešit několik problémů. Vzhledem k tomu, že dielektrické materiály mají současně zpravidla izolační charakter, jde v experimentální rovině o měření velmi malých proudů (řádově  $10^{-12}$  až  $10^{-17}$  A) a po poměrně dlouhou dobu (typicky hodiny;  $f = 1 \mu\text{Hz}$   $\sim T = 10^6 \text{s} \cong 1 \text{den}$ ). Takovéto hodnoty jsou již velice silně zatíženy šumem, který výrazně deformuje požadovaný průběh vybíjecího proudu v závislosti na čase. Tento šum tedy musí být z měřených hodnot proudů eliminován či alespoň podstatně omezen, a to buď ještě v rámci experimentu vhodnou konstrukcí měřicí aparatury (stínění) nebo v rámci následujícího matematického zpracování (číslicová filtrace).

Měření v časové oblasti v podobě získaného průběhu vybíjecího proudu (přímým měřením) nemá příliš velkou vypovídací schopnost – jedná se o monotónně klesající průběh bez výrazných rysů. Výsledky je třeba transformovat do frekvenční oblasti, což už ovšem v DRS vyžaduje použití speciálních variant Fourierovy transformace, neboť se jedná o neperiodický zašuměný signál, známý navíc pouze v omezeném časovém okně.

Následující druhá kapitola pojednává o stavu problematiky v oblasti dielektrických měření. Včetně rozboru zde jsou rovněž podány informace o karboxymethylcelulóze, jež je předmětem zkoumání. Tato kapitola se zabývá teorií dielektrik, měřeními vybíjecích proudů dielektrik a teorií číslicového zpracování signálů.

Třetí kapitola prezentuje cíle této práce s přihlédnutím ke stavu problematiky uvedenému v kapitole 2. Čtvrtá kapitola se pak již zabývá teoretickými i praktickými aspekty měřicí techniky dielektrické relaxační spektroskopie v časové oblasti. Kapitola je logicky rozdělena do tří částí odpovídajícím postupu dielektrických měření v časové oblasti, a to na řešení měřicí aparatury, úpravy naměřených dat v časové oblasti a na část převodu dielektrických dat do oblasti frekvenční. Poslední dvě kapitoly obsahují informace s výsledky měření a shrnutí těchto dosažených výsledků.

## 2. Stav problematiky

### 2.1 Dielektrika

#### 2.1.1 Polarizační mechanismy dielektrik

Z teorie je známo, že ideální dielektrikum či izolant tvoří látka, která obsahuje pouze elektrické náboje vázané elektrostatickými silami [1]. U reálných dielektrik se však kromě vázaných elektrických nábojů setkáváme i s náboji volnými, způsobujícími jejich nežádoucí elektrickou vodivost. Fyzika dielektrik se zabývá ději probíhajícími v látkách působením elektrického pole, tedy pohybem zmíněných elektrických nábojů. U ideálních dielektrik tvoří základní fyzikální proces dielektrická polarizace. Dielektrická polarizace je jev, při němž se působením vnějšího i vnitřního elektrického pole posouvají elektricky vázané náboje ze svých rovnovážných poloh do poloh nových na malé omezené vzdálenosti; tímto jevem je způsoben vznik indukovaného elektrického dipólu u nepolárních dielektrik. Obsahuje-li látka polární molekuly, orientují se elektricky vázané náboje do směru elektrického pole.

##### 2.1.1.1 Přehled Maxwellových rovnic

Dříve než přistoupíme k popisu základních veličin a jevů spadajících převážně do oblasti dielektrik, uveďme diferenciální tvar Maxwellových rovnic:

$$\operatorname{rot} \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t}, \quad (1)$$

$$\operatorname{rot} \vec{H} = \vec{J} + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t}, \quad (2)$$

$$\operatorname{div} \vec{D} = \rho, \quad (3)$$

$$\operatorname{div} \vec{B} = 0, \quad (4)$$

kde  $\vec{D}$  je elektrická indukce,  $\vec{E}$  intenzita elektrického pole,  $\vec{B}$  magnetická indukce,  $\vec{H}$  intenzita magnetického pole,  $\rho$  objemová hustota náboje,  $\vec{J}$  proudová hustota. Maxwellovy rovnice jsou základními rovnicemi makroskopické elektrodynamiky, definují elektromagnetické pole v každém bodě prostoru. Vystupující veličiny zde chápeme v případě harmonických průběhů jako komplexní vektory [1].

Maxwellovy rovnice se doplňují o nezbytné materiálové vztahy:

$$\vec{D} = \epsilon_0 \cdot \vec{E} + \vec{P}, \quad \vec{B} = \mu_0 \cdot \vec{H} + \vec{M}, \quad \vec{J} = \gamma \cdot \vec{E}, \quad (5)$$

resp. 
$$\vec{D} = \epsilon_0 \cdot \epsilon_r \cdot \vec{E}, \quad \vec{B} = \mu_0 \cdot \mu_r \cdot \vec{H}, \quad (6)$$

kde  $\vec{P}$  je polarizace,  $\vec{M}$  magnetizace,  $\gamma$  měrná elektrická vodivost (konduktivita); ostatní obsažené veličiny jsou uvedeny v seznamu veličin na začátku práce a budou dále konkretizovány.

### 2.1.1.2 Základní veličiny a vztahy pro popis polarizace

Dipólový moment dvou nábojů stejné velikosti  $q$ , ale opačného znaménka, od sebe vzdálených o vzdálenost  $r$  je dán vztahem:

$$\vec{\mu}_i = q \cdot \vec{r} \quad (7)$$

má směr od záporného náboje ke kladnému. Velikost indukovaného dipólového momentu lze též vyjádřit, známe-li intenzitu lokálního elektrického pole:

$$\vec{\mu}_i = \alpha \cdot \vec{E}_l \quad (8)$$

kde  $\alpha$  značí polarizovatelnost uvažovaných nabitých částic,  $E_l$  lokální elektrické pole.

Mezi základní makroskopické veličiny pro zkoumání elektrických pochodů v dielektrických materiálech patří intenzita elektrického pole  $\vec{E}$ , elektrická indukce  $\vec{D}$  a polarizace  $\vec{P}$ . Vektor polarizace je definován jako objemová hustota celkového dipólového momentu v uvažované látce:

$$\vec{P} = \frac{\sum_{i=1}^n \vec{\mu}_i}{V} \quad (9)$$

přičemž součet mikroskopických indukovaných dipólových momentů se uskutečňuje přes celý objem dielektrika  $V$ . Veličiny  $\vec{E}$ ,  $\vec{D}$ ,  $\vec{P}$  jsou mezi sebou vázány vztahem:

$$\vec{D} = \epsilon_0 \cdot \vec{E} + \vec{P} \quad (10)$$

kde  $\epsilon_0 = 8,854 \cdot 10^{-12} \text{ F} \cdot \text{m}^{-1}$  je absolutní permitivita vakua. Velikost elektrické indukce vyjadřuje plošnou hustotu náboje na elektrodách reálného kondenzátoru. Vektor polarizace společně s relativní permitivitou  $\epsilon_r$  udává míru polarizace dielektrika:

$$\vec{P} = \epsilon_0 \cdot \kappa \cdot \vec{E} = \epsilon_0 \cdot (\epsilon_r - 1) \cdot \vec{E} \quad (11)$$

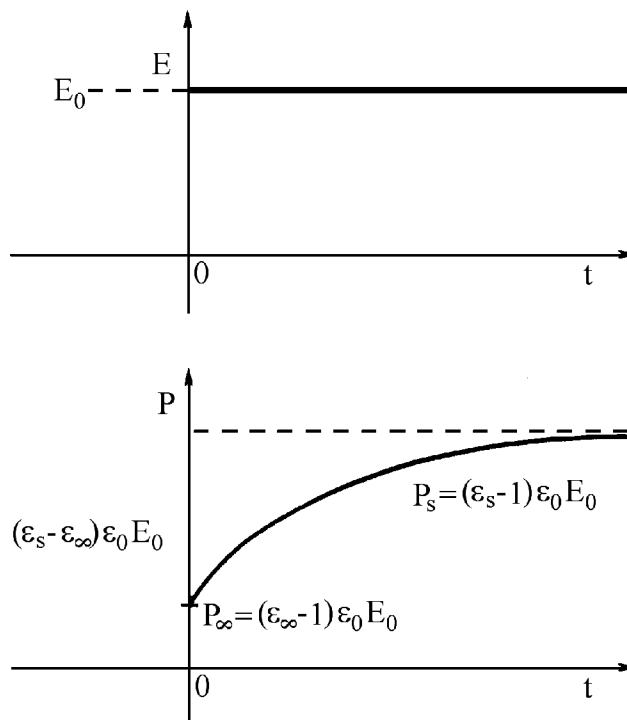
kde  $\kappa$  značí dielektrickou susceptibilitu. Vektor elektrické indukce lze tedy vyjádřit:

$$\vec{D} = \epsilon_0 \cdot \epsilon_r \cdot \vec{E} \quad (12)$$

Na obr. 2.1 je uveden časový průběh velikosti polarizace po skokové změně vnějšího elektrického pole z nulové hodnoty na určitou konstantní hodnotu [2]. Z grafu závislosti velikosti polarizace na čase je patrné, že polarizace po okamžiku připojení elektrického pole roste pozvolna ze své minimální hodnoty  $P_\infty$  (v čase  $t \rightarrow 0$ ), dané velikostí optické permitivity  $\epsilon_\infty$ , až po svou maximální hodnotu  $P_s$  (v čase  $t \rightarrow \infty$ ), danou velikostí statické permitivity  $\epsilon_s$ . Uvedené konstanty  $\epsilon_s, \epsilon_\infty$  vyjadřují velikost relativní permitivity daného dielektrika při dvou krajních hodnotách frekvence, jež jsou z praktických důvodů daných možnostmi měřicí techniky definovány jako frekvence:

$f(\epsilon_s) \rightarrow 0$  Hz,  $f(\epsilon_\infty) \rightarrow 10^{14}$  Hz. Časová závislost nárůstu polarizace dielektrika při nabíjení (resp. závislost při vybíjení) je dána obecně funkcí odezvy  $\Phi(t)$ :

$$P(t) = \epsilon_0 \cdot (\epsilon_\infty - 1) \cdot E + \epsilon_0 \cdot (\epsilon_s - \epsilon_\infty) \cdot E \cdot \Phi(t) . \quad (13)$$



Obr. 2.1 Polarizace dielektrika [2]

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

### 2.1.1.3 Klasifikace polarizačních mechanismů

Polarizační mechanismy se zpravidla klasifikují podle druhu částice, jež se po přivedení vnějšího elektrického pole uvede do pohybu, a tím vyvolá polarizaci dielektrika. Polarizační mechanismy lze tedy rozdělit na elektronové, iontové, dipólové a dále mezivrstevové a spontánní [3]. Obdobným způsobem by bylo možné rozdělit polarizační mechanismy dielektrik podle doby trvání (ustálení) polarizace na polarizace pružné (elastické), relaxační a polarizace zvláštní. Přehled polarizačních mechanismů je uveden následovně:

*Klasifikace polarizačních mechanismů*

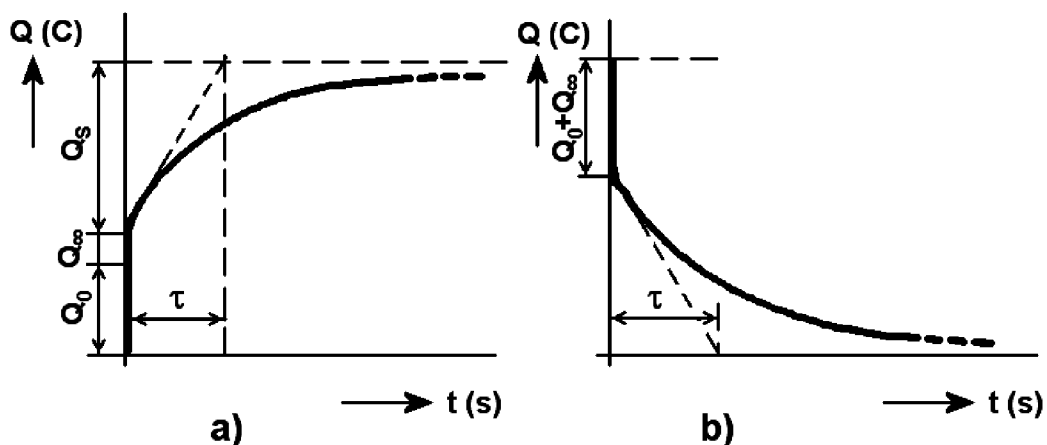
- Pružné (elastické) polarizace
  - elektronová
  - iontová (pružná)
- Pomalé (relaxační) polarizace
  - dipólová
  - iontová (relaxační)
- Zvláštní polarizace
  - mezivrstevná (migrační)
  - samovolná (spontánní)
  - trvalá (permanentní)
  - rezonanční

V dielektrických materiálech se obvykle vyskytuje několik druhů polarizací současně, přitom platí, že slabší mechanismy bývají překryty mechanismy silnějšími. Pokud se tedy v uvažovaném dielektriku vyskytuje větší počet polarizačních mechanismů, některé z nich nemusí být z vnějšku nijak pozorovatelné, za předpokladu konkrétních podmínek experimentu.

Pružné polarizace, mezi něž patří elektronová a iontová polarizace, proběhnou velmi rychle a beze ztrát energie. Tyto polarizace nejsou závislé na kmitočtu, resp. přispívají svým vlivem určitou složkou k ostatním polarizačním mechanismům, přičemž v rámci elektrotechnických kmitočtů můžeme tuto složku z praktického hlediska považovat za velmi malou a konstantní, tj. ztrátové číslo  $\varepsilon'' \rightarrow 0$  a komplexní permitivita  $\hat{\varepsilon} \rightarrow \varepsilon_\infty$ .

Relaxační polarizace se charakterizují tím, že po připojení elektrického pole narůstá polarizace pomalu a stejně tak pozvolna klesá po odpojení elektrického pole. Ustálený stav tj. odeznění polarizačního či depolarizačního procesu u těchto jevů nastává za relativně dlouhou dobu, což dokládá obr. 2.2 se závislostí akumulovaného náboje deskového kondenzátoru v čase za působení stejnosměrného stálého elektrického pole. Konkrétní obrázek i další ilustrace této podkapitoly jsou převzaty z literatury [4].





Obr. 2.2 Časový průběh náboje na deskách kondenzátoru a) nabíjení b) vybíjení [4]

Časový průběh těchto polarizačních mechanismů, které z hlediska elektrotechniky mají charakter přechodného děje s extrémně dlouhou dobou trvání, se pro praktické aplikace přibližně popisují pomocí exponenciální funkce:

$$P_a = P_n \cdot \left[ 1 - e^{-\left(\frac{t}{\tau}\right)} \right], \quad P_r = P_n \cdot e^{-\left(\frac{t}{\tau}\right)}, \quad (14)$$

kde  $P_a$  a  $P_r$  určují velikost polarizace při nabíjení (vybíjení) dielektrika,  $P_n$  je polarizace nasycení. Obvyklým způsobem definovaná časová konstanta  $\tau$  se v oblasti dielektrických aplikací nazývá relaxační dobou. Je třeba si však uvědomit, že exponenciální funkce (14) je pouze přibližnou náhradou funkce (13), která obecně exponenciální být nemusí. Relaxační polarizace výrazně závisí na teplotě, jsou vždy spojeny se ztrátami energie v dielektriku ve formě ztraceného tepla.

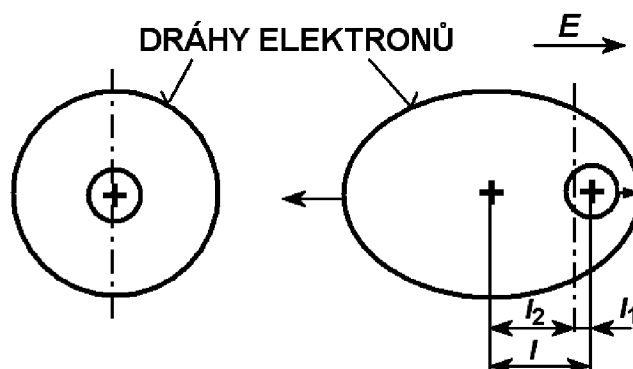
Na tomto místě je potřeba připomenout, že výše ukázaná závislost akumulovaného náboje deskového kapacitoru se zkoumaným dielektrikem na době nabíjení má v případě obecného dielektrika totožný průběh jako časová závislost polarizace; rozdíl průběhů lze z pohledu přesného matematického vyjádření definovat použitím korekční multiplikační a aditivní konstanty, průběhy jsou lineárně závislé. Časový průběh polarizace dielektrika dle obr. 2.1 definuje rovnice (13). Jak bude uvedeno dále, funkce odezvy se získá časovým integrálem funkce poklesu, přičemž tato funkce poklesu je přímo úměrná proudu dielektrikem bez vodivostní složky. Pokud se tedy nahradí výraz funkce odezvy v rovnici (13) časovým integrálem proudu dielektrika (přesněji vybíjecího proudu násobeného přesnou korekční konstantou), tak naznačenou substitucí vlastně obdržíme vyjádření elektrického náboje v čase dle definice jednotky elektrického proudu jako:  $i(t) = dq/dt$ . Polarizace může být takto ekvivalentně vyjádřena jako funkce elektrického náboje akumulovaného v deskovém kondenzátoru s uvažovaným dielektrikem. Obrázky 2.1 a 2.2 jsou pouze jiným způsobem vyjádření funkce odezvy definující polarizační pochody dielektrik s významnými praktickými důsledky.

Praktický důsledek předchozího rozboru spočívá v náhradě veličiny polarizace snadno makroskopicky měřitelnou veličinou v podobě elektrického náboje. Elektrický náboj přenesený za určitý čas lze již snadno měřit na základě přímého měření elektrického proudu a provedení jeho integrace pro daný časový interval.

### Elektronová polarizace

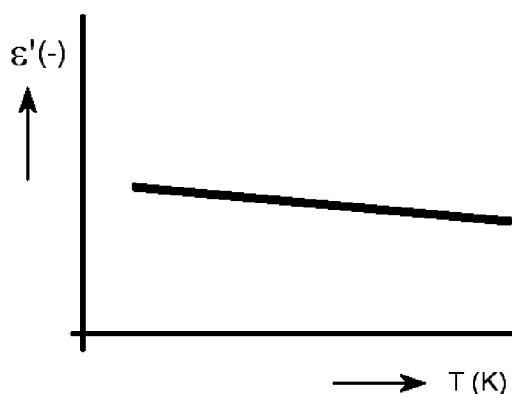
Elektronová polarizace spočívá ve změně rozložení hustoty elektronového obalu atomů pod působením vnějšího elektrického pole; z korpuskulárního hlediska se jedná o změnu polohy elektronu v atomu. Jádro atomu je taženo ve směru vnějšího elektrického pole, elektrony opačným směrem; v tomto důsledku střed elektronového obalu nesplývá se středem atomového jádra. Střední hodnota celkového dipólového momentu za působení vnějšího elektrického pole už není nulová, atom se nyní chová jako elektrický dipól s určitým dipólovým momentem. Elektronová polarizace se ustaluje v časech  $10^{-14}$  až  $10^{-16}$  s po přiložení elektrického pole, a proto ve frekvenčním intervalu  $10^{-5}$  –  $10^{+10}$  Hz vytváří pouze konstantní příspěvek k reálné složce komplexní permitivity a nulový příspěvek ke složce imaginární.

Samotný proces elektronové polarizace nezávisí na teplotě, polarizovatelnost uvažovaných částic je konstantní. Z hlediska reálných experimentů však platí, že objem dielektrika se již s teplotou určitým způsobem mění. Uvážíme-li tedy skutečnou situaci, kdy se mění teplota, tak při nezměněné polarizovatelnosti částic a nepatrně jiném objemu zkoumaného dielektrika bude velikost polarizace dle vztahů (8), (9) pozměněna; změna teploty v reálném případě vyvolá změnu permitivity dielektrika v důsledku tepelně-mechanických změn vlastností materiálu.



Obr. 2.3 Podstata elektronové polarizace [4]

Složka relativní permitivity způsobená elektronovou polarizací je tedy v uvažovaném frekvenčním pásmu (tj. pod  $10^9$  Hz) konstantní, ale závislá na teplotě. Elektronová polarizace nezpůsobuje tepelné ztráty v dielektriku. Následující obr. 2.4 ukazuje zjištěnou teplotní závislost relativní permitivity nepolárního dielektrika, resp. dielektrika s neutrálními molekulami (bez vlastního dipólového momentu), u kterého elektronovou polarizaci můžeme považovat za dominantní polarizační proces.



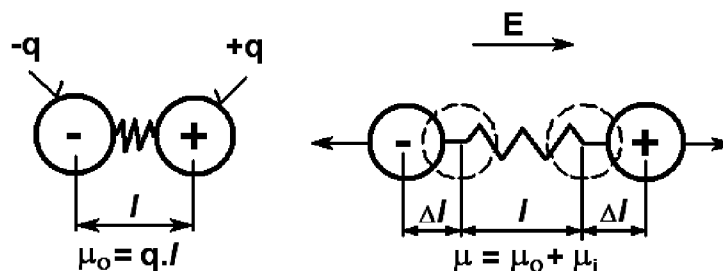
Obr. 2.4 Teplotní závislost permitivity nepolárního dielektrika při konstantní frekvenci [4]

Z grafu teplotní charakteristiky reálného nepolárního dielektrika vztaženému k jediné zkoumané frekvenci lze usoudit, že permitivita a tudíž kapacita kondenzátoru z takového materiálu se nemění výrazně, s rostoucí teplotou však mírně klesá.

### ***Iontová polarizace***

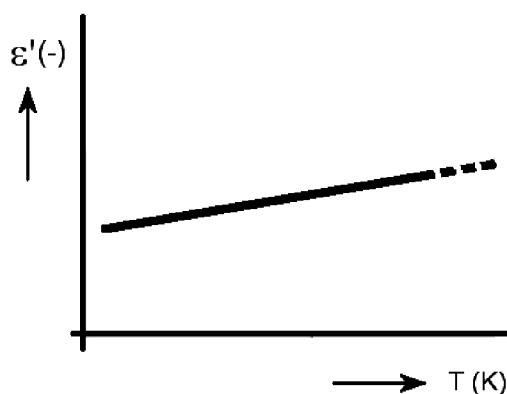
Iontovou polarizaci pozorujeme u polárních materiálů, jejichž molekuly se skládají ze dvou nebo více iontů. Tyto materiály vykazují určitý nenulový vlastní dipólový moment  $i$  bez existence vnějšího elektrického pole. V pevných látkách jsou molekuly s okolními molekulami spojeny těsnými vazbami, molekuly nemohou měnit svoji polohu libovolně. V určitých mezích ale mohou měnit svoji vzájemnou polohu ionty v molekule. Každá polární molekula disponuje i bez vlivu vnějšího elektrického pole vlastním dipólovým momentem, celkový dipólový moment značného počtu molekul v důsledku jejich neusměrněných poloh ovšem konverguje k nule. V případě působení vnějšího elektrického pole se projeví usměrněná deformace molekul; kladné ionty se posunou ve směru elektrického pole a záporné opačným směrem. Tímto principem se v homogenním elektrickém poli k vektoru dipólového momentu každé molekuly přičítá další vektor jednoho směru, výsledný vektor dipólového momentu všech molekul původně nulové velikosti získá nenulovou velikost a směr rovnoběžný se směrem elektrického pole [5].

Jak bylo výše uvedeno, iontovou polarizaci způsobuje pohyb pružně vázaných iontů pod působením elektrického pole, vyskytuje se v iontových krystalech. Její charakteristická doba odezvy činí asi  $10^{-11}$  až  $10^{-13}$  s, a proto se opět ve frekvenčním intervalu  $10^5 - 10^{10}$  Hz její frekvenční závislost obvykle neprojevuje. Příspěvek této polarizace k reálné složce komplexní permitivity je konstantní a k imaginární složce nulový. Iontová polarizace v rámci uvažovaných elektrotechnických kmitočtů probíhá prakticky beze ztrát, závisí na teplotě (viz obr. 2.5).



Obr. 2.5 Podstata iontové (pružné) polarizace [4]

Teplotní závislost experimentálně zjištěné permitivity materiálu s dominantní iontovou polarizací vykazuje lineární průběh se ztelnějším růstem (obr. 2.6).



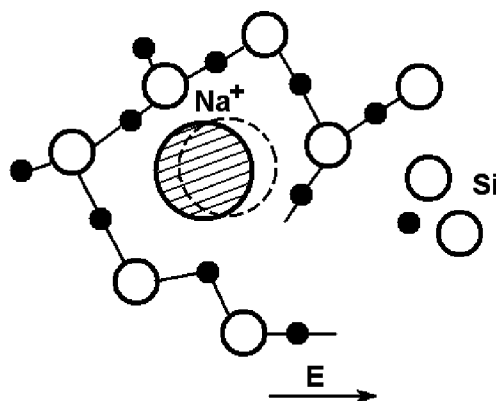
Obr. 2.6 Teplotní závislost permitivity iontového krystalu při konstantní frekvenci [4]

### *Dipólová polarizace*

Dipólová polarizace se vyskytuje u polárních látek. Vzniká v důsledku natáčení dipólů působením elektrického pole, ať již permanentních nebo dipólů indukovaných elektrickým polem. Pozoruje se zpravidla v časovém intervalu od  $10^{-9}$  do  $10^{+5}$  s. Horní mez přitom nevyplývá z nějakého fyzikálního omezení, ale je dána pouze technikou ke sledování polarizace. V dielektriku se mohou vyskytovat i dipóly s relaxační dobou větší než  $10^{+5}$  s. Dipólová polarizace je základním druhem polarizace, který se vyskytuje v polymerních materiálech. Časový průběh náboje uvnitř takových látek, pokud neuvažujeme měřítko časové osy, v podstatě odpovídá průběhu uvedenému na obr. 2.2, kde může být i dipólová polarizace majoritním polarizačním procesem. Dipólová polarizace patří mezi děje, které způsobují ztráty energie v dielektriku a závisí na teplotě a kmitočtu.

### *Iontová relaxační polarizace*

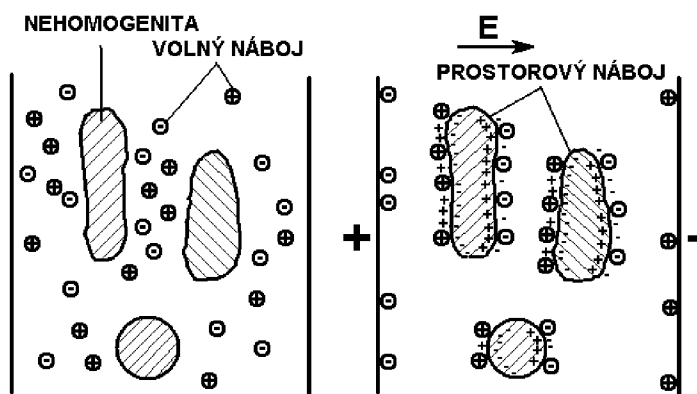
Iontovou relaxační polarizaci lze pozorovat v iontových látkách s netěsným uložením iontů, jako např. anorganická skla, keramika. Tyto pochody na molekulární úrovni jsou provázány ztrátami energie a závisí na teplotě i kmitočtu. Doba ustálení se pohybuje v časových relacích  $10^{-12} - 10^{-8}$  s [2], [4].



Obr. 2.7 Podstata iontové relaxační polarizace u anorganického skla [4]

### *Mezivrstvá polarizace*

Mezivrstvá (migrační) polarizace vzniká v nehomogenních materiálech, kde je pohyb volných i vázaných částic omezen rozhraními, která jsou v nehomogenním dielektriku přítomna. Za takovéto materiály s makroskopickou nehomogenitou můžeme principiálně považovat i znečištěné látky. U mezivrstvé polarizace se přitom jedná o pohyb stejných částic jako u ostatních polarizačních mechanismů, tedy elektronů, iontů či dipólů; v důsledku vzájemné interakce jednotlivých složek nehomogenního materiálu o různých vlastnostech ale vznikají nové jevy, spojené především s akumulací nábojů na rozhraních (obr. 2.8). Výsledná permitivita je obecně složitou funkcí vlastností jednotlivých složek i jejich vzájemného prostorového rozložení. Jedná se tedy o nejpomalejší polarizační mechanismus, podmíněný pohybem volných elektrických nábojů; projevuje se jen v oblasti velmi nízkých kmitočtů, je spjat se ztrátami energie v dielektriku a závisí na teplotě.



Obr. 2.8 Podstata vzniku mezivrstvé (migrační) polarizace [4]

### *Spontánní polarizace*

Spontánní polarizace (samovolná, doménová) vzniká tak, že jednotlivé iontové páry, popř. dipóly indukované elektrickým polem spolu interagují a vytvářejí silně zesilující pole, které je orientuje shodným směrem i v nepřítomnosti vnějšího elektrického pole. Jednotlivé dipóly nejsou tedy orientovány při absenci vnějšího

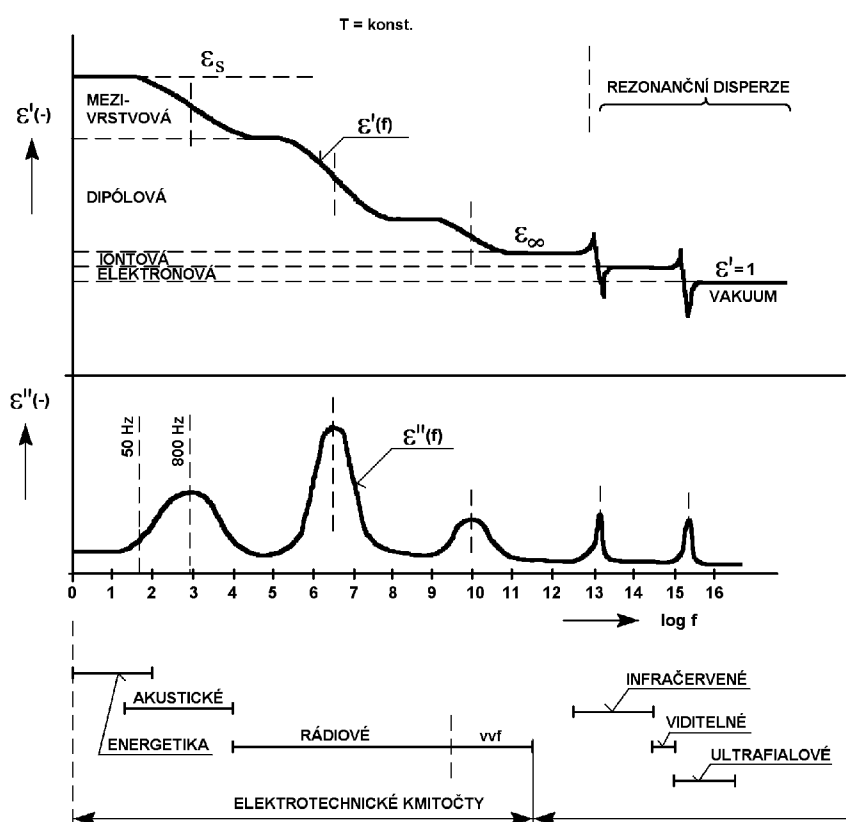
elektrického pole náhodně, ale uvnitř oblastí – tzv. domén, kde jsou pravidelně uspořádány. Jedná se o jev analogický feromagnetismu a látky, v nichž se spontánní polarizace uplatňuje, se nazývají ferroelektrika. Tento typ polarizace se spojuje s energetickými ztrátami v materiálu, závisí na kmitočtu, teplotě i intenzitě elektrického pole.

### Trvalá polarizace

Trvalou polarizaci pozorujeme u slabě polárních látek s malou elektrickou vodivostí. Tato trvale (permanentně) zpolarizovaná tělesa nazýváme elektrety.

### Rezonanční polarizace

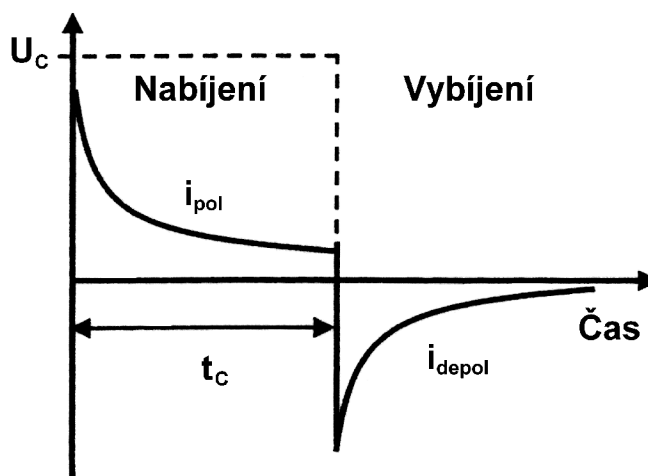
Rezonanční polarizace je souhrnným označením pro polarizace rezonančního charakteru, tj. iontovou a elektronovou. Tyto polarizace jsou procesy vyskytující se u všech dielektrik. Rezonanční polarizace vzniká následkem rezonance vlastních (tepelných) kmitů částic s elektrickým nábojem a kmity elektrického pole. Projevuje se ve frekvenčním pásmu odpovídajícím optickému záření. Na následujícím obrázku (obr. 2.9) je uveden příklad průběhu komplexní permitivity určitého dielektrika, na kterém jsou zvýrazněny výše diskutované typy polarizačních mechanismů, tak jak se projevují navenek v závislosti na kmitočtu.



Obr. 2.9 Disperzní průběh obou složek komplexní permitivity dielektrika se třemi relaxačními maximy za konstantní teploty [4]

### 2.1.2 Dielektrikum ve stejnosměrném poli

V předchozích úvahách byly diskutovány makroskopické veličiny popisující polarizaci dielektrik. Byla uvažována expozice dielektrika v konstantním stejnosměrném elektrickém poli. Pro zkoumání polarizačních jevů v dielektrikách jsou z hlediska přímo měřitelných makroskopických veličin rozhodující časové relace napětí a proudů. Tyto obvodové veličiny se měří za pomoci vnějšího elektrodového systému, jímž se dielektrikum opatří. Na obr. 2.10 je uveden časový průběh nabíjecího a vybíjecího proudu dielektrika. Tyto průběhy dané v tomto případě přímo měřenými veličinami jsou opět odezvou dielektrika na připojené konstantní stejnosměrné napětí, resp. intenzitu elektrického pole.



Obr. 2.10 Nabíjecí a vybíjecí proud dielektrika [6]

Níže uvedené početní vztahy vyjadřují souvislost mezi časovou závislostí vybíjecích a nabíjecích proudů a časovou závislostí polarizace na obr. 2.10. Nabíjecí a vybíjecí proudy dielektrik mají obecně monotónně rostoucí či klesající průběh v závislosti na čase. V případě vakuového kondenzátoru popisují tyto děje exponenciální funkce času. V obecném případě je časový průběh těchto proudů definován funkcí poklesu  $\varphi(t)$ :

$$j_{DEPOL} = \varepsilon_0 \cdot (\varepsilon_s - \varepsilon_\infty) \cdot \varphi(t) \cdot E, \quad (15)$$

$$\varphi(t) = \frac{d\Phi(t)}{dt}. \quad (16)$$

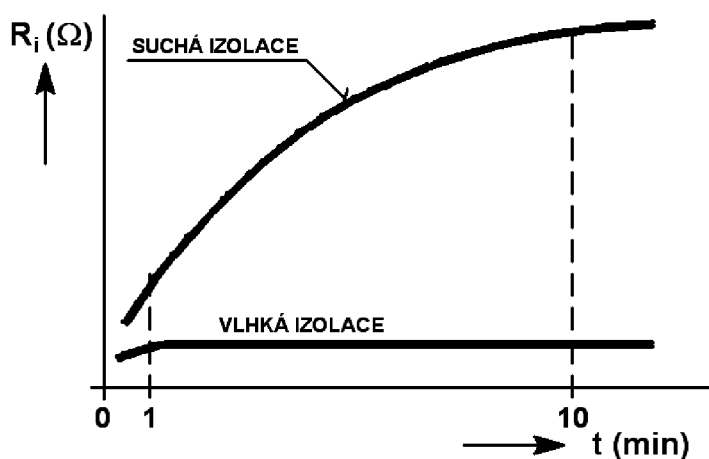
Proudová hustota nabíjecího (polarizačního) proudu je dána součtem dvou složek:

$$j_{POL}(t) = \frac{dP}{dt} + \gamma \cdot E, \quad (17)$$

kde  $\gamma \cdot E$  vyjadřuje složku proudové hustoty způsobenou vodivostním proudem dielektrika. Vybíjecí (depolarizační) proudovou hustotu udává vztah:

$$j_{DEPOL}(t) = \frac{dP}{dt}. \quad (18)$$

Pro lepší představu o vlivu vodivostního proudu dielektrik uvádí následující obrázek absorpční charakteristiku suché i vlhké izolace (obr. 2.11). Absorpční resp. nabíjecí charakteristiku zde graficky reprezentuje závislost izolačního odporu na čase, jež se měřila s použitím stejnosměrných měřících metod. Z hlediska principu byl vzorek izolace v elektrodovém systému zřejmě připojen na stejnosměrný zdroj napětí známé velikosti a byl měřen nabíjecí proud, přičemž do grafu se vynesly okamžité hodnoty izolačního odporu  $R_i$  dané podílem zkušební napětí a měřeného proudu. V případě suché izolace zjištěná závislost vykazuje obvyklý průběh daný jak polarizačními pochody tohoto dielektrika tak jeho vodivostním proudem. V případě vlhké izolace lze pozorovat již jen dominantní vliv vodivostního proudu dielektrika způsobeného zmíněným navlhnutím dielektrika v celém jeho objemu.



Obr. 2.11 Absorpční charakteristika suché a vlhké izolace za konstantní teploty [4]

Vybíjecí případně nabíjecí proudy reálných dielektrik mohou obecně nabývat z hlediska matematického popisu složitějších časových průběhů. Na obr. 2.12 jsou uvedeny nejběžnější průběhy odpovídající funkce odezvy, tj. nejedná se přímo o normovaný průběh vybíjecího proudu, ale o jeho integrál, který je ekvivalentní s průběhem polarizace. V teoretickém případě vakuového kondenzátoru nebo ideálního kondenzátoru ve smyslu ideálního obvodového prvku by měl vybíjecí či nabíjecí proud vykazovat průběh daný exponenciální funkcí:

$$i_{POL}(t) = I_0 \cdot (1 - e^{-\frac{t}{\tau}}), \quad i_{DEPOL}(t) = I_0 \cdot e^{-\frac{t}{\tau}}, \quad (19)$$

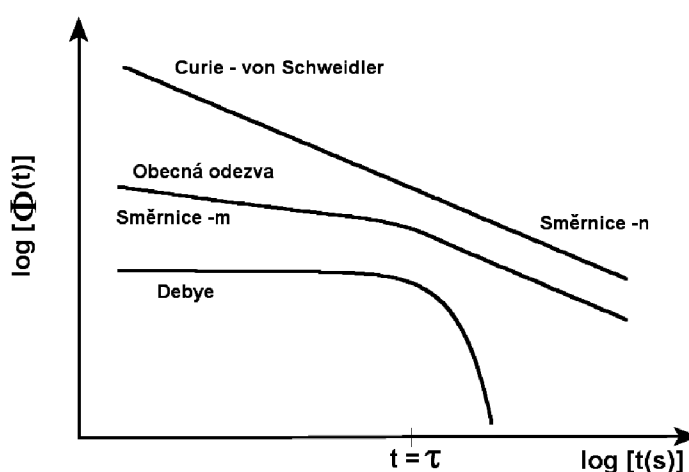
kde  $i_{POL}$  a  $i_{DEPOL}$  jsou nabíjecí a vybíjecí proudy,  $I_0$  maximální hodnota proudu dielektrikem u obou diskutovaných procesů,  $\tau$  časová konstanta. Exponenciální průběh vybíjecího i nabíjecího proudu platí obecně pro dielektrikum s jedinou relaxační dobou molekul a s matematickým popisem polarizace dle Debye [2]; jedná se obvykle o kapalná polární dielektrika. V grafu vyobrazení funkce odezvy (obr. 2.12) vystupuje takový průběh po integraci a provedení substituce do logaritmických souřadnic v konečném důsledku opět jako exponenciální funkce, vynásobená záporným koeficientem a poté navýšená o konstantu.



Pokud připustíme následující přiblížení k reálnému případu průběhu vybíjecího proudu dielektrik, bude vybíjecí proud dielektrika popsán mocninnou funkcí:

$$i_{DEPOL}(t) = \frac{I_0}{t^a} \quad (20)$$

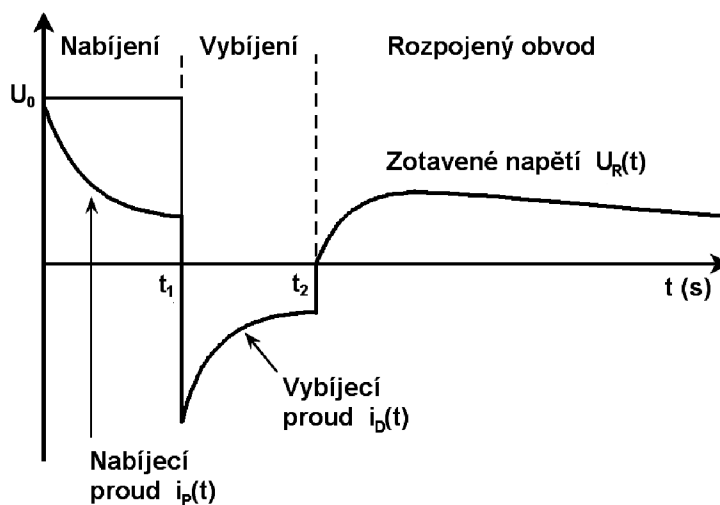
kde koeficient  $a$  nabývá hodnot z intervalu  $(0;1)$ . Uvedená mocninná funkce již s dostatečnou přesností charakterizuje průběh vybíjecího proudu nemalé části skutečných dielektrických materiálů, ve formě pevných látek. I zde lze snadno odvodit, že po vydělení rovnice (20) maximální hodnotou proudu  $I_0$  získáme funkci poklesu a její integrací požadovanou funkci odezvy, která zůstává opět ve tvaru mocninné funkce. V tomto případě danou funkci reprezentuje v logaritmickém grafickém zobrazení jediná přímka se zápornou směrnici.



Obr. 2.12 Rozdílné typy funkce odezvy u dielektrických měření v časové oblasti [7]

Poslední přiblížení k reálným podmínkám představuje asymptotický průběh tvořený dvěma přímkami, přičemž za dělicí moment na časové ose, který určuje jiný exponent mocninné funkce (20), můžeme považovat časovou konstantu  $\tau$ . Takový průběh již přesněji vystihuje relaxační procesy větší části reálných pevných dielektrik.

Mimo uvedená měření nabíjecích a vybíjecích proudů dielektrik, která tvoří náplň této práce, existuje další stejnosměrná měřicí metoda, jež se často používá pro měření v silnoproudé elektrotechnice. Na následujícím obrázku je ukázána měřicí metoda spadající do oblasti stejnosměrných měřicích metod vázaných k časové oblasti (obr. 2.13), jedná se o měření tzv. zotaveného napětí dielektrika [7]. Pod pojmem zotavené napětí se rozumí napětí na svorkách dielektrika (opatřeném elektrodami), jaké následuje bezprostředně po aplikaci propojení svorek dielektrika nakrátko po určenou dobu. Dielektrikum musí být i v případě tohoto typu měření nejprve definovaně vybito, pak řádně nabito a následná aplikace vybíjecího procesu (spojení elektrod dielektrického vzorku nakrátko) musí být stejně tak provedena po vhodně definované době. Během trvání třetí (měřicí) periody je snímán časový průběh napětí na svorkách dielektrika příslušným přístrojem, zpravidla elektrometrem, tj. voltmetrem s vysokým vstupním odporem.



Obr. 2.13 Měření v časové oblasti včetně měření zotaveného napětí dielektrik [7]

Při měření zotaveného napětí představuje zkoumaný vzorek dielektrika z obvodového hlediska prakticky nezátížený zdroj napětí s vysokým vnitřním odporem. Takový zdroj si můžeme zjednodušeně představit jako paralelní kombinaci většího počtu sériových RC článků [8], přičemž na každém dílčím kapacitoru musí být definována hodnota napětí v okamžiku počátku fáze měření zotaveného napětí.

Zdrojem obnoveného napětí jsou relaxační procesy zkoumaného dielektrika, které zapříčiňují nárůst indukovaného náboje na elektrodách dielektrika. V průběhu nabíjení dielektrika se aktivuje řada jeho polarizačních procesů; počet konkrétních skutečně vybudovaných polarizačních procesů závisí na době nabíjení dielektrika ve vztahu k časovým konstantám jednotlivých uvažovaných procesů. V průběhu následujícího vybíjecího procesu, kdy jsou elektrody dielektrika spojeny nakrátko a uzemněny po obecně jinou stanovenou dobu, zcela vymizí určité již aktivované polarizační procesy. Počet a druh těchto procesů závisí na době trvání vybíjecí fáze a časových konstantách polarizačních procesů. V průběhu poslední fáze, při měření (zotaveného) napětí na elektrodách dielektrika naprázdno se projeví právě ty relaxační procesy, které nebyly zcela deaktivovány ve vybíjecí fázi, a to formou obnoveného napětí. Měření zotaveného napětí dielektrik teoreticky umožňuje nalézt dielektrickou funkci odezvy  $\Phi(t)$ , hodnotu optické permitivity  $\epsilon_\infty$  i vodivost  $G$ ; praktické využití k získání všech uvedených veličin je však obtížné [7].

### 2.1.3 Dielektrikum ve střídavém poli

Z praktického hlediska budeme uvažovat buzení dielektrika střídavým elektrickým polem harmonického průběhu s intenzitou:

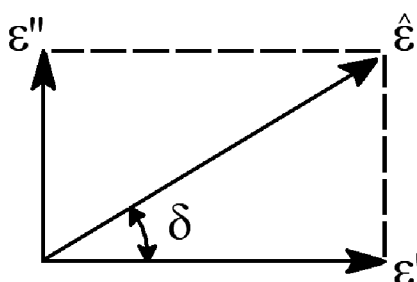
$$E(t) = E_{MAX} \cdot \cos(\omega t) = \operatorname{Re}\{E_{MAX} \cdot e^{j\omega t}\} = \operatorname{Re}\{\hat{E} \cdot e^{j\omega t}\}. \quad (21)$$

Zkoumanou odezvou dielektrika na toto buzení je časový průběh elektrické indukce. V důsledku polarizačních procesů dielektrika, kdy dochází k pozvolnému růstu polarizace v případě přiložení stejnosměrného elektrického pole, je časový průběh elektrické indukce při střídavém buzení fázově zpožděn vůči intenzitě elektrického pole o ztrátový úhel  $\delta$ . Časový průběh elektrické indukce je opět harmonickou funkcí úhlové frekvence:

$$D(t) = D_{MAX} \cdot \cos(\omega t - \delta) = \operatorname{Re}\{D_{MAX} \cdot e^{-j\delta} \cdot e^{j\omega t}\} = \operatorname{Re}\{\hat{D} \cdot e^{j\omega t}\}. \quad (22)$$

Vlastnosti dielektrika při buzení střídavým (harmonickým) elektrickým polem udává komplexní permitivita (obr. 2.14), což je v tomto případě konstanta úměrnosti mezi fázory elektrické intenzity  $\hat{E}$  a indukce  $\hat{D}$ :

$$\hat{D} = \epsilon_0 \cdot \hat{\epsilon} \cdot \hat{E}. \quad (23)$$



Obr. 2.14 Komplexní permitivita [2]

Rozklad komplexní permitivity na jednotlivé složky vyjadřují vztahy:

$$\hat{\epsilon} = \epsilon' - j \cdot \epsilon'' \quad , \quad \epsilon_r = \epsilon' \quad , \quad \operatorname{tg} \delta = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} \quad , \quad (24)$$

všechny zmíněné veličiny  $\hat{\epsilon}$ ,  $\epsilon'$ ,  $\epsilon''$ ,  $\operatorname{tg} \delta$  jsou přitom frekvenčně závislé. Reálná složka komplexní permitivity  $\epsilon'$  (relativní permitivita) je mírou polarizace dielektrika, imaginární složka  $\epsilon''$  je mírou ztrát v dielektriku vznikajících jeho vložením do střídavého elektrického pole; označuje se jako ztrátové číslo. Více používanou veličinou je ztrátový činitel  $\operatorname{tg} \delta$ . Komplexní permitivita je podobně jako její reálná složka – relativní permitivita – funkcí teploty a frekvence budícího pole, případně i dalších veličin, u nelineárních dielektrik závisí i na intenzitě přiloženého elektrického pole.

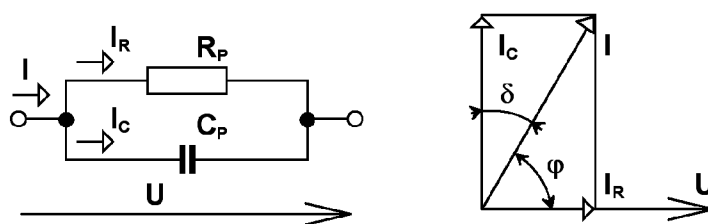
Kapacitu deskového kondenzátoru, což je v podstatě dielektrický vzorek opatřený elektrodami, definuje vztah:

$$C = \varepsilon_0 \cdot \varepsilon_r \cdot \frac{S}{d}, \quad (25)$$

kde  $C$  je sledovaná kapacita kondenzátoru či vzorku,  $S$  plocha elektrod,  $d$  tloušťka dielektrika resp. vzdálenost elektrod. Pro řadu výpočtů v oblasti dielektrických měření se užívá termín geometrická kapacita vzorku; tato veličina vyjadřuje kapacitu zkoumaného elektrodového systému s dielektrikem v situaci, kdy by samotné dielektrikum bylo nahrazeno vakuem. Pro jednoduchý elektrodový systém měření dielektrického vzorku v podobě deskového kondenzátoru se geometrická kapacita vzorku  $C_0$  určí jako kapacita vakuového kondenzátoru stejných rozměrů jako zkoumané dielektrikum, s odpovídající relativní permitivitou  $\varepsilon_r = 1$  :

$$C_0 = \varepsilon_0 \cdot \frac{S}{d}. \quad (26)$$

Na obr. 2.15 je uvedeno jednoduché náhradní schéma reálného dielektrika či kondenzátoru; jedná se o paralelní náhradní obvod s ideálním kapacitorem  $C_P$  zahrnujícím požadovanou kapacitu a rezistorem  $R_P$  vyjadřujícím svodovou vodivost. Druhá část obrázku ilustruje odpovídající fázorový diagram pro případ napájení tohoto dvojpólu harmonickým napětím.



Obr. 2.15 Paralelní náhradní obvod reálného kondenzátoru a fázorový diagram

Úhel  $\varphi$  udává fázový posun napětí  $U$  a proudu  $I$ , což je v podstatě fázový úhel komplexní impedance definující její charakter, v tomto případě kapacitní. Komplexní impedance  $\hat{Z}$  a ztrátový činitel  $\operatorname{tg} \delta$  v závislosti na úhlovém kmitočtu  $\omega$  jsou dány vztahy:

$$\hat{Z} = \frac{1}{\frac{1}{R_P} + \omega C_P}, \quad \operatorname{tg} \delta = \frac{1}{\omega R_P C_P}. \quad (27), (28)$$

## 2.1.4 Dielektrická relaxační spektroskopie

### 2.1.4.1 Základní veličiny a popisy v oblasti dielektrických měření

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

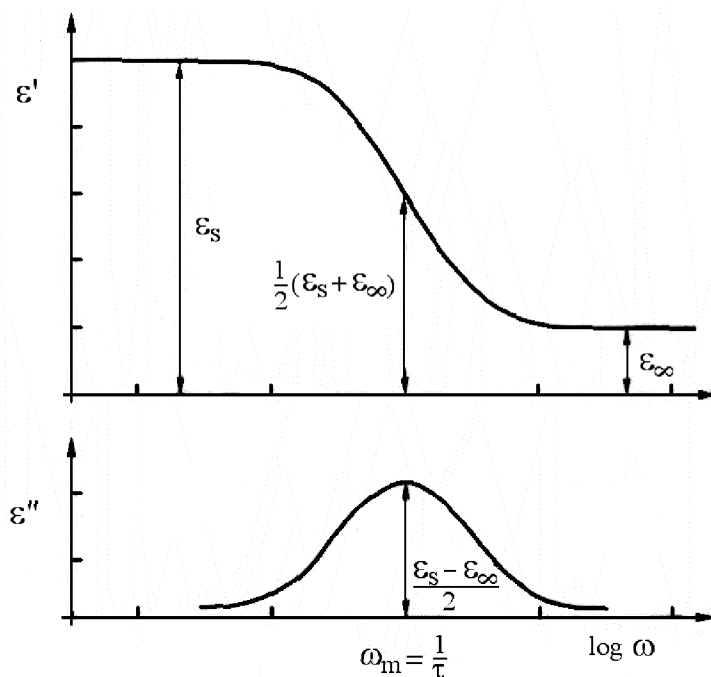
Relaxační mechanismy dielektrik, které lze zjistit na základě studia dielektrických spekter, jsou úzce spjaty s mechanismy polarizace a celkovou vnitřní strukturou dielektrika na molekulární úrovni. V dielektrikách se obvykle vyskytuje více různých druhů elektrických dipólů, případně iontů, či elektrony, jež mohou vykonávat rozdílné pohyby za působení elektrického pole; důsledkem je existence většího počtu relaxačních mechanismů. Tyto děje jsou v získaném dielektrickém spektru  $\hat{\epsilon}(f)$  pozorovatelné jako lokální maxima ztrátového čísla a ekvivalentně též jako lokální poklesy relativní permitivity [2].

Pokud se neuvažuje možnost ověřit parametry vakuového případně vzduchového kondenzátoru, nejsnadněji popsatelný typ dielektrika v získaném dielektrickém spektru je dielektrikum s jedinou relaxační dobou molekul, které lze z obvodového hlediska nahradit dříve uvedeným paralelním náhradním obvodem (obr. 2.15). V takovém dielektriku výrazně převažuje jeden typ polarizačního mechanismu, dielektrikum obsahuje volně otáčivé vzájemně nezávislé dipóly; jedná se např. o silně zředěný roztok polární látky v nepolárním rozpouštědle. Frekvenční závislost komplexní permitivity zmíněného dielektrika (obr. 2.16) je dána Debyeovým vztahem:

$$\hat{\epsilon} = \epsilon_{\infty} + (\epsilon_s - \epsilon_{\infty}) \cdot \frac{1}{1 + j\omega\tau}, \quad (29)$$

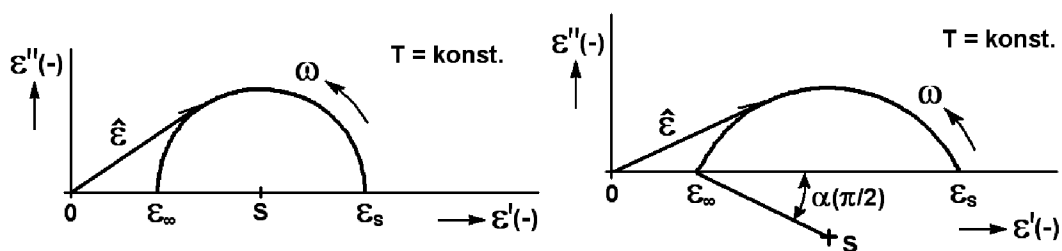
kde  $\tau$  značí jedinou relaxační dobu dielektrika; její převrácená hodnota udává úhlový kmitočet relaxačního maxima.

Na následujícím obr. 2.17 je uvedeno zobrazení obou složek komplexní permitivity v komplexní rovině jako funkce kmitočtu. Tento typ zobrazení komplexní veličiny běžný pro řadu elektrotechnických oborů se v oblasti dielektrických měření označuje Coleho-Coleho diagram. Při tomto způsobu grafického zobrazení tvoří každý bod grafu uspořádaná dvojice složek komplexní permitivity ( $\epsilon'$ ;  $\epsilon''$ ), přičemž parametrem je úhlový kmitočet  $\omega$ . První část obrázku vystihuje Coleho-Coleho diagram dielektrika s jedním relaxačním procesem vyhovující Debyeově rovnici (29). Sestrojená křivka pro všechny prakticky možné kmitočty je půlkružnice se středem ležícím na horizontální ose. Za připomínku stojí, že Debyeova rovnice byla odvozena pro slabě polární kapalná dielektrika a pro reálné dielektrické systémy tvoří pouze první krok přiblížení.



Obr. 2.16 Dielektrikum s jedním relaxačním procesem [2]

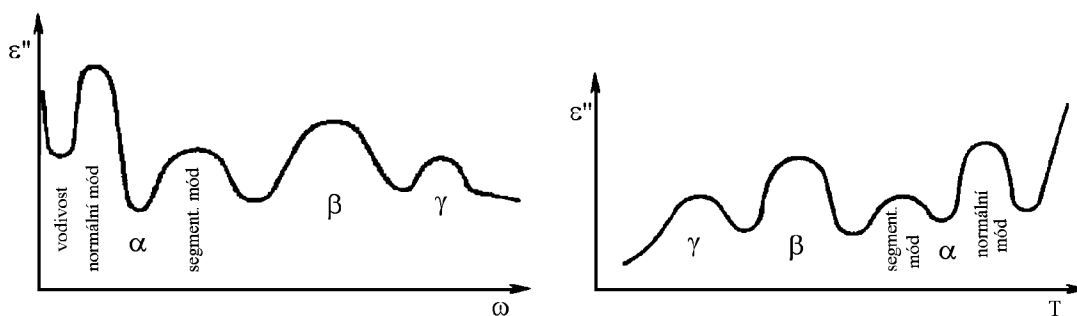
Druhá část obrázku se zabývá složitější situací, kdy dielektrikum vykazuje spojité spektrum relaxačních dob. V obecném případě může Coleho-Coleho diagram nabývat podoby křivky rozdílné od části kružnice v závislosti na typu relaxačního procesu nebo jeho matematického popisu. Pravá strana obr. 2.17 popisuje stále ještě případ dielektrika s rozložením relaxačních dob; každá jednotlivá molekula se řídí Debyeovým zákonem (29), ale se svou vlastní relaxační dobou. V tomto případě vykazují molekuly spojité rozložení relaxačních dob. Pohyb každé dílčí molekuly za předpokladu skokové změny vnějšího elektrického pole charakterizuje exponenciální funkce času obdobně jako v případě popisu průběhu polarizace (14), ovšem s časovou konstantou definovanou v tomto případě pro každou molekulu zvlášť.

Obr. 2.17 Coleho-Coleho diagram ( $T=\text{konst.}$ ) a) Debye b) rozptyl relaxačních dob [4]

Z hlediska praktického využití má rovnice (29) spíše teoretický význam. Reálné relaxační procesy jsou obvykle složitější a jejich frekvenční závislost se už nedá popsat Debyeovým vzorcem. Navíc v dielektrikách se obvykle vyskytuje více relaxačních procesů. Vznikla tedy potřeba tyto jednotlivé procesy od sebe jednoznačným způsobem odlišit. Roku 1954 navrhli Deutsch, Hoff, Reddish systém klasifikace relaxačních mechanismů písmeny  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  i dalšími [9]. Při sledování frekvenční závislosti ztrátového

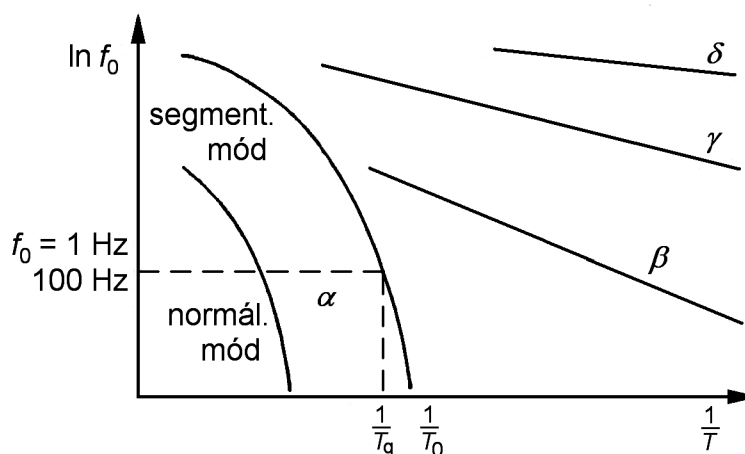
čísla za konstantní teploty  $\epsilon''(f)$  se za  $\alpha$ -relaxaci či primární relaxaci považuje relaxační mechanismus nastávající při nejnižší frekvenci,  $\beta$ -relaxací je označen další nejbližší mechanismus s vyšší frekvencí atd.

Budeme-li sledovat teplotní závislost ztrátového čísla při konstantní frekvenci  $\epsilon''(T)$ ,  $\alpha$ -relaxace nastane při teplotě nejvyšší a ostatní další postupně při nejbližších nižších teplotách. Oba zmíněné typy závislosti ztrátového čísla za konstantní teploty a za konstantní frekvence jsou naznačeny na obr. 2.18.



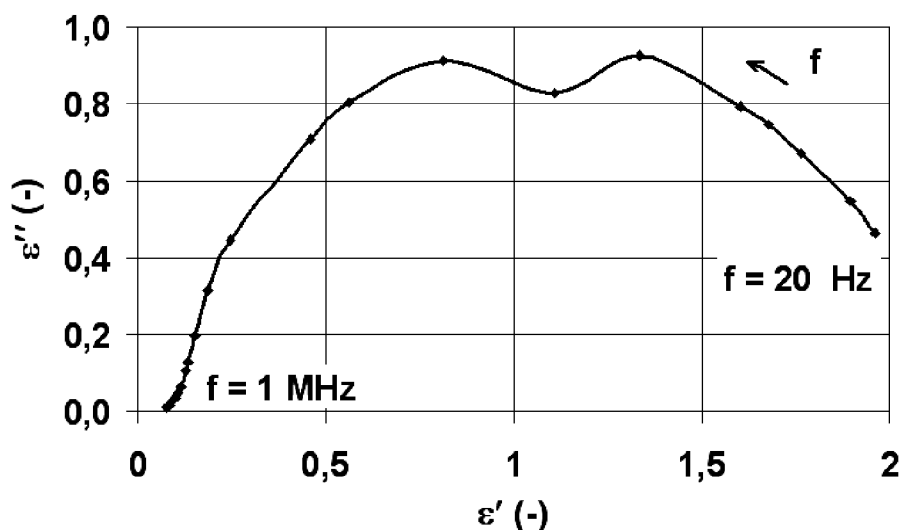
Obr. 2.18 Klasifikace relaxačních mechanismů [2]

Jiným typem zobrazení předchozích charakteristik je závislost polohy relaxačního maxima (tj. kmitočtu) na převrácené hodnotě termodynamické teploty (obr. 2.19). Tento diagram se nazývá relaxační mapa nebo aktivační diagram a umožňuje opět rozlišit výše zmíněné relaxační mechanismy [4], [5]. Uvedená klasifikace relaxačních mechanismů vzhledem k možnostem současné měřicí techniky neplatí zcela obecně. U některých speciálních materiálů nebo při použití nové experimentální techniky se vyskytují další relaxační mechanismy, jež nelze výše popsaným systémem jednoznačně označit, případně v důsledku menší rozlišovací schopnosti měření nebyly takové mechanismy dříve pozorovatelné.



Obr. 2.19 Relaxační mapa [2]

Pro přiblížení rozdílu parametrů reálných dielektrik a Debyeova popisu případně složitějších matematických modelů ukazuje obr. 2.20 Coleho-Coleho diagram sestavený z naměřených hodnot; jednalo se o vzorek karboxymethylcelulózy (KMC) měřený při pokojové teplotě impedančním analyzátozem HP4284A.



Obr. 2.20 Coleho-Coleho diagram z naměřených hodnot na KMC

Již z výše uvedeného obrázku lze usoudit, že konkrétní reálný průběh Coleho diagramu se pouze přibližuje průběhu dle Debye.

Z důvodu přibližné platnosti Debyeova popisu dielektrické relaxace byla odvozena řada matematických popisů modelujících s různou přesností relaxační procesy reálných dielektrik. Z důvodu snazšího makroskopického popisu parametrů konkrétních typů dielektrik byla zavedena funkce rozložení relaxačních dob. Tuto funkci definujeme v oblasti dielektrik jako funkci pravděpodobnosti výskytu molekul s jistou relaxační dobou  $g(\tau)$ , která udává hustotu pravděpodobnosti relaxačních dob vztaženou pro celý objem uvažovaného dielektrika. V případě aproximací rozložení relaxačních dob obecných dielektrik již tato rozložení, jakožto funkce matematické statistiky, nemusí vykazovat pouze spojitý průběh s jedním nebo několika málo maximy. Níže uvedené funkce získané na základě experimentu se v oblasti dielektrických měření označují jako rozdělení.

### *Coleovo-Coleovo rozdělení*

Coleovo-Coleovo rozdělení představuje v podstatě již dříve uvedené zdokonalení původního Debyeova popisu dielektrik dle obr. 2.17b. Pro uvažované rozdělení platí nutná podmínka v podobě spojitého průběhu funkce rozložení relaxačních dob  $g(\tau)$ . Za tohoto předpokladu nabude vyjádření komplexní permitivity tvaru:

$$\hat{\epsilon} = \epsilon_{\infty} + \frac{\epsilon_s - \epsilon_{\infty}}{1 + (j\omega\tau_0)^{1-\alpha}}, \quad (30)$$

kde  $\tau_0$  je relaxační doba molekul zastoupená u daného dielektrika s největší pravděpodobností, distribuční parametr  $\alpha \in (0;1)$  udává šířku rozdělení. Tímto způsobem lze více přiblížit chování dielektrika při konkrétní teplotě, přičemž pro úplný popis postačují čtyři parametry:  $\epsilon_s, \epsilon_{\infty}, \alpha, \tau_0$  [10].



**Coleovo-Davidsonovo rozdělení**

Grafem tohoto rozdělení v komplexní rovině je polokružnice s deformací svého tvaru do podoby blízké přímce v oblasti nejvyšších kmitočtů (viz obr. 2.21).



Obr. 2.21 Coleův-Davidsonův diagram s jedním distribučním parametrem [10]

Frekvenční průběh komplexní permitivity je modelován vztahem:

$$\hat{\epsilon} = \epsilon_{\infty} + \frac{\epsilon_s - \epsilon_{\infty}}{(1 + j\omega\tau_0)^{\beta}}, \quad (31)$$

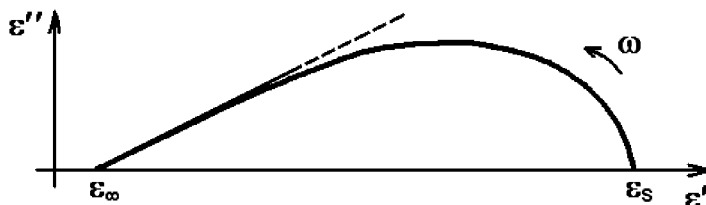
kde  $\beta \in (0;1)$  je distribuční parametr daného rozdělení.

**Havriliakovo-Negamiho rozdělení**

Toto rozdělení bylo autory vytvořeno z důvodu dalšího přiblížení matematického modelu k chování reálného dielektrika [11]. Aproximační funkce vznikla kombinací dvou výše uvedených předchozích rozdělovacích funkcí a vystihuje lépe chování materiálů složité vnitřní struktury, jako jsou polymery:

$$\hat{\epsilon} = \epsilon_{\infty} + \frac{\epsilon_s - \epsilon_{\infty}}{[1 + (j\omega\tau_0)^{\alpha}]^{\beta}}. \quad (32)$$

První parametr  $\alpha \in (0;1)$  udává informaci o šířce relaxačního spektra, parametr  $\beta \in (0;1)$  o asymetrii disperzní křivky. Průběh komplexní permitivity na kmitočtu v komplexní rovině za konstantní teploty ukazuje obr. 2.22.



Obr. 2.22 Havriliakovo-Negamiho rozdělení [10]

Narozdíl od dříve uvedených matematických popisů definují Havriliakovo-Negamiho rozdělení čtyři nezávislé parametry:  $\alpha, \beta, (\epsilon_s - \epsilon_\infty), \tau_0$ . I přes velmi dobré přiblížení aproximace skutečného průběhu komplexní permitivity nemají tyto určující koeficienty fyzikální význam. S výhodou však lze využít zobrazení frekvenčního průběhu ztrátového čísla v logaritmických souřadnicích ( $\log \epsilon'' = \log[f(\omega)]$ ); právě tehdy vykazuje rozdělení průběh lomené přímkou s dělicím kmitočtem odpovídajícím hodnotě  $1/\tau_0$ , se směrnicemi o hodnotách  $\alpha$  a  $\alpha\beta$ .

### **Fröhlichovo rozdělení**

Uvedené rozdělení definuje závislost relaxační doby na teplotě následovně:

$$\tau = \tau_0 \cdot e^{\frac{W_a}{k \cdot T}}, \quad \tau = \frac{1}{\omega_m}, \quad (33)$$

kde  $W_a$  je aktivační energie,  $T$  teplota,  $k = 1,381 \cdot 10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$  Boltzmannova konstanta,  $\omega_m$  značí úhlový kmitočet relaxačního maxima, jemuž odpovídá lokální maximum průběhu ztrátového čísla. Provedeme-li zlogaritmování vztahu (33) a odpovídající grafické zobrazení závislosti  $\log \omega_m = f(1/T)$  v semilogaritmických souřadnicích, získáme dříve definované zobrazení nazývané relaxační mapou (viz obr. 2.19). Pro uvažované rozdělení je hledanou závislostí přímkou se zápornou směrnicí; směrnice je přímo úměrná hodnotě aktivační energie.

### **Fuossovo-Kirkwoodovo rozdělení**

První vyjádření Fuossova-Kirkwoodova rozdělení se zakládá na rozšíření vyjádření ztrátového čísla dle Debyeova vztahu do podoby:

$$\epsilon'' = \epsilon''_{\max} \cdot \text{sech} \left( \beta \cdot \ln \frac{\omega}{\omega_m} \right), \quad (34)$$

kde  $\epsilon''_{\max}$  označuje maximální hodnotu ztrátového čísla odpovídající kmitočtu relaxačního maxima  $\omega_m$ ,  $\beta \in (0;1)$  distribuční parametr definovaný obdobně jako u předchozích rozložení. Dále bylo odvozeno druhé rozdělení zahrnující i teplotní závislost, vhodné zejména jako model relaxace rozsáhlých molekul u polymerních materiálů:

$$\epsilon'' = \epsilon''_{\max} \cdot \text{sech} \left[ \bar{\beta} \cdot \frac{W}{k} \cdot \left( \frac{1}{T} - \frac{1}{T_m} \right) \right], \quad (35)$$

kde  $\bar{\beta}$  činí distribuční parametr teplotní závislosti ztrátového čísla a  $T_m$  je odpovídající teplota relaxačního maxima této závislosti.

### 2.1.4.2 Měření dielektrické relaxační spektroskopie v časové oblasti

K diagnostice dielektrických materiálů existuje řada metod. Dielektrická relaxační spektroskopie (DRS) patří mezi nedestruktivní měřicí metody [2]. Těžiskem zájmu dielektrické relaxační spektroskopie je získání závislosti komplexní permitivity  $\hat{\epsilon}(f)$  na frekvenci a zároveň i dalších parametrech. V pásmu radiotechnických kmitočtů se používají dvě metody DRS, v časové a frekvenční oblasti. Ve frekvenční oblasti se jedná o střídavá měření, kde se vhodnou metodou měří komplexní impedance zkoumaného vzorku dielektrika, jež se započtením mechanických rozměrů vzorku přepočte na komplexní permitivitu.

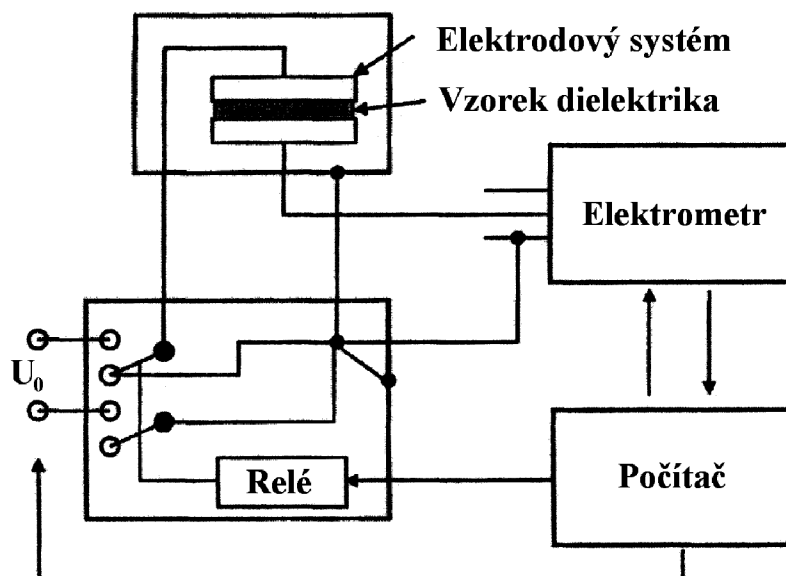
Pro rozsahy kmitočtů začínajících velmi nízkými hodnotami v řádu jednotek  $\mu\text{Hz}$  se z praktických důvodů používá DRS v časové oblasti (TDRS). O rozšíření směrem k nízkým frekvencím je velký zájem zejména v diagnostice dielektrických materiálů, protože právě při nejnižších frekvencích se projevují změny a poruchy struktury materiálu. Takovéto změny mohou být způsobeny např. mechanickým namáháním, přirozeným stárnutím nebo stárnutím podpořeným dalším typem namáhání, jakému je materiál vystaven za provozu. Uvedená poškození se projevují jako oblasti s rozdílnou strukturou materiálu, přičemž způsobená nehomogenita materiálu má za následek vznik mezivrstvé polarizace. Tu lze již pozorovat jako specifickou změnu dielektrického spektra ve srovnání s původním spektrem vzorku téhož materiálu bez jakýchkoliv vad.

Aplikace metody DRS v časové oblasti je obsahem této práce. Tato měřicí metoda zaznamenává časový průběh proudu dielektrika  $i(t)$  jako reakci na skokovou změnu napětí [8]. Charakter přímo měřených závislostí v časové oblasti není ovšem vhodný pro precizní ani orientační vyhodnocení vlastností zkoumaných dielektrik (viz obr. 2.13), proto je nutné převést naměřená data do frekvenční oblasti vhodným způsobem [2]. Na základě teoretických poznatků lze určit, že komplexní permitivita ve frekvenční oblasti a změřená charakteristika v časové oblasti jsou vzájemně převoditelné s použitím Fourierovy transformace:

$$\hat{\epsilon}(\omega) = \epsilon_{\infty} + (\epsilon_s - \epsilon_{\infty}) \cdot \int_0^{\infty} \varphi(t) \cdot e^{-j\omega t} dt . \quad (36)$$

Měření DRS v časové oblasti vykazuje značná úskalí, spočívající jak v parametrech měřicí části, tak následně ve způsobu zpracování získaných dat. Zmíněné potíže vyplývají z povahy měřených průběhů. Jedná se o funkce monotónně klesající či rostoucí v daném časovém intervalu, přičemž hodnoty měřené veličiny jsou velmi malé (např.  $10^{-14}$  A) a tudíž náchylné k ovlivnění okolním rušením. Odpovídající časy měření jsou však zároveň velmi dlouhé (např. jednotky hodin), i když nepočítáme čas potřebný pro přípravu vzorku. Přípravou vzorku se rozumí mimo konstrukční řešení, jako je např. nakontaktování, především dokonalé vybití vzorku dielektrika před měřením, vhodnou formou propojení elektrod dielektrického systému nakrátko.

Na obr. 2.23 je naznačeno možné řešení základního měřicího obvodu DRS v časové oblasti. Nepostradatelnou součástí tohoto systému je řídicí počítač a číslicově ovladatelný elektrometr zajišťující přinejmenším řízení měření a uchování měřených diskrétních dat pro další zpracování.



Obr. 2.23 Blokové schéma pracoviště TDRS [6]

Jak bylo v předchozích kapitolách uvedeno, v časové oblasti je možné provést diagnostické měření dielektrik také metodou měření zotaveného napětí, tj. průběhu napětí na svorkách řádně nabitého vzorku dielektrika právě po odstranění zkratu (viz kap. 2.1.2). I takové měření teoreticky umožňuje provádět měřicí aparatura dle blokového schématu na obr. 2.23, bude-li na místě elektrometru použit univerzální elektrometr měřící napětí i proudy velmi nízkých úrovní. Samotný jednoúčelový pikoampérmetr bez externích pomocných obvodů pro měření i zotaveného napětí v uvedeném blokovém schématu jednoduše použít nelze.

#### 2.1.4.3 Metody měření dielektrik ve frekvenční oblasti

Měření dielektrik ve frekvenční oblasti patří k nejčastěji užívaným diagnostickým metodám nejen v oblasti dielektrické relaxační spektroskopie. Důvodem je skutečnost, že v pásmu radiotechnických kmitočtů nízkých až středních velikostí (tj. asi desítky Hz až jednotky MHz) postačí k jednodušší méně přesné analýze i běžně dostupné přístroje používané v mnoha elektrotechnických odvětvích. Takovými přístroji jsou generátory střídavých harmonických signálů a např. nízkofrekvenční střídavé voltmetry, měřiče fáze signálů a osciloskopy. Pokud potřebujeme mít k dispozici precizní výsledky měření dielektrických parametrů, nezbyváá než využít specializované měřicí analyzátoy dle požadovaných parametrů měření.

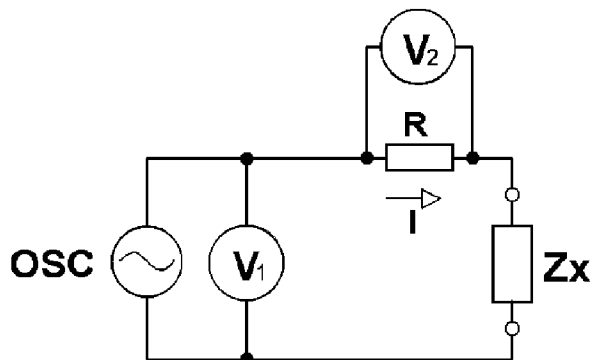
Metoda měření dielektrické relaxační spektroskopie ve frekvenční oblasti (FDRS) se používá obvykle v pásmu radiotechnických kmitočtů v rozsahu přibližně 20 Hz až jednotky GHz. U kmitočtů výrazně vyšších už nastávají značné potíže z důvodu potřeby speciálních obvodových součástek pro velmi vysoké kmitočty i speciálních koaxiálních vedení, konektorů a elektrodových systémů pro řádné připojení zkoumaného vzorku dielektrika. Naopak u kmitočtů velmi nízkých narážíme na problematiku dolního konce pásma propustnosti střídavých zesilovačů signálu a také se vyskytují potíže spojené s realizací kvalitního generátoru sinusového průběhu napětí velmi nízkých kmitočtů;

realizace takových generátorů i zesilovačů na bázi běžných analogových obvodů pro kmitočty pod 1 Hz při zachování potřebných parametrů (přesnost, stabilita kmitočtu a amplitudy, nízké zkreslení) je již neúměrně obtížná. Pro zmíněné případy, kdy potřebujeme měřit dielektrické parametry vzorků počínaje velmi nízkými kmitočty (řádově od jednotek mHz), jsou nyní nejuniverzálnějšími přístroji alpha analyzátoři firmy Novocontrol [12]. Jedná se o plně číslicově koncipované přístroje, které generují zkušební střídavý harmonický signál za pomoci číslicově-analogového převodníku. Výsledné zkušební harmonické napětí je tedy reprodukováno s určitou časovou i amplitudovou přesností dle možností D/A převodníku a může být takto pořízeno v širokém kmitočtovém rozsahu převyšujícím možnosti koncepce běžných přístrojů.

Principem měření DRS ve frekvenční oblasti je v podstatě impedanční měření, přičemž výsledky se snadno přepočtou na hodnoty komplexní permitivity na základě mechanických rozměrů dielektrika (plochy, tloušťky). Základ tvoří přeladitelný generátor zkušebního harmonického napětí a střídavý voltmetr včetně měřiče fázového rozdílu napěťových signálů. Testovaný vzorek se za pomoci ochranných a přizpůsobovacích obvodů připojí na nízkoimpedanční výstup generátoru zkušebního signálu a vhodnou metodou se měří napětí a proud vzorkem včetně jejich fázového rozdílu. Impedance se určí jako výsledek nepřímého měření. Pokud není potřeba měřit komplexní impedanci v širokém kmitočtovém rozsahu, tj. stačí znát pouze její velikost v malém rozsahu kmitočtů, je možné pro taková specifická měření použít některé speciální metody. V závislosti na parametrech konkrétního provedení měřicí aparatury však rozsah a přesnost měření může být různá a přitom mnohdy potřebujeme znát impedanční charakter zkoumaného prvku ještě před samotným měřením; tato skutečnost však v oblasti dielektrik nečiní potíže. Níže je popsáno několik vybraných metod měření spadajících do oblasti DRS ve frekvenční oblasti.

### ***Voltampérová metoda měření***

Na prvním místě uvedená metoda měření impedance či odporu patří mezi nejzákladnější měřicí metody (obr. 2.24). Oscilátor (OSC) dodává do obvodu zatíženého zkoumanou impedancí  $Z_x$  napětí harmonického průběhu, proud obvodem se měří nepřímo jako úbytek napětí na rezistoru bočníku  $R$ . Voltmetr  $V_1$  dle povahy zátěže měří napětí buď přímo na svorkách generátoru nebo v případě relativně nízkých měřených impedancí měří napětí přímo na svorkách testované impedance.

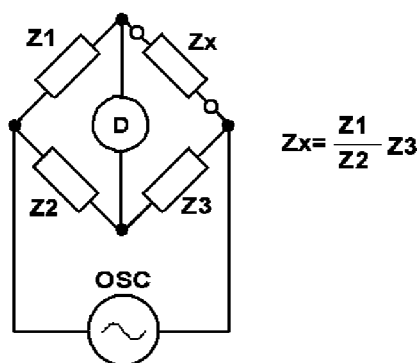


Obr. 2.24 Voltampérová metoda měření[13]

Aby byla zachována možnost měření komplexní impedance, včetně rozpoznání velikosti fáze a jejího smyslu (charakteru impedance), jsou naznačené voltmetry ve schématu předpokládány se schopností měření fázového rozdílu obou měřených napětí. V nejjednodušším případě lze použít dvoukanalový osciloskop, u něhož bude společná svorka obou voltmetrů tvořit signálovou zem, přičemž jedno ze sledovaných napětí musí být vstupními obvody osciloskopu invertováno. V případě požadavku vyšší přesnosti už je namístež použít pro měření fáze signálů např. přesný čítač s funkcí měření fáze nebo vektorový analyzátor signálů.

### *Mostová metoda měření*

Na následujícím obr. 2.25 je uvedeno základní principiální schéma měřicího můstku. V případě měření reálných impedancí, tj. (činného) odporu běžných rezistorů se zanedbatelnými parazitními parametry se použije nejjednodušší řešení obvyklého rezistorového můstku napájeného stejnosměrným napájecím zdrojem. Pokud ale potřebujeme měřit obecně komplexní impedance, musíme použít můstek napájený střídavým harmonickým napětím obsahující namísto původních rezistorů přinejmenším alespoň jednu komplexní impedanci, zpravidla kombinaci obvodových prvků RC nebo samotnou reálnou cívku (což činí z obvodového hlediska v podstatě sériovou kombinaci ideálních prvků RL). Mostová metoda tedy sestává z generátoru střídavého signálu (OSC), impedančního můstku tvořeného testovanou impedancí (dielektrickým vzorkem) a třemi známými impedancemi; nepostradatelnou součástí je citlivý střídavý voltmetr (D). Voltmetr či obecně citlivý indikátor nízkých napětí nebo proudů měří rozdílové napětí na výstupních bodech můstku, považujeme-li za hlavní signálovou zem např. společnou svorku generátoru a měřené impedance.



Obr. 2.25 Mostová metoda měření [13]

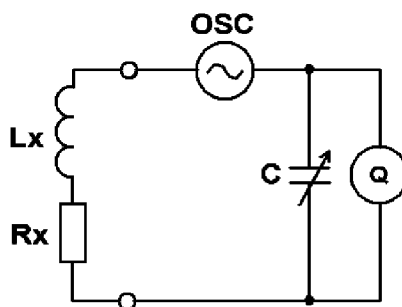
Měřicí proces spočívá zpravidla v precizním vyvážení můstku, aby indikované napětí na výstupu můstku bylo nulové. V takovém případě platí několik zjednodušujících předpokladů. Protože potřebujeme přesně měřit „nulové napětí“, můžeme snadno konstatovat, že nás nijak nezajímá fáze detekovaného napětí vůči signálu generátoru; stačí použít střídavý voltmetr bez doplňkového měření fáze. Druhým zjednodušením je výpočet zkoumané impedance dle schématu zapojení v okamžiku vyvážení můstku. Když voltmetr (či obecně indikátor napětí nebo proudu) ukazuje nulovou hodnotu, protéká jím teoreticky nulový proud. Při řešení tohoto obvodu v případě vyvážení můstku můžeme tedy voltmetr (D) s jeho vnitřním odporem ze schématu zcela vypustit.

V řešeném obvodu již zůstanou pouze dva dílčí nezatížené děliče napětí, které by se teoreticky neměly nijak ovlivňovat; napětí na výstupu každého dílčího děliče vztaženo vůči signálové zemi bude totožné. Takto již snadno odvodíme vztah pro výpočet hledané impedance z rovnosti podílu komplexních impedancí obou „stran“ mostu (děličů napětí).

Výhodou mostových metod měření v obvodech napájených střídavým proudem pro měření komplexních impedancí je vyšší citlivost a přesnost měření. V případě realizace pevných i laditelných impedancí mostu z kvalitních diskretních součástek lze očekávat, že parametry mostového přístroje budou časově stálější a méně závislé na stárnutí elektronických prvků měřiče ve srovnání s jinými metodami měření. Mezi nevýhody mostových metod měření patří složitější koncepce celého přístroje a nutnost použití vhodné konfigurace impedancí nastavovaných mostem dle povahy měřené impedance. V případě dielektrické relaxační spektroskopie potřebujeme navíc znát parametry dielektrika v širokém rozsahu kmitočtů, tudíž měřicí most musí obsahovat kromě řady přeladitelných filtrů též přeladitelný oscilátor v širokém pásmu kmitočtů.

### *Rezonanční metoda měření*

Metoda měření využívající ke své činnosti vlastnosti sériového rezonančního obvodu uvedená principiálním schématem na obr. 2.26 se v praxi používá k měření jakosti cívek případně k měření kapacity. Tyto přístroje obsahují opět generátor harmonického napětí s nízkou výstupní impedancí, střídavý voltmetr a kvalitní přeladitelný kondenzátor s nízkými ztrátami, s případnou kombinací dalších přepínačem skokově volitelných kapacit.



Obr. 2.26 Rezonanční metoda měření [13]

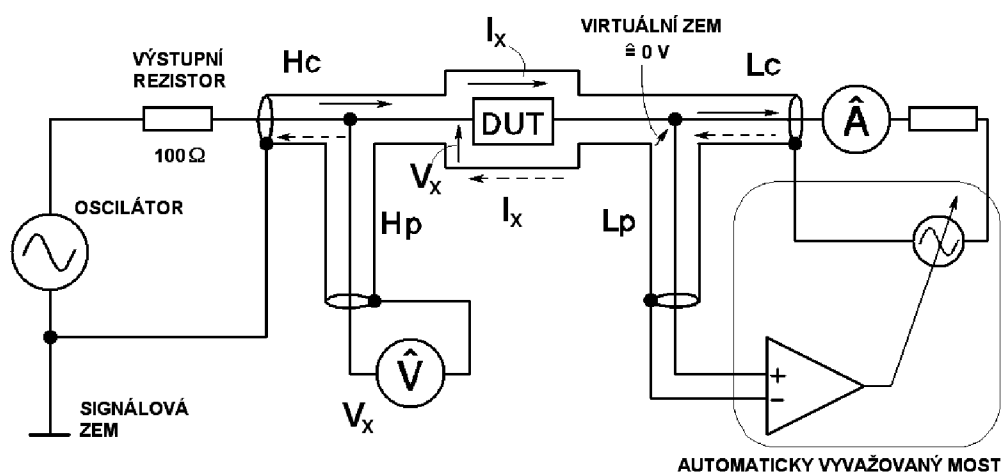
Měření probíhá vždy při dosažení stavu sériové rezonance v měřeném obvodu sestaveném částečně ze zkoumaného prvku a interních komponent přístroje. Při sériové rezonanci (tj. na daném rezonančním kmitočtu) protéká tímto kmitavým obvodem za konstantního napětí generátoru nejvyšší možný proud a výsledná impedance z hlediska napájecích svorek generátoru je nejnižší a odpovídá hodnotě i charakteru činného odporu v daném kmitavém okruhu. Rezonanci obvodu docílíme při daném kmitočtu generátoru a použité reálné cívce vhodným nastavením laditelného kondenzátoru pro nejvyšší detekované napětí na jeho svorkách. Dle definice impedance sériového rezonančního obvodu můžeme snadno usoudit, že stejné napětí jako na svorkách napájecího generátoru bude i na sériovém rezistoru kmitavého obvodu, který je zpravidla tvořen nežádoucím činným odporem připojené reálné cívky; parazitní

svodový činný odpor normálního kondenzátoru v přístroji zanedbáváme, tj. považujeme za dostatečně vysoký. Podílem hodnot napětí měřeného na kapacitě rezonančního obvodu a napětí zdroje za stavu sériové rezonance se určí snadno jakost  $Q$  tohoto obvodu, čímž je v podstatě definována jakost zkoumané reálné cívky za daného kmitočtu. Pro účely dielektrické relaxační spektroskopie je využitelná možnost měřit kapacitu. Protože přeladitelný kondenzátor přístroje obsahuje cejchovanou stupnici v jednotkách kapacity, lze kapacitu měřit metodou rozladění rezonančního obvodu paralelně připojeným kondenzátorem (dielektrikem s elektrodami). Po takovém rozladění a následném donastavení stavu rezonance ladícím kondenzátorem přístroje je zkoumaná kapacita rovna změně nastavovaných kapacit.

### **Automaticky vyvažovaný most přístroje HP4284A**

Posledním uvedeným řešením maximálně vhodným pro měření dielektrické relaxační spektroskopie ve frekvenční oblasti je použití speciálního automaticky vyvažovaného mostu. Toto konkrétní řešení využívá ke své činnosti precizní impedanční měřič (frekvenční analyzátor) HP 4284A dostupný na našem ústavu, vhodný pro rozličná měření impedančních parametrů jak v elektronice tak v oblasti materiálových věd. Pro oblast dielektrických měření dodává výrobce daného analyzátoru řadu příslušenství v podobě elektrodových systémů či materiálových sond a dalšího vybavení.

Jedná se o precizní LCR metr umožňující měřit impedanční parametry zkoumaných dvojpólových prvků v kmitočtovém rozsahu 20 Hz až 1 MHz. Blokové schéma řešení tohoto přístroje je uvedeno na obr. 2.27. Z hlediska základního principu funkce tohoto přístroje můžeme považovat měřící metodu zjednodušeně za voltampérovou, tj. měří se napětí na svorkách vzorku a proud vzorkem včetně jejich fázového posunu ke stanovení komplexní impedance. Ve skutečnosti je situace výrazně složitější, jedná se o automaticky vyvažovaný most, přičemž měřený vzorek (DUT) je připojen čtyřvodičově, aby se potlačil vliv impedance přívodních vodičů v provedení stíněných kabelů.



Obr. 2.27 Automaticky vyvažovaný most HP4284A [14]

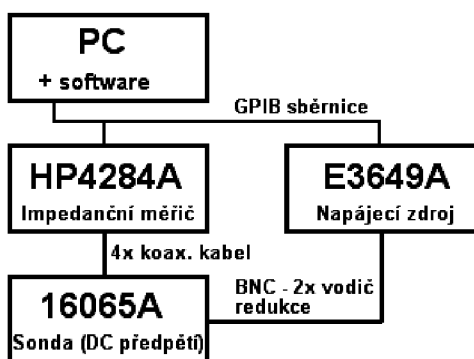
Přístroj obsahuje precizní generátor harmonického napětí s nízkou výstupní impedancí, přičemž skutečnou výstupní impedancí a případnou ochrannou funkci



realizuje ve schématu naznačený výstupní rezistor s hodnotou  $100 \Omega$ ; tento výstup generátoru je přiveden proudovou svorkou na měřený vzorek – jedná se o první vývod s vysokou úrovní signálu „H“. Skutečné napětí generátoru ovlivněné impedancí přívodního proudového vodiče je z tohoto uzlu „H“ vedeno druhým – napěťovým vodičem k elektronickému voltmetru (včetně měřiče fáze); vstupní impedance tohoto měřiče napětí se uvažuje jako zanedbatelně vysoká. Druhý vývod měřeného vzorku tvoří uzel značený „L“ s nízkou úrovní signálu vůči signálové zemi přístroje. Virtuální nula, tedy nulové napětí mezi uzlem „L“ a stíněním vzorku či signálové zemi zajišťuje mostem automaticky vyvažovaná část přístroje, jež je připojena opět odděleným napěťovým a proudovým přívodem. Vyvažovaný most nastaví takové napětí a jeho fázi na pomocném generátoru, aby napětí uzlu „L“ vůči signálové zemi bylo nulové. Protože do vstupu měřicího operačního zesilovače neprotéká (téměř) žádný proud, a napětí uzlu „L“ je zároveň nulové, můžeme snadno tvrdit, že po vyvážení tohoto mostu je proud měřeným vzorkem přesně roven záporně vzatému proudu měřenému naznačeným ampérmetrem (včetně současně měřené fáze).

Samotný analyzátor měří impedanční parametry vzorku střídavým napětím s efektivní hodnotou nastavitelnou v několika krocích řádově od  $100 \text{ mV}$  až po  $2 \text{ V}$  a standardně bez stejnosměrné složky tohoto zkušebního napětí. Přístroj umožňuje svými interními obvody v případě potřeby připojit do měřicího obvodu stejnosměrné předpětí s napětím do  $4 \text{ V}$ . Měření frekvenčním analyzátozem s relativně malým střídavým napětím a současnou stejnosměrnou složkou výsledného zkušebního napětí je výhodné pro určité speciální aplikace [15]. V oblasti dielektrické relaxační spektroskopie nám použití stejnosměrného předpětí umožňuje lépe měřit parametry dielektrik větší tloušťky. Tímto způsobem částečně eliminujeme potřebu generátoru harmonického napětí vysokých hodnot s širokým rozsahem kmitočtů. Frekvenční měření kapacity a ztrátového činitele (za přítomnosti stejnosměrné složky napětí) je také vhodné pro kontrolu běžných pasivních i aktivních obvodových prvků určených přímo k činnosti s požadovaným stejnosměrným napětím na svých svorkách při současném působení střídavé složky signálu v podobě střídavého napětí či proudu. Při použití stejnosměrného předpětí můžeme s výhodou kontrolovat např. parametry kondenzátorů pro speciální aplikace či kapacitních diod (varikapů).

Při požadavku realizace kompletního měření impedančních vlastností zkoumaného vzorku s univerzálnější volbou napětí stejnosměrné složky zkušebního signálu, je možno v ideálním případě použít speciální výrobcem dodávané příslušenství k frekvenčnímu analyzátozem. Takový doplněk kromě precizní funkce z hlediska měření zajistí mimo jiné bezpečný provoz samotného měřidla i v případě jakékoliv poruchy způsobené mimo tento přístroj. Na našem ústavu je k tomuto účelu k dispozici originální zkušební přípravek Agilent 16065A umožňující připojit stejnosměrnou složku signálu až do velikosti  $200 \text{ V}$ . Blokové schéma aparatury zajišťující impedanční měření ve frekvenční oblasti se současně zavedenou stejnosměrnou složkou zkušebního signálu je na následujícím obr. 2.28; konkrétní aparatura byla realizována v rámci řešení grantového projektu FRVŠ 1162/2008/G1.

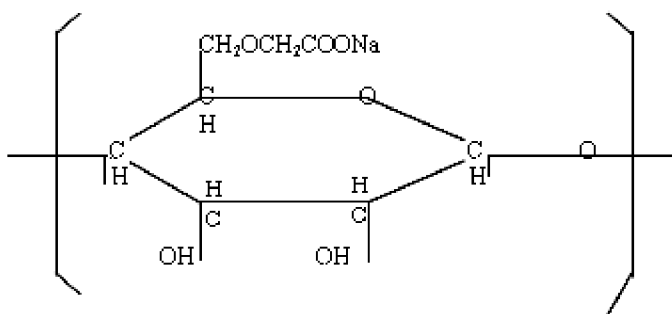


Obr. 2.28 Měřicí pracoviště FDRS s aplikací stejnosměrné složky testovacího signálu

### 2.1.5 Elektrické vlastnosti karboxymethylcelulózy (KMC)

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

Na následujícím obrázku 2.29 je uvedeno chemické schéma monomeru KMC. Opakováním tohoto monomeru vznikne řetězec KMC (resp. sodná sůl) [19]. Molekulová hmotnost námi používaného daného vzorku jako předmětu měření činila  $5,5 \cdot 10^5$ , což odpovídá stupni polymerace cca 2300.



Obr. 2.29 Chemické složení KMC v podobě sodíkové soli [20]

V souvislosti s rozšiřujícím se používáním tohoto materiálu je žádoucí prostudovat jeho elektrické vlastnosti, poněvadž řada užitečných vlastností KMC vyplývá z jejich vlastností elektrických. Jedná se např. o lepivost, která je dána procesy přenosu náboje a elektrickými vazbami na povrchu látky. Jedna z metod umožňující stanovit parametry materiálů je založena na analýze jejich dielektrického spektra. Dielektrické spektrum

poskytuje informaci o pohybu částic vykazujících elektrický náboj nebo elektrický dipólový moment, tj. o změně orientace elektrických dipólů, rotacích hlavního molekulového řetězce a bočních skupin a vodivostních mechanismech.

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

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

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

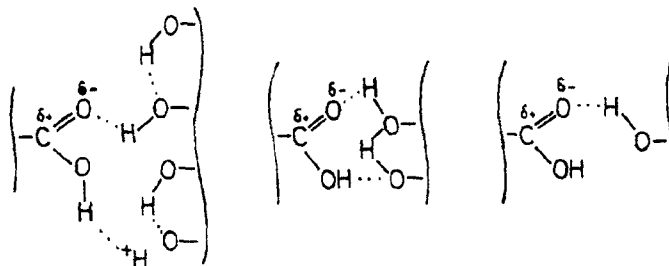
Blanóza je éter celulózy, získaný reakcí celulózy s monochlóroctanem sodným. Reakce se řídí podle požadovaného zastoupení karboxymetylových skupin v molekulovém řetězci. Stupeň substituce určuje další fyzikální i chemické parametry sledovaného produktu, např. viskozitu, rozpustnost, schopnost absorpce vody, biologickou stabilitu aj.

Informace o fyzikálně chemických a elektrických vlastnostech blanózy lze nalézt v řadě publikací, např. [16], [19], [20]. Z hlediska metody dielektrické relaxační spektroskopie patří mezi podstatné vlastnosti především závislost komplexní permitivity na frekvenci a teplotě. Publikace [16], [17], [18] obsahují informace o dielektrickém spektru KMC měřeném metodou DRS v časové oblasti v kmitočtovém rozsahu 4  $\mu\text{Hz}$  – 0,1 Hz. Jednalo se o vzorek KMC – Blanózy (výrobce Herkules) s relativní molekulovou hmotností  $5,5 \cdot 10^5$ . V dielektrickém spektru se v uvedeném kmitočtovém pásmu nevyskytovalo zřetelné relaxační maximum, ale s použitím fitovacích algoritmů byla identifikována dvě relaxační maxima na frekvencích 40  $\mu\text{Hz}$  (odpovídající časovou konstantou 3810 s) a 2  $\mu\text{Hz}$  (odpovídající časové konstantě 68100 s).

Z údajů v literatuře [21] je známo, že KMC je schopna tvořit s dalšími polymerními látkami složité komplexy, jejichž struktura je závislá na koncentraci jednotlivých složek, teplotě a působícím mechanickém napětí. Charakter těchto kompozitních struktur sahá od nehomogenních dvoufázových směsí (emulzí) přes homogenní (jednofázové) směsi až po kvazisloučeniny s vazbami tvořenými vodíkovými můstky, viz obr. 2.30.

Byly publikovány výsledky měření DRS ve frekvenční oblasti na směsích polyvinylalkoholu a derivátů celulózy pro konstantní kmitočet 1 kHz a proměnnou velikost koncentrace obou složek. Pro teplotu 30 °C a koncentraci methylcelulózy blízkou 100 % vykazoval daný materiál ztrátový činitel blízký hodnotě 5 a konduktivitu

o hodnotě blízké  $5 \cdot 10^{-3} \Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$ . Konkrétní údaje o dielektrických vlastnostech v širším intervalu frekvencí však nejsou známy.



Obr. 2.30 Molekulové schéma kompozitních struktur KMC [21]

## 2.2 Měření velmi malých proudů

### 2.2.1 Obecná problematika měření nízkých úrovní elektrických veličin

V elektrotechnické praxi potřebujeme měřit řadu neelektrických i elektrických veličin. V případě fyzikálních veličin neelektrické povahy se měřicí systém pro danou veličinu řeší nejčastěji vhodným převodníkem na snadno měřitelnou veličinu elektrickou. Mezi triviální elektrické veličiny, které požadujeme měřit, patří elektrické napětí, proud a odpor. Pro měření těchto veličin nám slouží běžné analogové i číslicové měřicí přístroje. Za základní univerzální měřicí přístroj z hlediska elektrických měření lze považovat voltmetr v provedení digitálního přístroje, uvážíme-li k tomu současný trend, že je potřeba číslicový měřicí systém ideálně vybavený také datovým komunikačním rozhraním. Vzhledem k požadavku neustálého snižování výrobních nákladů i v segmentu měřicí techniky za současného zvyšování užitné hodnoty se v současné době často vyrábí namísto jednotlivých měřidel pro dílčí elektrické veličiny přístroje multifunkční. Nyní se jedná o univerzální číslicové přístroje - digitální multimetry; tato měřidla obsahují v podstatě kvalitní číslicový voltmetr a řadu převodníků pro převod ostatních elektrických veličin na napětí (obr 2.33). Další možností je připojení kalibrovaných senzorů pro měření neelektrických veličin, přičemž přístroj je zpravidla cejchován přímo v jednotkách měřené neelektrické veličiny. Všechny tyto univerzální číslicové multimetry ovšem umožňují měřit spíše obvyklé úrovně zmíněných elektrických veličin. Rozdíly u multimetrů obvyklého provedení jsou v kvalitě provedení a oblasti využití. Větší možnosti měření i jeho přesnost poskytují zpravidla stolní multimetry pro laboratorní účely, např. [22], ale naopak pro mobilní nasazení jsou výhodné multimetry přenosné s více omezenými možnostmi.

Z obecného pohledu na otázku, co si lze představit pod pojmem nízkourovňové elektrické veličiny, je dobré uvažovat stejnosměrná elektrická napětí, případně proudy velmi nízkých hodnot, jejichž měření již není snadné. Měření nízkých úrovní elektrických veličin máme obvykle na mysli taková měření, pro která už svou citlivostí a přesností nedostačují běžné měřicí přístroje pro měření základních elektrických veličin. K měření zmíněných nízkourovňových veličin potřebujeme obecně speciální

přístroje, jejichž citlivost a rozlišovací schopnost převyšuje tyto parametry u obvyklých přístrojů minimálně o několik řádů. Stanovit zcela přesně, od jaké hranice hodnot elektrických veličin lze považovat jejich měření za nízkourovňová, není jednoznačným způsobem realizovatelné.

Na běžných pracovištích se občas vyskytne potřeba měřit hodnoty nízkých napětí či proudů, a to pouze např. pro veličiny mírně pod úrovní citlivosti běžných multimetrů. Proto řada výrobců nabízí ve svém sortimentu také vylepšené verze univerzálních přístrojů, jež se mohou pochlubit třeba o řád lepší citlivostí než výrobky konkurenční. Pro obdobné účely se vyrábí i řada externích doplňků k běžným multimetrům v podobě nastavitelných zesilovačů s analogovým výstupem, rozšiřujících rozsah standardních měřidel. Cena těchto univerzálních řešení je samozřejmě nižší ve srovnání s pořízením specializovaného přístrojového řešení, ale možnosti jsou z hlediska specifických požadavků nízkourovňových měření omezené. Jako velmi přibližnou informaci lze uvést, že i u nejlevnějších dnes nabízených přenosných multimetrů pro neprofesionální účely bývá k dispozici nejcitlivější rozsah měření stejnosměrného napětí např. 200 mV při vnitřním odporu 1 M $\Omega$  a rozsah stejnosměrného proudu 2 mA, vše s povolenými odchylkami měření řádově kolem 0,5 % z rozsahu a 0,5 % z měřené hodnoty. Technické parametry i kvalita mechanického provedení těchto přístrojů odpovídají ceně a účelu použití. Jako typický příklad levného multimetru diskutovaných parametrů uveďme multimetr typového označení HC-DT860D, který nabízí ve svém sortimentu např. firma GM Electronic [23]; u výrobků této kategorie se ani nepředpokládá provedení pravidelné kalibrace, aby byly udávané chyby měření platné i po uplynutí standardní dvouleté záruční doby.

Za nízkourovňová měření je možno považovat měření stejnosměrných napětí velmi měkkých zdrojů s úrovněmi výrazně nižšími než řádově 200 mV a měření stejnosměrných proudů o mnoho řádů pod úrovní o velikosti asi 2 mA. Jak již z předchozího textu vyplývá, pro nízkourovňová měření elektrických veličin potřebujeme obecně speciální měřicí techniku k tomu určenou. Takovými speciálními přístroji jsou pikoampérmetry a elektrometry, případně velmi precizně provedené externí programovatelné zesilovače nízkourovňových veličin [24].

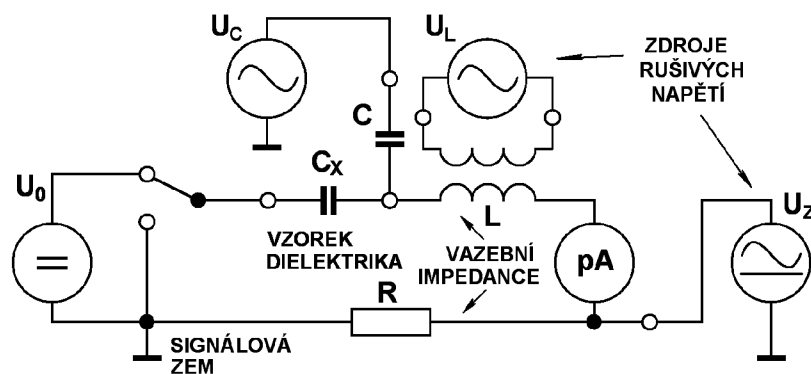
Univerzálními přístroji nízkourovňových měření jsou elektrometry. Používají se zpravidla pro měření velmi malých napětí či proudů. V minulosti, kdy nebyly k dispozici aktivní zesilovací prvky, mohl být elektrometr realizován i jako samotný magnetoelektrický měřicí přístroj speciální konstrukce. Současné elektrometry využívající speciální aktivní polovodičové prvky získaly též podobu přístrojů s více funkcemi; umožňují např. měření odporu a náboje takových úrovní, které jinak než s použitím integrovaného pikoampérmetru měřit prakticky nelze. Jak u běžných měřicích přístrojů, tak i u těch speciálních pro měření nízkourovňová můžeme pozorovat podobný trend. Původní jednocelové přístroje (voltmetr, pikoampérmetr) jsou ve většině případů vyráběny jako součásti přístrojů univerzálních, i když se jedná z funkčního hlediska o doplnění či úpravu hlavního funkčního bloku (tj. jednocelového přístroje) pomocnými obvody.

Z hlediska vnitřního provedení mají současné elektrometry podobnou strukturu jako digitální multimetry; obsahují precizní číslicový voltmetr, na jehož vstup je připojen signál z měřicího vstupního zesilovače speciální konstrukce. Tento zesilovač bývá obvykle konstruován s použitím kvalitního nízkourovňového operačního zesilovače, u něhož způsob zapojení vnějších zpětnovazebních pasivních obvodových prvků

zajišťuje typ převodu vstupní veličiny na napětí a určuje velikost zesílení. Hlavní parametry elektrometru jsou převážně dány kvalitou provedení tohoto vstupního zesilovače.

Samotná problematika nízkourovňových měření z velké části spočívá ve výběru vhodného měřicího přístroje. Neméně důležitou částí však zůstává správná integrace citlivého přístroje (elektrometru) do celého měřicího systému na daném pracovišti. Nízkourovňová měření elektrických veličin jsou charakteristická skutečností, že taková měření silně zatěžuje okolní rušení či šum, který má u takových měření bohužel úroveň relativně nemalé v porovnání s velikostí měřených signálů. Rušivé signály na měřicím pracovišti chápeme z teoretického hlediska jako nežádoucí elektromagnetická pole, způsobená libovolnými zdroji, která mají za následek naindukovaný rušivý signál přičítající se k měřenému signálu. V případě provedení stínění pracoviště běžným způsobem může naindukovaný okolní šum nabývat i úrovní mnohdy srovnatelných s úrovněmi měřeného užitečného signálu, což je nepřijatelné.

Následující obrázek 2.31 ilustruje nejběžnější vazební cesty průniku rušivých signálů do měřeného obvodu. Z hlediska nízkourovňových měření se jedná o speciální případ řešení elektromagnetické kompatibility [25]. Zdroj žádaného signálu v tomto případě reprezentuje nabitý vzorek dielektrika  $C_X$  a pikoampérmetr tvoří řádné uzavření obvodu. Pro jednoduchost považujeme všechny naznačené obvodové prvky ve schématu za ideální. Parazitní vlastnosti samotných propojovacích vodičů jsou dány parazitním činným odporem  $R$  a indukčností  $L$ , která zároveň plní další funkci induktivní vazbou s jinou cívkou. První stejnosměrný napájecí zdroj  $U_0$  je poslední řádnou komponentou měřicího obvodu určený pro nabíjení vzorku dielektrika.



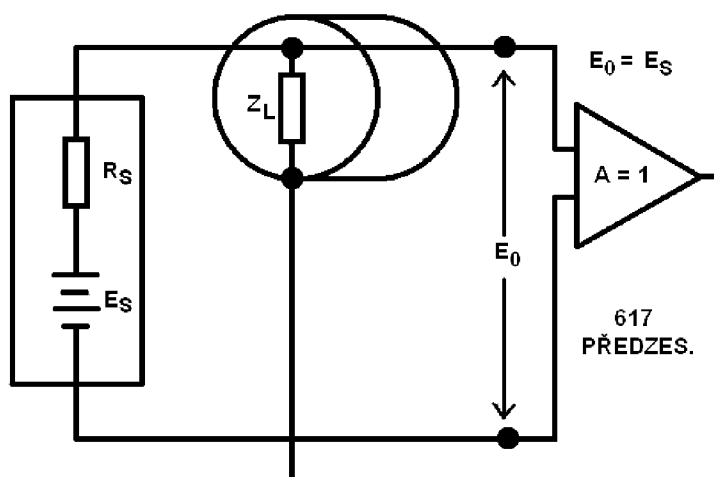
Obr. 2.31 Znázornění parazitních vazeb rušivých signálů do měřeného obvodu TDRS

Důsledky působení celkem čtyř možných typů rušení vyjadřují svými příspěvky rušivá napětí reprezentována ve schématu třemi napěťovými zdroji. Průnik nežádoucího signálu galvanickou vazbou, tedy takovým způsobem, kdy jsou řádný obvod se zdrojem rušení propojeny přímo vodiči, modeluje zdroj rušivého napětí  $U_Z$ . Může být tvořen i zemní smyčkou při nevhodné konfiguraci přístrojů a napájecích zdrojů. Vzhledem k případnému vzniku termoelektrických napětí obvodu v místech galvanického propojení se předpokládá, že tento zdroj může být střídavým zdrojem s obsaženou stejnosměrnou složkou napětí; pro citlivá stejnosměrná měření je obojí často přítomným nežádoucím efektem. Další mechanismus průniku rušivých signálů je vazba kapacitní vazbou, ve schématu tvořena prvky  $U_C$  a  $C$ . Vliv teoreticky může mít i skoková změna stejnosměrného napětí pronikající kapacitní vazbou, ale předpokládáme pouze střídavé

napětí zdroje  $U_C$  a parazitní přenosovou kapacitu  $C$  výrazně menší než měřenou kapacitu  $C_X$ . Poslední naznačenou vazbou ve schématu je vazba magnetickým polem prostřednictvím vzájemné indukčnosti mezi zdrojem  $U_L$  a vazebním transformátorem se sekundární indukčností  $L$ . Teoreticky čtvrtý vazební mechanismus rušivých signálů je vazba elektromagnetickým vyzařováním a může být z hlediska představy orientačně naznačena ve schématu současným působením zdrojů rušení  $U_C$  a  $U_L$ . Konkrétní přesné řešení parazitních vazeb vyzařováním však již zasahuje do teorie antén.

Vazba vyzařováním elektromagnetických vln (a jejich následným příjmem) není v oblasti stejnosměrných měření s použitím polovodičových zesilovačů zcela nejkritičtější. U stejnosměrných zesilovačů ale může dojít k parazitnímu usměrnění obsaženého rušivého střídavého signálu nelinearitou polovodičového prvku vstupního zesilovače, což se v konečném důsledku projeví vzniklou chybovou hodnotou stejnosměrného napětí na výstupu, jíž zpravidla nelze snadno identifikovat. Citlivost však s rostoucím kmitočtem klesá a u nízkých kmitočtů bývá možnost nechtěného přenosu vyzařováním taktéž menší. Vazba elektromagnetickým polem u stejnosměrných měřicích metod připadá v úvahu v blízkosti silnoproudých zařízení značného výkonu, uvažujeme-li nízkofrekvenční kmitočty asi do desítek kHz a nebo teoreticky v blízkosti vysílačů velkého výkonu.

Jak z výše uvedeného vyplývá, jeden z největších problémů nízkourovňových měření tvoří problematika potlačení indukovaných rušivých signálů přítomných na pracovišti vhodně provedeným stínícím systémem [26]. U nízkourovňových měření napětí se často používá systém dvojího stínění, využívající tzv. aktivní stínění (obr. 2.32). K připojení měřeného obvodu k elektrometru se používá odpovídající koaxiální kabel s dvojím stíněním, vyrobený z kvalitního dielektrika.



Obr. 2.32 Aktivní stínění [26]

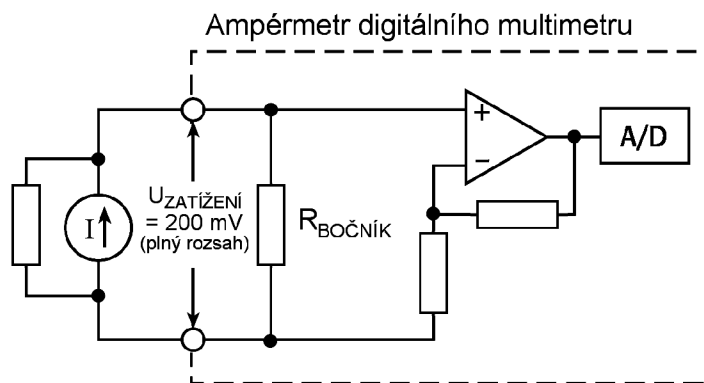
Při použití aktivního stínění jsou dobře potlačeny ztráty signálu či jiné ovlivnění signálu mezi živým signálovým vodičem a jeho okolím, původně tvořeným dielektrikem a standardním stíněním. U aktivního stínění je živý signálový vodič chráněn prvním stíněním; na toto stínění je v podstatě přivedena „kopie“ měřeného signálu prostřednictvím oddělovacího zesilovače s jednotkovým napětíovým ziskem. Zmíněný oddělovací zesilovač zde pracuje jako impedanční převodník s vysokou vstupní impedancí a nízkou impedancí výstupní; užitečný signál připojený na vnitřní vodič

koaxiálního kabelu teoreticky nebude ovlivněn rušivými signály zvnějšku, ani vstupem zesilovače. Vnější stínění koaxiálního signálu bývá připojeno obvykle na signálovou zem. Používaný stínící systém musí být v součinnosti s propojováním částí pracoviště navržen tak, aby byly dodrženy i zásady potlačení rušivých signálů vzniklých zemními smyčkami či termoelektrickými napětími obvodu.

## 2.2.2 Problematika měření velmi malých proudů

Problematika měření velmi malých proudů bude rozebrána podrobněji, neboť tento typ měření v podobě zkoumání vybíjecích proudů dielektrik je předmětem této práce. Jak již vyplývá z výše uvedených informací v předchozí kapitole, pro precizní měření elektrického proudu velmi nízkých hodnot potřebujeme odpovídající měřicí techniku, ideálně pikoampérmetr či elektrometr.

Nejprve bude pro úplnost rozebrán popis obvodového řešení standardního multimetru. Na jeho příkladě se ukáže, proč jsou tyto přístroje nevhodné pro měření nízkourovňová na rozdíl od elektrometrů nebo dalších k tomu určených speciálních měřicích přístrojů. Na obr. 2.33 je formou blokového schématu znázorněno typické obvodové řešení běžného multimetru v režimu měření stejnosměrného proudu. Univerzální multimetry měří elektrický proud pomocí rezistoru v sérii - bočníku; měření proudu je tedy jednoduše převedeno na měření úbytku napětí na bočníku. Z důvodu únosné výkonové ztráty na rezistoru bočníku, ale i z hlediska zatížení měřeného obvodu bývá měřicí rozsah proudu nastavován přepínáním odporu bočníku mechanickým kontaktem. Zbytek blokového schématu tvoří v podstatě běžný číslicový voltmetr.



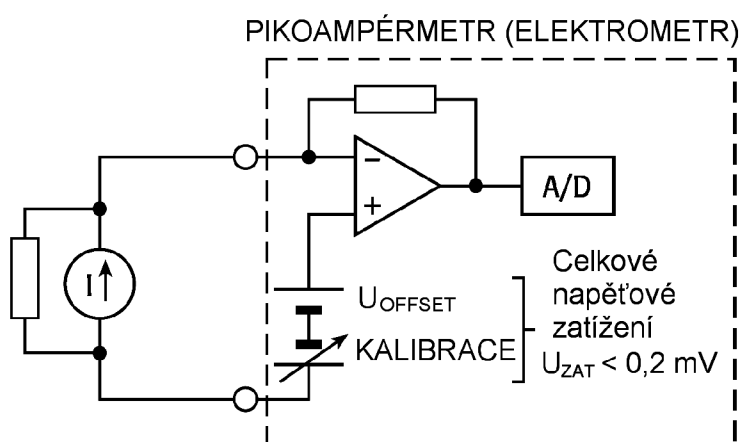
Obr. 2.33 Ampérmetr běžného digitálního multimetru [26]

Nevýhodou běžného multimetru v režimu měření proudu pro citlivá měření je tedy relativně velký úbytek napětí na svorkách tohoto typu ampérmetru, odpovídající nejcitlivějšímu měřicímu rozsahu napětí vestavěného voltmetru. Kromě této výrazné nevýhody z pozadí vystupuje ještě druhá významná potíž v podobě minimálního možného rozsahu měření proudu, který je ovlivněn konečnou hodnotou vnitřního odporu voltmetru běžného provedení připojeného paralelně k bočníku. Odpor bočníku tedy nelze dle potřeby navyšovat libovolně.

Všechny uvedené nevýhody v případě měření velmi nízkých proudů odstraňuje obvodové řešení elektrometrů (pikoampérmetrů), viz blokové schéma na obr. 2.34. Vstupní měřicí obvod je tvořen speciálním nízkoušumovým operačním zesilovačem;



tento pracuje jako analogový převodník vstupního proudu na napětí s teoreticky nulovým úbytkem napětí na vstupních svorkách. Poněvadž se jedná o citlivá stejnosměrná měření, musí být u tohoto typu měřicího obvodu dokonale vyřešeno nastavení nuly přístroje, což je realizováno potlačením napěťové nesymetrie vstupů měřicího přístrojového operačního zesilovače. Výsledné řešení tedy umožňuje velmi přesné měření malých stejnosměrných proudů; v takových případech však musí být přístroj dle doporučení výrobce před provedením měření řádně zkalibrován. To se v případě elektrometrů provádí interními obvody přístroje; na vstup se připojí „obvod“ produkující nulový vstupní proud a zkoumá se stav na výstupu - údaj reprodukováný přístrojem. Případná část chyby vznikající i po kalibraci vstupu měřicího zesilovače pomocným zdrojem napětí se odečte jako konstantní chybová hodnota až po analogově-čísllicovém převodu, kdy je možné zbytek těchto potíží řešit číslicovým zpracováním naměřené hodnoty.



Obr. 2.34 Pikoampérmetr [26]

### 2.2.3 Rušivé vlivy při měření nízkých úrovní elektrických veličin

Jak bylo uvedeno dříve, parametry celého měřicího systému zpracovávajícího nízké úrovně elektrických proudů jsou mimo vlastnosti měřicí techniky dále nepřímo určeny některými rušivými vlivy konkrétního měřicího pracoviště. Uveďme nyní proto seznam typických rušivých vlivů, jež nedílně doprovázejí nízkourovňová měření elektrických veličin.

Klasifikace rušivých vlivů při nízkourovňových měřeních:

- rušivá elektromagnetická pole
- vliv zemních smyček
- vliv elektrorozvodné sítě (230V, 50Hz)
- termoelektrická napětí
- triboelektrický jev
- chemické vlivy prostředí

Vlastnosti systému ovlivníme správným provedením stínění a vhodným způsobem připojením elektrometru do obvodu. Z hlediska vlivu rušivých magnetických polí nesmí propojovací vodiče tvořit proudovou smyčku se zbytečně velkou plochou; při uvážení samotných elektrických polí musí být systém patřičně stíněn. Při nízkourovňových stejnosměrných měřeních elektrických proudů způsobuje největší rušení zřejmě energetická elektrorozvodná síť nízkého napětí (230V, 50 Hz) a způsob jejího zatěžování i v relativně vzdáleném okolí od měřicího pracoviště. Ideálním řešením by byla oddělená chráněná elektrická síť, z níž by se napájely veškeré přístroje měřicího pracoviště.

Připojení k měřenému obvodu se u těchto měření realizuje dle doporučení kvalitním stíněným kabelem. V případě použití univerzálního elektrometru vybaveného dvojitě stíněným koaxiálním kabelem se ve srovnání s napěťovým měřením nepoužívá při měření proudu princip aktivního stínění; druhé stínění speciálního dvojitě stíněného kabelu není obvykle při proudových měřeních využito [27].

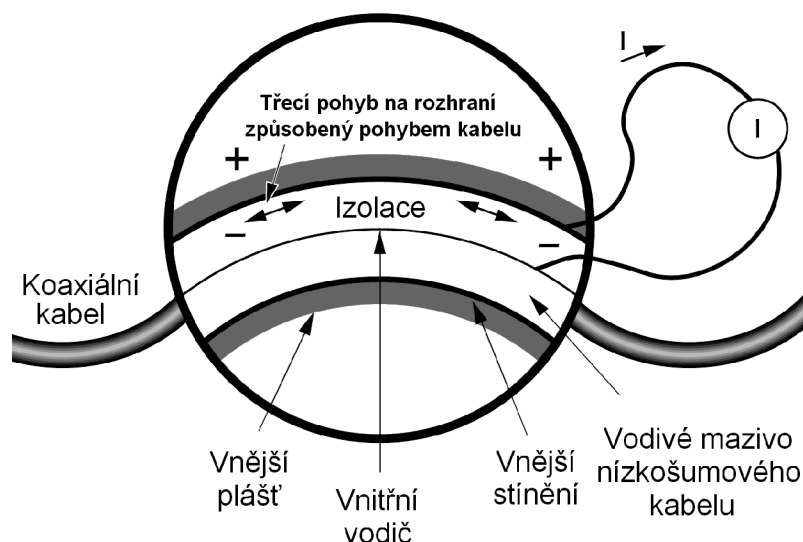
Mezi poslední typy rušivých signálů či nežádoucích efektů patří termoelektrická napětí, triboelektrický jev a případné znečištění či vlhkost v měřeném systému.

Termoelektrická napětí jsou způsobena teplotními rozdíly mezi spoji vodičů z různých materiálů. Při měření nízkých proudů se termoelektrická napětí mohou projevit jako aditivní složka k vlastnímu průběhu měřeného proudu; hodnoty indikované na přístroji už v sobě tuto složku zahrnují [26]. Pro minimalizaci termoelektrických napětí v obvodu se doporučuje, aby veškeré vodiče obvodu byly ze stejného materiálu. Obdobně platí, že případné teplotní rozdíly měřeného obvodu musí být minimalizovány.

Příčinou triboelektrického jevu je nábojová nerovnováha způsobená mechanickým třením mezi vodičem a izolantem. Výsledkem jevu je generace elektrostatického náboje, resp. elektrostatického pole mezi rozdílnými materiály s důsledkem naindukovaného rušivého elektrického napětí. Tento efekt pozorujeme u propojovacích stíněných vodičů z běžného dielektrika, pokud jsou vystaveny mechanickému namáhání a pokud takovým kabelem připojujeme vstup pikoampérmetru. Na obr. 2.35 je naznačen mechanismus vzniku triboelektrického jevu, včetně snahy o jeho maximální potlačení, jaké se používá u nízkošumových kabelů firmy Keithley [26].

Mechanické namáhání stíněného kabelu způsobuje vynucený pohyb vnitřní izolace kabelu vůči vnějšímu stínění a zvýšení tlaku uvnitř kabelu. Vzájemný mechanický pohyb dvou vrstev kabelu je doprovázen třením. Dodaná mechanická práce iniciuje odtržení elektrických nábojů v rámci jednoho či druhého materiálu a poté i jejich přesuny na delší vzdálenosti mezi oběma materiály v rámci daného rozhraní. Konečným důsledkem je vznik elektrostatického pole, které se v případě stíněného kabelu projevuje jako rušivě generované elektrické napětí na jeho konci.

U speciálních nízkošumových kabelů je vnitřní polyetylenové dielektrikum doplněno vodivým grafitovým mazivem, uprostřed něhož vede původní vnitřní vodič stíněného kabelu. Vodivé mazivo snižuje tření a vyrovnává náboje. Generované náboje, jež způsobují další rušivé proudy, jsou tedy potlačeny.



Obr. 2.35 Triboelektrický jev [26]

Nežádoucím efektem, podobným triboelektrickému jevu, jsou piezoelektrické proudy, které vznikají v důsledku mechanických napětí v pevných krystalických materiálech použitých pro izolování vývodů nebo např. jako izolační prvek u propojovacích konektorů. Dalšími zmíněnými rušivými vlivy jsou případná znečištění a vlhkost izolačních materiálů. Tyto jevy vyplývají z jevů elektrochemických; mohou mít za následek vznik slabého parazitního elektrochemického článku, který dokáže generovat poruchový elektrický proud mezi odizolovanými vodivými vývody [26].

### 2.3 Číslicová filtrace měřeného signálu

V předcházejících částech této práce jsme se teoreticky zabývali podobou měřicího pracoviště včetně požadavků k zajištění co nejlepší možné odolnosti vůči indukovanému rušení a šumu. Protože výsledkem reálného měření bude vždy získaný signál s konečným poměrem signálu k šumu, je snahou následujícího zpracování signálu potlačení šumu, a to ještě před jeho transformací do frekvenční oblasti ke stanovení průběhu komplexní permitivity. V této kapitole budou teoreticky rozebrány základní metody číslicové filtrace diskretních signálů.

Dříve, než přistoupíme k popisu těchto základních typů číslicových filtrů, musíme zvážit, jakou povahu z hlediska časového průběhu mají obecně rušivé signály, které potřebujeme potlačit. Skutečný signál získaný měřením si můžeme představit jako součet signálu žádaného a signálu náhodného zastupující právě nežádoucí složku výsledného signálu. Pro metodiku zpracování takto vzniklého signálu předpokládáme, že signál nebyl zkreslen účinky nelineárních elektronických obvodů.

Z hlediska teorie by byl nejpříjemnějším rušivým signálem periodický signál, jehož spektrum by kmitočtově příliš nepřekrývalo spektrum užitečného měřeného

signálu. V ideálním případě by tyto signály vykazovaly zcela vzájemně se vylučující frekvenční pásma včetně požadavku únosných úrovní užitečného a rušivého signálu. V takovém případě by pro potlačení šumu signálu postačovalo použít standardní analogové filtry typu pásmová zadrž nebo jejich číslicové realizace.

Už u tohoto jednoduchého případu můžeme konstatovat, že i v oblasti dielektrických měření v časové oblasti může mít velký význam nasazení číslicového zpracování signálu. Potřebná kmitočtová pásma použitých filtrů v souladu s měřenými signály jsou v této oblasti relativně velmi nízká, což by v případě analogových filtrů na bázi LC obvodů vedlo k prakticky nerealizovatelné podobě vzhledem k dosažitelným hodnotám vyráběných pasivních obvodových prvků. Pokud uvážíme naprosto elementární případ pasivní dolní propusti 1. řádu realizovanou jako integrační článek RC s mezním kmitočtem  $10^{-2}$  Hz, tak časová konstanta R.C je určena převrácenou hodnotou úhlového mezního kmitočtu, tj. asi 16 s; již z této hodnoty vyplývají extrémně nepříznivé požadované hodnoty (odporu, kapacity) pasivních obvodových prvků; při nutnosti nepřilíš vysoké hodnoty odporu rezistoru R např. v relacích kolem 100 kΩ vychází požadovaná kapacita kondenzátoru v bipolárním provedení více než 100 μF. Potřeba kondenzátorů (nikoliv elektrolytických) s vysokou hodnotou kapacity řádově větší než desítky μF je pro aplikaci v signálových obvodech v podstatě neřešitelný realizační problém, kromě pořizovacích nákladů především z důvodu mechanických rozměrů a přesnosti i stability parametrů takových obvodových prvků.

V reálných případech mají bohužel aditivní rušivé signály kmitočtový průběh zpravidla plně překrývající signál žádaný a zároveň jsou tyto signály z hlediska popisu náhodným procesem, který obvykle nelze definovat jinak než statistickými parametry. Pro měření vybíjecích proudů dielektrik v časové oblasti je typické, že počáteční relativně vysoké hodnoty měřených proudů odpovídají po transformaci těm nejvyšším frekvencím. Tato skutečnost v případě libovolného měření v časové oblasti obecně neplatí, neboť kmitočtové spektrum a energie jiných typů signálů mohou být v čase rozloženy odlišným způsobem než právě u vybíjecích proudů dielektrik. Zůstaneme-li u měření dielektrik v časové oblasti, shledáme, že z hlediska relativní míry šumu bývá nejlepší poměr signálu k šumu na počátku měření. Po transformaci do oblasti frekvenční obdržíme průběh s nejvyšším poměrem signálu k šumu na horním okraji kmitočtového pásma, na rozdíl od měření ve frekvenční oblasti, které zpravidla měří na horním konci kmitočtového pásma s větší nejistotou měření. U střídavých měření obecně je nejistota výsledku ovlivněna parametry obvodů pro měření střídavých signálů s velkým kmitočtovým rozsahem, především střídavých zesilovačů a generátorů zkušebního harmonického signálu.

### 2.3.1 Lineární číslicová filtrace

Tato kapitola pojednává o základní koncepci číslicových filtrů realizujících lineární číslicovou filtraci, které tvoří protějšek k filtrům analogovým. Jak již bylo uvedeno, filtraci obvykle považujeme za zpracování signálu, jež nám umožní selekci určitých složek ze směsi více signálů a zároveň potlačení složek jiných. Obecně lze filtraci definovat jako úpravu signálu s možnostmi měnit vlastnosti jednotlivých složek, jednak tedy podíl jednotlivých složek na výstupu filtru a také vzájemné časové relace těchto složek.

Základním způsobem vyšetřování vlastností filtrů bývá sledování parametrů ve frekvenční oblasti. Vstupující signál zde považujeme za součet dílčích harmonických složek; každá z těchto složek je vyjádřena velikostí v podobě amplitudy a vzájemným časovým posunem zadaným zpravidla jako počáteční fáze. Chování filtrujícího systému vlastně popisujeme jako soubor frekvenčních charakteristik - amplitudových a fázových parametrů závislých na kmitočtu a určujících, jak budou jednotlivé harmonické složky vstupního signálu upraveny [28], [29].

Jako vstupní číslicový signál uvažujeme standardním způsobem převedený analogový signál. Tento signál musí být získán s pomocí analogově digitálního převodníku při splnění vzorkovacího teorému, aby tímto procesem nedošlo k celkovému nevratnému znehodnocení původního signálu. Z praktického hlediska předpokládejme naměřené hodnoty dodávané s konstantním časovým intervalem nějakým číslicovým měřicím přístrojem přes datovou sběrnici do řídicího počítače; uvažovaný přístroj již obsahuje ošetření analogového vstupu antialiasingový filtrem typu dolní propust s dostatečnou strmostí pro zamezení výše uvedeného nevratného poškození digitalizovaného signálu. Vstupní signál tedy bude tvořen posloupností reálných čísel, tj. vzorků původního analogového signálu s diskretním časem:

$$X(n) = x_n = x(nT) , \quad (37)$$

kde  $n$  je číslo vzorku v časové posloupnosti,  $T$  vzorkovací perioda (interval). Pro vzorkovací kmitočet  $f_{VZ}$ , resp. vzorkovací periodu převedeného signálu musí být v praxi s dostatečnou rezervou splněn obecně známý vzorkovací teorém:

$$f_{VZ} = \frac{1}{T} \geq 2 \cdot f_{MAX} , \quad (38)$$

kde  $f_{MAX}$  udává maximální možný kmitočet vstupního analogového signálu pro analogově číslicový převod. U tohoto standardního způsobu převodu analogového signálu na signál číslicový platí, že signál může obsahovat spojitě kmitočtové spektrum v intervalu frekvencí  $0 - f_{MAX}$ , tj. jedná se obecně o signál známého maximálního kmitočtu, s možnou stejnosměrnou složkou.

Dalším parametrem z praktického hlediska, kterým se zabývat nebudeme, je počet kvantizačních úrovní analogově číslicového převodníku, neboli bitové rozlišení tohoto převodníku určující kvantizační zkreslení konvertovaného signálu v amplitudové oblasti. V případě uvažovaného nízkourovňového měření bývá signál získán měřicí technikou s kvalitním vstupním zesilovačem a A/D převodníkem s velmi dobrým bitovým rozlišením k danému použití. Pro představu uveďme, že stolní precizní multimetr Agilent 34401A obsahuje 21-bitový A/D převodník [22] a elektrometry s kvalitou měřicích převodníků umístěných za speciálními zesilovači vstupních veličin na tom nebudou výrazně hůře. U elektrometrů jakožto přístrojů pro nízkourovňová měření může být vzorkovací rychlost i bitové rozlišení A/D převodníku nepatrně nižší ve srovnání s precizními multimetry, vzhledem ke specifickým potřebám kvalitně zesílit velmi slabé signály, neboť šumové parametry i rychlost takových zesilovačů jsou technologicky omezeny. Kvantizační úrovně resp. případný šum vzniklý A/D převodem jsou v reálných případech v relativní míře zpravidla mnohonásobně pod úrovní šumu obsaženého ve vstupním analogovém signálu.

Požadavky na parametry číslicových filtrů v podstatě vycházejí ze známých vlastností číslicového (diskretního) signálu dle platnosti vzorkovacího teorému. Vstupní signál číslicového filtru, jenž je tvořen navzorkovaným analogovým signálem,

má periodické spektrum s periodou rovnou polovině vzorkovacího kmitočtu. Požadavkům kmitočtového rozsahu vstupního signálu a důsledkům periodizace spektra signálu musí vyhovovat i parametry signálu vystupujícího z číslicového filtru. Z uvedeného vyplývá, že pro zajištění bezpečného číslicového zpracování signálů v reálných podmínkách musí být vzorkovací kmitočet systému s dostatečnou rezervou vyšší nad hodnotu danou vzorkovacím teorémem a uvažovaný číslicový filtr by v okolí poloviny vzorkovací frekvence měl zajišťovat již jen útlum vysokých hodnot. Poslední poznámka se týká především číslicových realizací filtrů typu horní propust a pásmová zadrž; tyto filtry by teoreticky měly s rostoucím kmitočtem zajišťovat minimální útlum, přičemž takový požadavek nelze v širokých mezích u číslicových systémů zajistit právě z důvodu blízkosti horní meze zpracovávaného pásma číslicovým systémem v podobě poloviny vzorkovacího kmitočtu. Uvedené typy filtrů musí pracovat se vzorkovací frekvencí navýšenou o dostatečnou rezervu a případná oblast přenosu působící polohou na frekvenční ose v blízkosti nově situované poloviny vzorkovacího kmitočtu musí být uměle potlačena, a to strmým poklesem přenosu filtru do oblasti útlumu s mezerou od zmíněného kmitočtu.

Pokusme se nyní přiblížit lineární číslicovou filtraci. Lineární číslicová filtrace tvoří skupinu nástrojů pracujících v diskrétní oblasti, která umožňuje vykonávat základní operace se vstupním diskrétním signálem. Tento typ filtrů dokáže nahradit většinu standardních typů analogových filtrů realizovaných pasivními obvodovými prvky. Obdobně jako u analogových filtrů, tak i u filtrů číslicových přetrvávají známé požadavky na jejich parametry. V amplitudové oblasti požadujeme minimální zaručenou strmost frekvenční charakteristiky filtru mezi oblastmi přenosu a útlumu, obdobně s tímto požadavkem očekáváme definované úrovně přenosu v oblastech kmitočtů přenosu a útlumu filtru, ideálně jednotkový nebo nulový přenos. Dosažené strmosti frekvenční amplitudové charakteristiky u realizovaných filtrů dle stupně složitosti jejich provedení jsou jedním z měřítek kvality filtru. Jako další ekvivalentní parametr požadujeme lineární (frekvenční) fázovou charakteristiku filtru; tímto se zajistí konstantní časové zpoždění výstupního signálu vůči vstupnímu nezávisle na rozložení jeho kmitočtového spektra. Lineárními číslicovými filtry realizujeme ve většině případů náhradu lineárních časově invariantních analogových filtrů. Parametry těchto filtrů lze rovnocenně definovat v časové oblasti nebo frekvenční oblasti resp. jejím vyjádřením v komplexní rovině.

Lineární číslicové filtry dělíme podle různých kritérií. Podle způsobu realizace rozlišujeme filtry rekurzivní (zpětnovazební) a nerekurzivní, dle průběhu impulsní charakteristiky na filtry s konečnou (FIR) a nekonečnou impulsní odezvou (IIR). Podle setrvačnosti lze definovat filtry bez paměti a s pamětí dle kritéria, zda obsahují zpožďovací členy. Lineární číslicové filtry patří mezi lineární diskrétní systémy, splňují tedy princip superpozice:

$$G\left(\sum_i a_i \cdot x_i(n.T)\right) = \sum_i a_i \cdot G(x_i(n.T)), \quad (39)$$

kde  $G$  značí operátor či funkci realizovanou systémem,  $a_i$  váhové koeficienty. Naznačený princip znamená, že reakce systému na součet vstupních signálů je rovna součtu reakcí systému na dílčí vstupní signály, působící samostatně. Veškeré veličiny lineárního systému jsou navzájem lineárně závislé.

Obdobně jako u systémů analogových lze diskretní systém (filtr) popsat na základě chování systému navenek z pohledu vstupních a výstupních svorek, přičemž konkrétní způsob realizace vnitřního systému z hlediska tohoto popisu není rozhodující. Analogový systém by dle těchto úvah popisovala diferenciální rovnice. Diskretní lineární (časově invariantní) systém obecně popisuje diferenční rovnice  $m$ -tého řádu:

$$y_n = \sum_{i=0}^r L_i \cdot x_{n-i} - \sum_{i=1}^m K_i \cdot y_{n-i} , \quad (40)$$

kde  $x_n$ ,  $y_n$  tvoří vstupní a výstupní veličinu systému – jejich diskretní posloupnost,  $L_i$ ,  $K_i$  koeficienty diferenční rovnice, jimiž jsou určeny parametry systému (filtru). Tento typ popisu systému z pohledu vnějších svorek bude zřejmě vhodným pro účely triviálních nasazení základních typů lineárních filtrů. Univerzálnějším způsobem popisu lineárních systémů by byl stavový popis. Ten jednoznačně definuje hodnoty signálu v průběhu zpracování v určených vnitřních bodech systému a dokáže globálně pracovat s vektorovými vstupy a výstupy, což je mimo jiné výhodné pro vícerozměrné signály; pro účely zpracování jednorozměrného signálu vybíjecího proudu dielektrik se budeme držet původního vstupně-výstupního popisu. Diferenční rovnice (40) platí v obecném měřítku pro rekurzivní i nerekurzivní systémy, vliv zpětné vazby zde zahrnuje druhý součet vzorce s lineárními kombinacemi různě zpožděných stavů výstupu  $y_{n-i}$ .

Časově zpožděný diskretní signál, který obdržíme z praktického hlediska průchodem zpožďovacím registrem, potřebujeme definovat vhodným matematickým popisem. Podobně jako u analogových systémů, kde se používal matematický popis využívající Laplaceovu transformaci, u systémů diskretních zajišťuje ekvivalentní popis aplikace  $Z$ -transformace.  $Z$ -transformace vstupního diskretního signálu daného posloupností  $\{x_n\}$  do oblasti „ $Z$ “ je dána vztahem:

$$\mathbf{Z}\{x_n\} = x(z) = \sum_{n=0}^{\infty} x_n \cdot z^{-n} , \quad (41)$$

kde  $z$  je komplexní proměnná. Pro naši potřebu uvedme, že časové zpoždění diskretního signálu znamená v oblasti „ $Z$ “ vynásobení transformovaného vstupního signálu  $x(z)$  operátorem  $z^{-k}$  následovně:

$$\mathbf{Z}\{x_{n-k}\} = z^{-k} \cdot \mathbf{Z}\{x_n\} = z^{-k} \cdot x(z) , \quad (42)$$

kde koeficient  $k$  nyní označuje počet vzorků resp. dobu v násobcích vzorkovací periody diskretního signálu, o kterou má být posloupnost vzorků signálu zpožděna. Zjednodušený vztah (42) platí pro kauzální posloupnost vzorků na vstupu systému, tj. takové posloupnosti, jejichž členy pro záporné časy  $n.T$  jsou nulové.

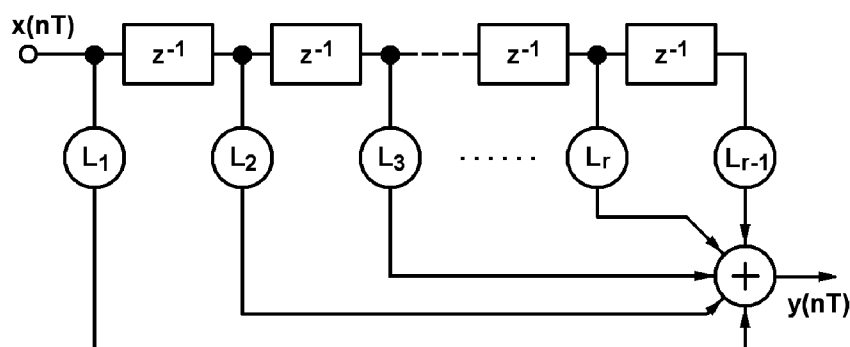
Uvedme nyní dva základní typy lineárních filtračních systémů a jejich vlastnosti odlišené dle vnitřní struktury systému.

### *Nerekurzivní filtry*

Jak bylo uvedeno dříve, nerekurzivní systémy (filtry) neobsahují v realizované vnitřní struktuře zpětnovazební členy, které by odebíraly signál z výstupu a upravený jej vnášely aditivně zpět na vstup nebo kamkoli do vnitřní struktury systému. Z hlediska vnějšího popisu systému tvoří zpětnovazební prvky v číslicovém systému obdobnou úlohu, jako u systémů analogových. Zásadním rozdílem však je, že u systémů analogových s aktivními obvodovými prvky bývá obvykle záporná zpětná vazba jediným možným východiskem, jak dlouhodobě zajistit požadované parametry systému, na rozdíl od systémů číslicových, kde časová stabilita nehraje žádnou roli neboť parametry jsou pevně dány v sestaveném algoritmu (programu). Nerekurzivní filtry případně číslicové systémy tohoto typu jsou tedy systémy bez zavedených zpětných vazeb, které oproti analogovým systémům (především těm s aktivními prvky) umožňují dosáhnout časově stálé parametry. Diferenční rovnice (41) má u takových systémů koeficienty zpětnovazebních členů nulové a původní rovnice přechází do tvaru:

$$y_n = \sum_{i=0}^r L_i \cdot x_{n-i} \quad (43)$$

Uvedená diferenční rovnice popisující nerekurzivní systém je definována jako konvoluce (vstupního signálu a impulsní charakteristiky) s konečným počtem prvků. Přímá realizace tohoto typu systému (filtru) vychází z diferenční rovnice, viz obr. 2.36.



Obr. 2.36 Přímá realizace nerekurzivního systému [28]

Zpožďovací registry zajišťující zpoždění o jeden vzorek posloupnosti, resp. o dobu jedné vzorkovací periody jsou ve schématu značeny jako bloky s vlastním přenosem  $z^{-1}$  v oblasti „Z“; ostatní prvky zajišťují násobení různě zpožděných stavů vstupního signálu s koeficienty diferenciální rovnice a výsledný součet těchto dílčích součinů pro každý vzorkovací krok uvažovaného systému.

Přenos uvažovaného diskrétního systému ve frekvenční oblasti lze obdobně jako u analogových systémů vyjádřit použitím vhodné početní transformace aplikované na časové závislosti vstupního a výstupního signálu. U systémů diskrétních se jedná o speciální případ výše zmíněné Z-transformace.



Obrazový přenos (přenosová funkce) při nulových počátečních podmínkách a při zanedbání přechodových dějů systému se definuje:

$$H(z) = \frac{y(z)}{x(z)} = \mathbf{Z}\{h_n\} \quad , \quad (44)$$

kde  $h_n$  je impulsní charakteristika diskrétního systému. Dříve uvedeným důsledkem tohoto vztahu pro časovou oblast je ekvivalentní tvrzení, že výstupní signál číslicového signálu je dán konvolucí vstupního signálu s impulsní charakteristikou systému:

$$y_n = \mathbf{Z}^{-1}\{H(z).x(z)\} = \sum_{i=0}^r h_i . x_{n-i} = h_n * x_n \quad . \quad (45)$$

Přenos systému jako funkce kmitočtu pro případ harmonického vstupního signálu a dalších zjednodušujících podmínek získáme substitucí  $z = e^{j.\omega T}$  a vyjádřením obrazového přenosu:

$$\hat{G}(\omega) = H(e^{j.\omega T}) \quad , \quad (46)$$

kde  $\omega$  je skutečný úhlový kmitočet vstupního harmonického signálu,  $T$  je dříve zavedená vzorkovací perioda diskrétního systému. Při výpočtech se zpravidla užije exponenciální vyjádření harmonického signálu  $\cos(\omega.n.T) = \frac{1}{2}(e^{j.\omega.N.T} + e^{-j.\omega.N.T})$ , což usnadní matematické operace; záporný kmitočet vystupující v substituci nemá fyzikální význam. Zjednodušené podání obecných vztahů platných nejen pro nerekurzivní systémy se týká skutečnosti, že předpokládáme ustálený stav systému, tedy buď nulové počáteční podmínky na vstupu a nebo dostatečně dlouhou dobu po odeznění přechodového děje. Z hlediska obecného významu vztahů (44, 45) musíme doplnit nutnou podmínku platnosti, že se jedná o lineární systém; stejně tak vstupní signál musí nejlépe s dostatečnou rezervou splňovat vzorkovací teorém (38). Ustálenou odezvou na jediný harmonický signál je tedy opět harmonický signál jiné amplitudy a fáze daný přenosovou funkcí  $\hat{G}(\omega)$ . Pokud se jedná o součet mnoha harmonických složek na vstupu lineárního systému, s výhodou můžeme nalézt výstupní signál jako součet dílčích účinků systému na jednotlivé harmonické složky díky principu superpozice (pouze u lineárních systémů).

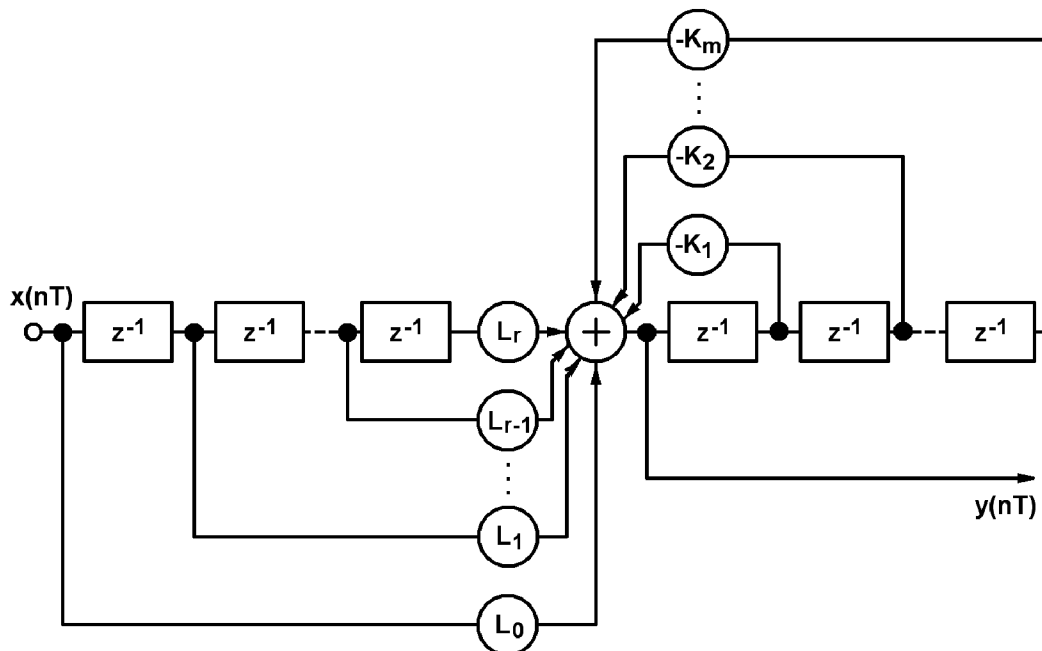
Na základě předchozích úvah lze shrnout hlavní vlastnosti nerekurzivních diskrétních systémů (filtrů): Tyto systémy mají vždy konečnou impulsní odezvu, zařazujeme je tedy do skupiny systémů „FIR“. Zároveň můžeme poznamenat, že se vždy jedná o systémy stabilní. Frekvenční charakteristika nerekurzivního systému je určena konečnou Fourierovou řadou:

$$\hat{G}(\omega) = \sum_{k=0}^r h_k . e^{-j.k.\omega.T} \quad . \quad (47)$$

### **Rekurzivní filtry**

Rekurzivní systémy (filtry) na rozdíl od předchozích v principu používají zavedené zpětné vazby, což může zásadním způsobem ovlivnit vlastnosti uvažovaného systému. Tyto systémy definujeme obecnou diferenční rovnicí (40) v plném tvaru, kde již alespoň jediný z koeficientů  $K_1$  zpětnovazebního subsystému musí být nenulové reálné číslo. Blokové schéma přímé realizace tohoto typu diskrétních systémů ukazuje

obr. 2.37. Ve srovnání s nerekurzivními systémy ve schématu přímé realizace shledáme, že v rámci vstupně-výstupního diferenciálního popisu systému zde přibýly zpožďovací registry připojené kaskádně na výstup systému a jejich jednotlivé zpožděné výstupy po průchodu součinnými bloky vstupují opačným směrem zpět do součtového členu, z něhož se odebírá zmiňovaný výstupní signál.



Obr. 2.37 Přímá realizace rekurzivního systému [28]

Srovnáním s analogovými systémy připomeňme, že u diskutovaných číslicových systémů neexistují dlouhodobé časové nestability v podobě postupného nevratného zhoršování zesílení některých bloků systému a obecně též ve změnách dynamických parametrů systému. Takové nestability jsou u analogových systémů řešeny zápornou zpětnou vazbou, tj. kombinací vysokého zesílení některého členu (aktivního prvku) a současně silné záporné zpětné vazby; dlouhodobé změny dynamických vlastností analogových systémů (stárnutí pasivních obvodových prvků RLC i aktivních součástek) si v určitých případech vynucují nápravu stavu formou servisního zásahu po stanovené době provozu nebo definovaném zhoršení parametrů. Žádné z vyjmenovaných potíží naštěstí u číslicových systémů nemusíme řešit. I když životnost a stálost číslicového systému je též určitým způsobem limitována, zpravidla bývá dostatečná vůči morálnímu i technickému stárnutí systému celého, zahrnujícím i měřicí techniku včetně analogové části a případného analogově-číslcového převodníku.

Přenos nyní posuzovaného rekurzivního systému můžeme opět vyjádřit způsobem uvedeným výše s použitím vztahu pro přenosovou funkci (44) a aplikací Z-transformace na vstupně-výstupní diferenční rovnici systému. Důležitým poznatkem je nyní skutečnost, že výsledná přenosová funkce – obrazový přenos nabývá po úpravách tvaru racionální lomené funkce komplexní proměnné  $z$ :

$$H(z) = A \cdot \frac{z^{m-r} \cdot \prod_{i=1}^r (z - n_i)}{\prod_{j=1}^m (z - p_j)}, \quad (48)$$

kde již máme obsaženy nuly a póly této přenosové funkce  $n_i$ ,  $p_j$ ; konstanta  $A$  udává zesílení. Rekurzivní systémy mají dle navržených parametrů zpravidla nekonečnou impulsní odezvu (IIR) s velikostí impulsů většinou klesající. V určitých případech lze vzájemnou kompenzací nulových bodů a pólů docílit i konečnou impulsní odezvu rekurzivního systému. U rekurzivních systémů (filtrů) musíme v principu pečlivě posuzovat jejich stabilitu. Pro zajištění stability lineárního diskrétního systému musí všechny póly  $p_j$  přenosové funkce  $H(z)$  ležet uvnitř jednotkové kružnice, provedeme-li zobrazení situace v komplexní rovině.

### 2.3.2 Přizpůsobená filtrace

V této i další kapitole se budeme zabývat dalšími metodami číslicového zpracování signálů, jejichž možnosti aplikace v praxi přesahují užité hodnoty lineárních číslicových systémů (filtrů). Níže popisované speciální metody zpracování signálů naleznou obecně uplatnění v oblasti potlačení šumu obsaženého v signálu i dalších oblastech zpracování signálů. Hlavní snahou speciálních metod zpracování signálů v oblasti číslicové filtrace je potlačení šumu či obecně rušivých signálů obsažených v signálu, aniž by byl tížený signál žádaný stejnou měrou potlačen, a to i v případě, že se spektra těchto signálů vzájemně překrývají.

#### 2.3.2.1 Náhodné signály

Nejprve bude nutné zmínit základní definice a vymezení pojmu šum. Šumem rozumíme zpravidla nějaký rušivý signál, který probíhá nepřetržitě nebo jednorázově, jehož přesný časový průběh ovšem předem neznáme, byť by to bylo užitečné. Ve většině případů se hovoří o šumu v souvislosti s činností pasivních obvodových prvků (RLC) v kombinaci s aktivními elektronickými prvky (polovodičovými diskretními součástkami). V případě našem mezi tyto nežádoucí „zdroje“ signálu aktivní polovodičové prvky nepatří, ale přibývá hlavní možnost nechtěně získat takový signál elektromagnetickou indukcí – vazbou signálů z okolí pracoviště.

Z hlediska matematického popisu bývá obtížné šum v podobě náhodného signálu nebo funkce konkrétně vyjádřit. Všechny uvažované rušivé signály, souhrnně šum, nazveme pojmem náhodný proces. Každý konkrétní zpracovávaný signál náhodného procesu, což pro nás znamená šum obsažený aditivně v jednom zaznamenaném signálu, pojmenujeme jako jednu konkrétní realizaci náhodného procesu. Každou realizaci náhodného procesu lze popsat statistickými metodami s použitím vhodných funkcí rozložení pravděpodobnosti. Množina časových průběhů, která zahrnuje veškeré definovatelné podoby realizací uvažovaného náhodného procesu, se nazývá báze náhodného procesu. Tato množina obsahuje zpravidla vysoký počet realizací náhodného procesu a z hlediska přiblížení k reálnému průběhu se počet obsažených realizací může blížit nekonečnu.

Z hlediska praktické využitelnosti se pro účely zpracování signálů šum nepopisuje na základě přímého statistického popisu vztahujícímu se ke konkrétní realizaci náhodného procesu. Důvodem je neúměrná složitost matematického zápisu až nemožnost následného praktického řešení takto definovaného problému, neboť by se jednalo zpravidla o vícerozměrné statistické funkce [28], [29]. Při praktickém řešení zpravidla pracujeme s popisem náhodných procesů na základě momentů náhodných

procesů – tj. lokálních středních hodnot a rozptylů. V případě otázky vzájemného vlivu po sobě následujících hodnot sledovaného náhodného signálu se řešení zjednodušuje na vyšetřování dvou diskrétních časových okamžiků a odpovídajících funkčních hodnot, stanovením korelace a kovariance.

Procesy se dělí na deterministické a stochastické (náhodné). Deterministickými procesy se rozumí takové procesy, jejichž každý stav je určen stavem předcházejícím. V každém čase lze určit hodnotu zkoumané veličiny. Jak již bylo uvedeno, stochastické procesy nemohou být popsány přesnými matematickými vztahy. U těchto procesů se vyskytují určité hodnoty s určitou pravděpodobností. Náhodné procesy dělíme na stacionární a nestacionární. Mezi stacionární procesy patří náhodné procesy se stálým chováním; libovolné statistické charakteristiky jsou v tomto případě časově nezávislé. Stacionární procesy mohou být ergodické nebo neergodické. Stacionární ergodický náhodný proces se definuje jako proces, jehož všechny realizace mají shodné statistické parametry [30].

Předpokládáme-li náhodný proces značený  $\{X(t)\}$  s konkrétní realizací  $x_K(t)$ , střední hodnotu tohoto procesu v čase  $t$  určíme vztahem:

$$\mu_X = \lim_{N \rightarrow \infty} \frac{1}{N} \cdot \sum_{K=1}^N x_K(t) , \quad (49)$$

kde se součet provádí pro všechny realizace náhodného signálu. Budeme-li pracovat s hustotou rozložení pravděpodobnosti v čase pro hledanou hodnotu signálu  $p(x,t)$ , je střední hodnota náhodného procesu dána následovně:

$$\mu_X = \int_{-\infty}^{+\infty} x \cdot p(x,t) dx . \quad (50)$$

Distribuční funkce (jednorozměrná) náhodného signálu  $F(x,t)$  definuje pro daný časový okamžik  $t$  pravděpodobnost jevu, kdy náhodný signál bude mít menší hodnotu než hodnota proměnné argumentu této distribuční funkce. Inverzním zápisem získáme definici funkce rozložení pravděpodobnosti náhodného signálu jako:

$$p(x,t) = \frac{\partial F(x,t)}{\partial x} . \quad (51)$$

Disperze (rozptyl, centrální moment 2. řádu) je měřítkem rozptýlenosti hodnot náhodného signálu kolem střední hodnoty v časovém okamžiku  $t$ :

$$\sigma_X^2 = D(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} [x - \mu_X]^2 \cdot p(x,t) dx , \quad (52)$$

kde  $\sigma_X$  značí směrodatnou odchylku. Dalším z významných parametrů charakterizujícím náhodný proces je korelační funkce. Jedná se o měřítko podobnosti mezi hodnotami náhodného procesu v čase  $t_1$  a hodnotami náhodného procesu v čase  $t_2$ . Pokud se pracuje jen s jedinou realizací náhodného procesu – jediným náhodným signálem, pak výpočet přechází na vyjádření autokorelační funkce [31]. Korelační funkce je dána:

$$R(t_1, t_2) = \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} x_1 \cdot x_2 \cdot p(x_1, x_2, t_1, t_2) dx_1 dx_2 . \quad (53)$$

Podobnou úlohu plní kovarianční funkce, na rozdíl od předchozí však hodnotí podobnost odchylek od středních hodnot:

$$K(t_1, t_2) = \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} [x_1 - \mu_X(t_1)][x_2 - \mu_X(t_2)] p(x_1, x_2, t_1, t_2) dx_1 dx_2 . \quad (54)$$

Posledním základním parametrem náhodného signálu z hlediska vnějšího popisu je spektrální hustota výkonu. Tento parametr spíše popisuje rozložení energie v kmitočtovém spektru náhodných signálů a má praktický význam v podobě měřitelné veličiny v analogových i číslicových systémech. Zjednodušeně můžeme spektrální hodnotu výkonu určitého signálu definovat jako veličinu úměrnou druhé mocnině efektivní hodnoty napětí, projde-li uvažovaný signál nejprve kvalitním úzkopásmovým filtrem se známou šířkou pásma a středním kmitočtem:

$$G(f) = \lim_{T \rightarrow \infty} \frac{|X(f)|^2}{T} , \quad (55)$$

kde  $G(f)$  je uvažovaná spektrální hustota výkonu,  $X(f)$  je modul spektrální funkce původního signálu (tj. amplitudové spektrum uvažovaného signálu získané početně Fourierovou transformací nebo experimentálně měřením) a  $T$  značí v tomto případě délku časového intervalu, v němž byl signál analyzován. Pro spektrální hustotu výkonu se v praxi používá jednotka W/Hz.

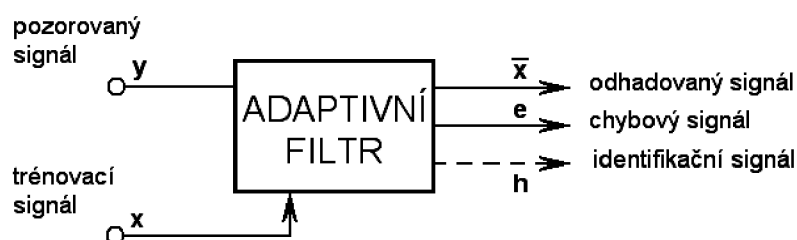
Z hlediska praxe má v oblasti náhodných signálů velký význam použití bílého šumu jako signálu s konstantní úrovní výkonové spektrální hustoty na všech frekvencích, a to jako signálu pro diagnostiku elektrotechnických systémů i soustav. Kromě diagnostiky prováděné formou reálného měření či experimentu lze použít bílý šum i pro účely výpočtových analýz technických systémů. Přivedeme-li na vstup neznámého systému signál s podobou bílého šumu, na výstupu systému obdržíme signál, jehož spektrum bude odpovídat frekvenční charakteristice zkoumaného systému.

### 2.3.2.2 Potlačení šumu adaptivní filtrací

V této podkapitole bude rozebrán princip adaptivní filtrace a její aplikace v praxi. Předpokládejme výše uvedený užitečný signál širokopásmové povahy doplněný o aditivní šum, přičemž spektra tohoto užitečného i rušivého signálu se vzájemně prolínají. Důležitou skutečností je rovněž fakt, že náš užitečný signál má povahu jednorázového děje, který neobsahuje obecně žádné periodické úseky a nelze jej snadno opakovaně změřit za přesně shodných podmínek. Užitečný i rušivý signál jsou přitom nezávisle na sobě obecně proměnné v čase. Získání uvažovaného signálu měřením jednoho průběhu vybíjecího proudu dielektrika při maximálním využití dostupné aparatury trvá asi 1 den a závisí na podmínkách okolí, především teplotě a relativní vlhkosti. Z realizačních důvodů nemáme tedy obvykle k dispozici větší počet výsledků opakovaných měření za stejných podmínek, proto nelze automaticky použít číslicové metody potlačování šumu založené pouze na výpočtu průměru opakovaně získaných dat. Z uvedeného vyplývá, že k dispozici máme vždy jediný signál, a to neperiodický průběh vybíjecího proudu dielektrika včetně nežádoucího aditivního šumu. Právě pro takový signál se jeví adaptivní filtrace jako jedna z výhodných metod pro potlačení šumu.

Adaptivní filtr nebo číslicový systém obecně je takový systém, který dokáže přizpůsobovat parametry své činnosti dle sledovaných vnějších podmínek, aby zaručil optimální činnost pokud možno nezávisle na vnějších podmínkách. Optimálně vyvážená činnost adaptivního filtru by pro účely potlačení šumu obsaženého v signálu v ideálním teoretickém případě znamenala maximální možné potlačení obsaženého rušivého signálu ve vstupním signálu již od prvních okamžiků trvání tohoto signálu za současně minimálního poškození obnoveného signálu žádaného. Okamžitou plně optimální funkci přizpůsobeného filtru už od prvních vzorků upravovaného vstupního signálu však nelze prakticky zajistit; adaptační filtr pracuje dle interního algoritmu adaptace, který se snaží až na základě skutečného vstupního signálu postupně zlepšovat nastavení parametrů filtru. Dosažení optimálních parametrů činnosti adaptivního filtru tudíž vždy zabere určitou dobu a v krajně nepříznivých případech může v praxi nastat případ, kdy k tomuto téměř ustálenému stavu nedojde a adaptivní filtr jako celek sloužící k obnově poškozeného signálu v podstatě selže, tj. způsobí ještě větší znehodnocení vstupního zpracovávaného signálu [32].

Blokové schéma adaptivního filtru jakožto uzavřeného bloku s popisem základních funkčních signálů uvádí obr. 2.38. Hlavní signálový vstup označený proměnnou  $y$  přivádí do systému směs signálu s šumem určenou k úpravě. Pomocný vstup  $x$  slouží pro přivedení trénovaného signálu; tímto signálem může být v ideálním případě správná podoba snímaného signálu nezasažená vlivem šumu (rušení) a nebo naopak referenční vzorek rušivého signálu, co se má odfiltrovat. Zajištění správného signálu přivedeného na trénování vstup je z hlediska potlačování šumu v již nevratně zasaženém signálu obtížně řešitelným technickým problémem, neboť v těchto případech nezbude než trénování signál získat úpravou poškozeného pozorovaného signálu zpravidla dřív, než proběhne hlavní zpracování adaptivním filtrem. Otázka, zda použít systém s trénováním dle správné podoby vstupního signálu nebo právě podle úseku signálu rušivého, mimo jiné určuje funkční smysl dvou výstupních signálů adaptivního filtru. Těmito signály jsou odhadovaný signál  $\bar{x}$  a chybový signál  $e$ . Pomocným signálem označeným  $h$  se míní soubor parametrů dílčího integrovaného číslicového filtru v podobě vektoru se vzorky impulsní charakteristiky, což v podstatě nepřímo určuje přenosovou charakteristiku tohoto filtru.

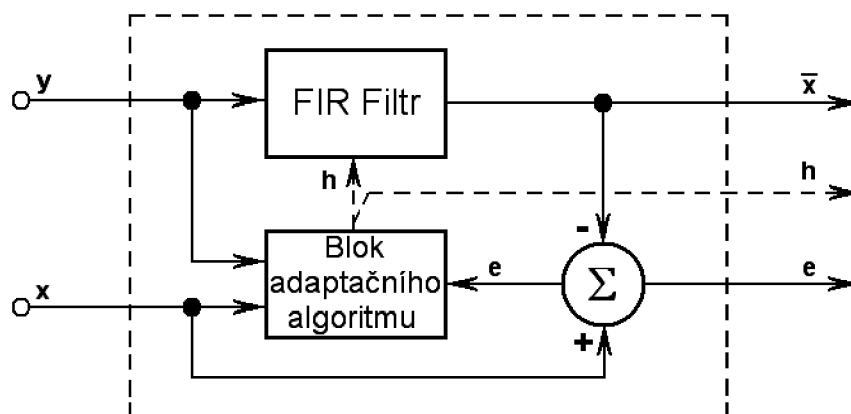


Obr. 2.38 Signály zpracovávané adaptivním filtrem [28]

Z praktického hlediska lze pro účely dielektrické relaxační spektroskopie považovat za víc problematičtější použití jako trénovací signál adaptivního filtru ideální měřený průběh bez šumu, neboť se jedná obecně o neznámou právě měřenou veličinu, která se svým průběhem více či méně může přibližovat k některým známým aproximačním funkcím. V případě, že bychom změřený signál byli schopni dostatečně přesně popsat matematickou funkcí na základě aproximace a považovali tento signál za trénovací signál adaptivního filtru, můžeme tvrdit, že odhadovaný signál na výstupu

filtru bude hledaným měřeným signálem s potlačeným šumem. V takovéto situaci má naznačený výstupní identifikační signál  $h$  pouze informativní charakter a může sloužit jen jako pomocný signál ke komplexnímu nastavení činnosti filtru.

Na následujícím obrázku 2.39 je již vnitřní principiální blokové schéma adaptivního filtru. Akčním prvek tvoří standardní číslicový filtr typu FIR (s konečnou impulsní odezvou) a sumační člen realizující rozdíl diskretního jednorozměrného signálu. Nejkomplikovanějším blokem je řízení adaptačního algoritmu, jehož seřízení určuje celkovou činnost adaptivního filtru při zpracování konkrétního druhu vstupního signálu.



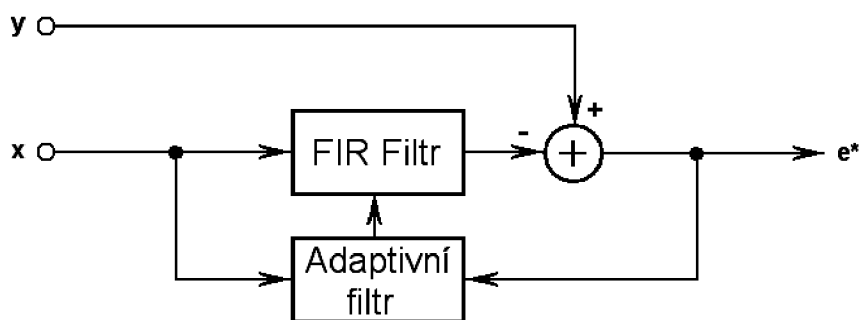
Obr. 2.39 Blokové schéma adaptivního filtru [28]

V adaptivní filtraci bývá jako akční člen použit zpravidla číslicový filtr typu FIR. Důvodem je především fakt, že nerekurzivní filtr s konečnou impulsní odezvou tvoří za každých okolností stabilní systém, jehož parametry můžeme snadno nastavit koeficienty impulsní charakteristiky. Po předání vektoru se vzorky diskretní impulsní charakteristiky není tudíž potřeba nijak kontrolovat stabilitu ovládaného lineárního filtru, což zjednodušuje celkové řešení adaptivního filtru. Nevýhodami může být delší doba náběhu adaptačního procesu, mimo jiné dána též delší dobou zpracování vstupního signálu integrovaným FIR filtrem ve srovnání s jiným řešením číslicové filtrace. I přes nejčastější využití FIR filtrů v adaptivní filtraci není použití IIR filtrů zcela nemožné, ale obnáší to uvedené komplikace s řešením případné nestability systému.

Vraťme se nyní ještě k problematice získání trénovacího signálu, když máme k dispozici jediný výchozí signál s nevratným poškozením aditivním šumem, který se žádá potlačit. U dielektrických i dalších speciálních měření bývá typické, že samotný měřený signál ne vždy zcela přesně známe. Proto v této oblasti mnohdy nelze s přiměřenou chybou stanovit odhad měřeného průběhu a jednodušší cestou se stává použití odhadu rušivého signálu jako trénovacího signálu adaptivního filtru. V případě běžných měření lze jako odhad šumu využít vzorek měřeného signálu měřicí aparaturou bez připojeného vstupu přístroje nebo použít uměle vygenerovaný šum na základě očekávaného typu šumu a jeho matematického popisu. U dielektrických měření vybíjecích proudů dielektrik si můžeme dovolit použít pro odhad šumu poslední část měřeného průběhu, kde již užitečný signál nabývá mizivých hodnot a relativní míra šumu je vysoká. Samotný odhad šumu získáme z posledního časového úseku měření např. odečtením průměrné hodnoty signálu od okamžitých hodnot signálu v tomto úseku. Použijeme-li tedy jako trénovací signál vzorek šumu, aplikace a účinnost

samotného adaptivního filtru se zřejmě zvýší, ale je potřeba zkontrolovat funkci pracovních signálů adaptivního filtru. Uvedená konfigurace vstupních signálů z pohledu získání trénovacího signálu zapříčiňuje určité změny. Pomineme-li nutnost použití zřejmě rozdílného adaptačního algoritmu ovládajícího akční FIR filtr, tak zásadní rozdíl spočívá v tom, že hlavní signálový výstup adaptivního filtru nyní tvoří obnovený rušivý signál namísto obnoveného měřeného signálu prostého poruch. Pro získání obnoveného odhadu měřeného signálu se musí v takovém případě obdržená data na výstupu standardního adaptivního filtru dále zpracovat. Jednu z možností tvoří nasazení dalšího samostatného číslicového filtru, jenž musí realizovat filtraci s inverzní přenosovou charakteristikou, než byla přenosová charakteristika FIR filtru v bloku adaptivní filtrace. Tímto řešením se získá požadovaný opravený signál. Největší technický problém při tom zřejmě činí pečlivé seřízení adaptačního algoritmu i nastavení algoritmu pro získání vzorku odhadu rušivého signálu ze signálu vstupního. Určité komplikace vzniknou navíc s přepočtem impulsní charakteristiky pro nastavení druhého filtru do režimu s přesně inverzní přenosovou funkcí.

Na následujícím obrázku 2.40 je ukázána varianta provedení adaptivního filtru zajišťující výše diskutované řešení obnovy původního signálu v reálných podmínkách. Do hlavního signálového vstupu  $y$  je přiveden získaný signál poškozený aditivním šumem, do pomocného vstupu  $x$  přichází odhadnutý rušivý signál. Hlavním výstup celého řetězce označený  $e^*$  zde činí odhadovaný žádaný signál před tím, než byl znehodnocen. Výstupní signál je dán rozdílem původního poškozeného signálu a vzorku rušivého signálu upraveného samostatným FIR filtrem. Parametry tohoto filtru jsou nastavovány na základě stavu pomocného identifikačního výstupu odděleného adaptivního filtru. Adaptivní filtr v podstatě zpracovává na svých vstupech odhad správného signálu a odhad rušivého signálu. Oddělený adaptivní filtr bude mít na svém nevyužitém datovém výstupu průběh rušivého signálu získaný druhým odhadem dle svých vstupních signálů. Řídícím signálem obou filtrů jsou tedy členy posloupnosti impulsní charakteristiky přenášené z odděleného adaptivního filtru do subsystému hlavního FIR filtru.



Obr. 2.40 Varianta adaptivní filtrace pro potlačení šumu [32]

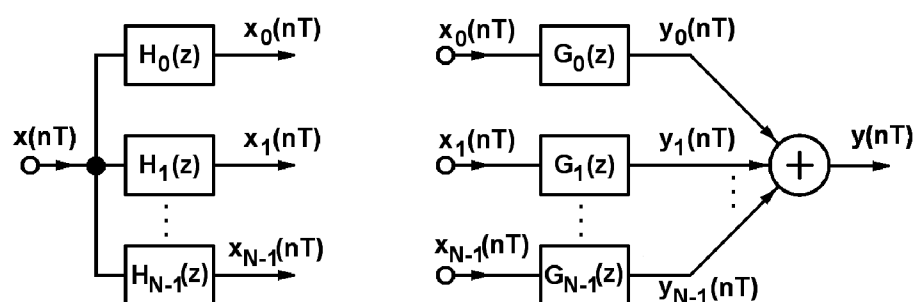


### 2.3.3 Filtrace šumu s použitím vlnkové transformace

V této části práce bude zmíněno použití vlnkové transformace i nasazení bank filtrů v souvislosti s aplikací k potlačování šumu obsaženého v signálu.

#### 2.3.3.1 Použití bank číslicových filtrů

S rozvojem mikroprocesorové a číslicové techniky se výrazně rozšířily původní možnosti číslicové filtrace o nové dříve nerealizovatelné principy. Jedním z takových principů je vytvoření číslicového systému z banky filtrů. Vstupní signál je zpočátku v podstatě paralelně rozdělen na řadu kmitočtových pásem, což zajistí řada pásmových propustí, přičemž se dílčí kmitočtová pásma nepřekrývají. S původním signálem se tedy již pracuje jako s množinou pásmových vzájemně nezávislých signálů, které však probíhají současně. Po zpracování takto konvertovaného signálu se v závěru zpracování přistoupí k obnově v rekonstrukční bance filtrů [31]. Z uvedeného schématu na obr. 2.41 vyplývá, že takový postup zpracování včetně následné bezchybné rekonstrukce signálu nelze prakticky realizovat na bázi analogových obvodů při uvažování libovolného vstupního signálu. Systém tvoří daný počet rozkladových pásmových filtrů, možný systém zpracování transformovaných dat a systém rekonstrukčních filtrů včetně sumačního členu. Nasazení bank filtrů má praktický význam a nesporné výhody právě jen v oblasti číslicového zpracování signálů. Mimo možnost náhrady i běžných typů filtrů používaných v analogové technice se banky filtrů používají především pro účinné zpracování vybraných typů signálů za účelem potlačení šumu v signálu nebo např. omezení velikosti objemu zaznamenaných dat formou vyjmutí nadbytečných částí z původního signálu [33].



Obr. 2.41 Banka číslicových filtrů a) rozklad signálu b) rekonstrukce signálu [31]

Důležitým faktorem z hlediska nasazení banky filtrů se stává bod obnovy signálu do původní jednorozměrné podoby rekonstrukční bankou filtrů. Pokud se nežádá tímto typem filtračního systému realizovat výhradně jen samotné potlačení šumu, jak bývá požadováno v případech zpracovávání signálů v měřicí technice, tak se samotná rekonstrukce signálu s výhodou provádí až odděleně v místě potřeby upraveného signálu, tj. na konci řetězce. Důvodem k ponechání signálu ve složkové formě je velmi výhodná možnost tento signál takto uložit do paměťového média omezené kapacity nebo přenášet (číslícovým) přenosovým kanálem s omezenými možnostmi. Upravený signál, ať již s potlačeným šumem nebo i nadbytečností, mívá zpravidla menší datový

objem, než signál originální v časové oblasti. To platí především v okamžiku, kdy je signál ještě v podobě mnoha dílčích pásmových signálů, které můžeme podle použitých algoritmů reprezentovat číslicovým signálem s výrazně nižším bitovým rozlišením. I v případě, kdy z důvodu požadavku na kvalitu zpracovávaného signálu není možné provést prakticky žádnou redukci dat, může být pořád výhodné ponechat signál v podobě před finální rekonstrukcí. Složková podoba totiž umožňuje provést velmi snadno základní kmitočtové úpravy signálu (ekvalizaci) v místě potřeby, aniž by se musela znovu použít plnohodnotná číslicová filtrace s možným následkem přidavných zaokrouhlovacích chyb. Po takových úpravách tedy může být k dispozici signál v univerzálnějším formátu, který lze s nízkými nároky na výpočetní výkon snadno rekonstruovat, buď přímo nebo s úpravou frekvenčního průběhu.

### 2.3.3.2 Vlnková transformace

Důležitým nástrojem v oblasti speciálních metod číslicového zpracování signálů je vlnková (waveletová) transformace. Standardní metody zpracování signálů používají pro převod signálu do frekvenční oblasti Fourierovu transformaci. Výsledkem je spektrum signálu – komplexní spektrální funkce kmitočtu vypočtena na základě celého originálního signálu v časové oblasti. Fourierova transformace tedy poskytuje informaci o kmitočtovém spektru originálního signálu, ale chybí upřesnění časových relací, neboť spektrální funkce se váže k celému signálu známému v určitém časovém intervalu. Fourierova transformace tvoří základní transformační vztah vzájemného převodu signálů v časové a frekvenční oblasti, je definována vztahem:

$$S(\omega) = \int_{-\infty}^{\infty} s(t) \cdot e^{-j \cdot \omega \cdot t} dt , \quad (56)$$

kde  $S(\omega)$  je spektrální funkce,  $s(t)$  uvažovaný vstupní signál.

Fourierova transformace se používá v mnoha oblastech analýzy a syntézy signálů. Z matematického hlediska se spektrální funkce získá integrálem součinu obecné funkce definující zkoumaný signál a komplexně sdružené bázové funkce, kterou v případě Fourierovy transformace zastupuje komplexní exponenciála. Při uvážení jediného konkrétního kmitočtu a rozdělení komplexní funkce na reálnou a imaginární část získáme tuto spektrální funkci ve složkovém tvaru jako integrál součinu zkoumaného průběhu a harmonické funkce zadaného kmitočtu. Harmonickou funkcí se míní funkce sinus nebo kosinus a výsledný konkrétní vypočtený koeficient spektrální funkce v podstatě vyjadřuje podobnost celého průběhu zkoumaného signálu s harmonickou funkcí daného pevného kmitočtu. Z matematického popisu je zřejmé, že rozhodující bázovou funkcí Fourierovy transformace je harmonická funkce.

Pro řadu speciálních aplikací z oblasti analýzy náhodných (neperiodických) signálů již nelze vystačit s použitím běžné Fourierovy transformace. Jedná se o případy, kdy potřebujeme z hlediska praxe získat spektrum signálu v reálném čase, tj. již i v čase ještě probíhajícího vstupního signálu. V těchto případech se požaduje zpravidla znát průběh spektra v čase, což již je z hlediska výpočtu a teorie náročnější. Pro „okamžitý“ výpočet spektra právě probíhajícího signálu nebo již zaznamenaného signálu, který se má vztahovat na určitý časový okamžik, potřebujeme principiálně nenulový časový úsek signálu – časové okno, jež předchází požadovanému času určení spektra. Toto časové okno při praktické realizaci rozhodně nesmí být tvořeno obdélníkovým oknem pro výběr

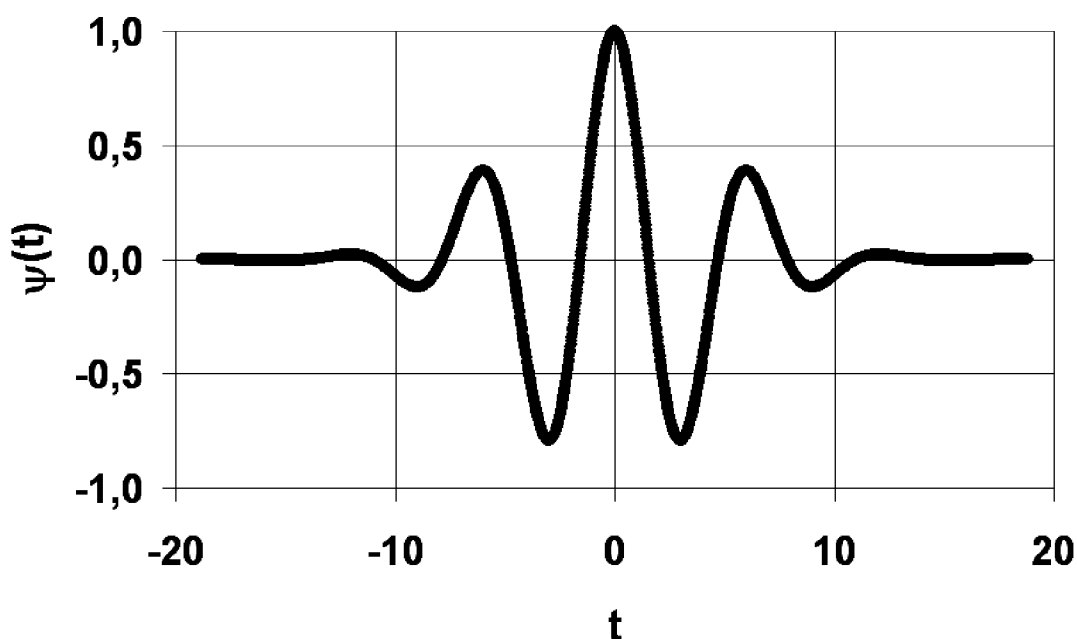
požadované části signálu, kdy by zbylá část signálu byla nahrazena nulovou hodnotou bez dalších korekcí. Při aplikaci běžné Fourierovy transformace na takový signál by se nežádoucím způsobem projevila nespojitost časového okna a tomu odpovídajícího úseku signálu na hranicích zvoleného časového intervalu.

Určitým přiblížením k časově-frekvenční analýze signálu je krátkodobá Fourierova transformace, resp. Gáborova transformace. Časové okno se volí nikoliv pravoúhlé, ale na okrajích zakončené spojitým přechodem. Časové okno se tedy realizuje násobením skutečného signálu časově posunutou matematickou funkcí, která v potřebném intervalu nabývá jednotkové hodnoty a na okrajích tohoto intervalu formou spojitého hladkého přechodu klesá k nule. V nyní rozebíraném konkrétním případě má časové okno průběh Gaussovy funkce s vyjádřením:

$$w(t) = A.e^{-b.t^2}, \quad b > 0, \quad (57)$$

kde  $A$ ,  $b$  jsou konstanty; časový posun vůči počátku časové osy není uvažován. Naznačený příklad je ještě spojitou transformací, kterou lze teoreticky aplikovat na analogový signál. Zamysleme-li se detailně, jak vlastně v tomto případě definována výsledná básová funkce aplikovaná krátkodobou Fourierovou transformací na celý vstupní signál, výsledkem bude funkce vzniklá součinem harmonické funkce  $\cos$  a Gaussovy funkce (57). Výsledná funkce nese v grafické interpretaci tvar „vlnky“, jak ukazuje obr. 2.42 dle rovnice (57) pro parametry  $A = 1$ ,  $B = 0,025$ .

Krátkodobou Fourierovu transformaci lze využít kromě časově-frekvenční analýzy jako akční filtr typu pásmová propust pro realizaci banky filtrů. Určitým pro některé aplikace nevýhodným parametrem je konstantní šířka propustného pásma výsledně realizovaných filtrů využívajících krátkodobou Fourierovu transformaci [32]. Většího významu však získá použitím v systémech diskretních diskretizací spojitého času a nahrazením integrálů jejich numerickými výpočty formou sumací.



Obr. 2.42 Příklad básové funkce výpočtu krátkodobé Fourierovy transformace

Výše uvedené komplikace v řadě aplikací kompenzuje využití vlnkové transformace. Vlnkové funkce (wavelety) jsou v podstatě impulsní charakteristiky filtrů používaných v bankách filtrů pro postupný rozklad signálu a jeho následnou rekonstrukci. V bankách filtrů může být poté využito rozdělení původního signálu do řady kmitočtových pásem tak, že každé následující kmitočtové vyšší pásmo má dvakrát větší šířku pásma, než předchozí. Uvedená konkrétní aplikace přináší řadu praktických výhod. Z hlediska spektrálních vlastností obvyklých analogových sdělovacích signálů je známo, že množství užitečné informace je v signálu ve větší míře soustředěno právě v nižších kmitočtových pásmech. Neznamena to však, že by vyšší kmitočtové složky nebyly zastoupeny vůbec. Pro zpracování obvyklých sdělovacích signálů, např. zvukového signálu získaného elektroakustickým měničem, je tedy nerovnoměrné dělení kmitočtových pásem při zpracování bankou filtrů výhodné. Další výhodou může být toto kmitočtové rozložení i z důvodu semilogaritmického zobrazení přenosových charakteristik systému – v logaritmickém měřítku zastanou kmitočtová pásma dělená konstantním koeficientem stejný délkový interval. Důležitým faktorem pro použití vlnkové transformace kromě výhodných funkčních vlastností je snížení výpočetní náročnosti realizované banky filtrů, neboť po kmitočtové konverzi signálu na normované kmitočtové pásmo (či snížení vzorkovacího kmitočtu na přesně potřebnou úroveň) lze použít na zpracování každého subpásmového signálu jeden typ číslicového filtru [33].

Vlnková transformace se může použít obdobně jako Fourierova transformace pro vzájemný převod daného signálu mezi časovou a frekvenční oblastí. Výsledkem vlnkové transformace je dvojrozměrná funkce času a kmitočtu nebo času a měřítka, i když pojem kmitočtu zde platí jen formálně. Základní bázové funkce této transformace totiž netvoří harmonické signály násobené časovým oknem; jedná se o podobné funkce – vlnky jako na obr. 2.42 s tím rozdílem, že mají proměnné časové měřítka, kromě možnosti posunu této bázové funkce po časové ose. Základní vlnka (funkce), z níž se odvozují potřebné vlnky stejného tvaru s různým časovým měřítkem a posunutím, se nazývá mateřská vlnka a značí se symbolem  $\psi(t)$ . Mateřská vlnka musí splňovat určité požadavky. Prvním požadavkem je nulová střední hodnota. Druhým nedílným požadavkem je, že tato funkce může nabývat nenulové hodnoty jen na konečném časovém intervalu. Pro vytvoření nové vlnky změnou měřítka či posunutím původní mateřské vlnky (resp. bázové funkce) musí být zajištěno, že nová modifikovaná realizace vlnkové funkce bude z hlediska teorie signálu reprezentovat shodnou velikost obsažené energie. Modifikovanou realizaci vlnkové funkce lze při zachování uvedeného požadavku vyjádřit následovně:

$$\psi_{p,q}(t) = \frac{1}{\sqrt{p}} \cdot \psi\left(\frac{t-q}{p}\right), \quad (58)$$

kde  $p$  je činitel rozšíření a  $q$  činitel posunutí v čase. Báze vlnkových funkcí  $\psi_{p,q}(t)$  jsou v obecném pojetí komplexní funkce a musí splňovat podmínku ortogonality. Skalární součin dvou různých funkcí realizovaných z dané funkce mateřské vlnky musí tedy nabýt nulové hodnoty. Skalárním součinem se zde rozumí integrál součinu dvou vybraných bázových funkcí dle času, přičemž jedna z bázových funkcí tohoto součinu je zastoupena jako komplexně sdružená.

Ekvivalentně jako u Fourierovy transformace rozlišujeme tři typy vlnkové transformace: vlnková transformace spojitá, diskrétní, a diskrétní vlnková transformace s diskrétním časem. Spojitou vlnkovou transformaci definuje vztah:

$$\psi_{WT}(p, q) = \frac{1}{\sqrt{p}} \cdot \int_{-\infty}^{\infty} s(t) \cdot \psi^* \left( \frac{t-q}{p} \right) dt, \quad (59)$$

kde  $s(t)$  je analyzovaný vstupní signál,  $\psi^*(t)$  je komplexně sdružená báze funkce (mateřská vlnka). Speciálním případem spojitě vlnkové transformace je diskrétní vlnková transformace, kde parametry  $p$  a  $q$  jsou voleny diskrétně. Pokud se tyto parametry definují jako násobky 2 dle následujícího postupu:

$$p = 2^l, \quad q = i \cdot 2^l \cdot T, \quad (60)$$

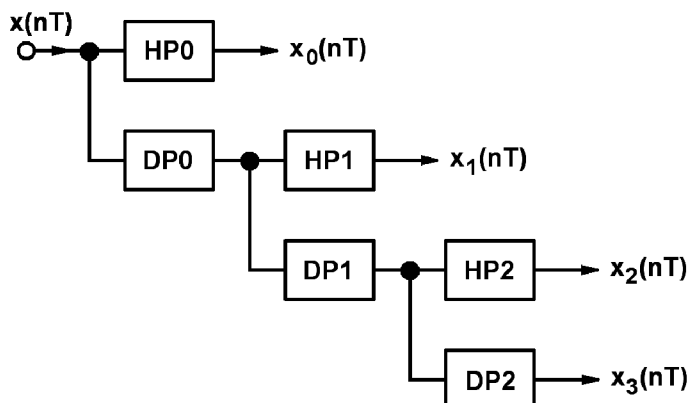
pak touto konverzí obdržíme tzv. dyadickou diskrétní vlnkovou transformaci. Perioda  $T$  definuje délku skoků při posunutí v rámci časové osy a závisí na šířce zabraného frekvenčního pásma mateřskou vlnkou. Pro diskrétní vlnkové transformace lze odvodit důležitou zákonitost pro volbu časové expanze mateřské vlnky na  $2^l$  násobnou délku původní doby trvání; ve zmíněném případě se původní střední kmitočet spektra přesune níže na  $1/2^l$  násobek původního středního kmitočtu. Dyadická diskrétní vlnková transformace má v důsledku oktávové rozmístění spekter soustavy vlnek realizovaných uvedeným principem z mateřské vlnky. Tato konkrétní podoba vlnkové transformace a vlnková transformace obecně mají významné aplikační v oblasti číslicového zpracování signálů, především speciálních filtračních technik pro zpracování, restauraci signálů a potlačení míry šumu v signálu [31], [34].

### 2.3.3.3 Aplikace vlnkové transformace v oblasti potlačování šumu

Jak bylo uvedeno výše, jednu z významných úloh vlnkové transformace tvoří právě aplikace číslicového potlačení šumu obsaženého v signálu. Tato možnost využití je poukázána v souvislosti s požadavkem práce se signálem získaným měřením vybíjecího proudu dielektrik.

Vlnková transformace za určitých podmínek volby mateřské vlnkové funkce umožňuje realizovat pásmovou propust, což ekvivalentně znamená, že v tomto uspořádání může být tímto využita mimo jiné pro výpočet spektra. Pro účely zpracování signálů včetně speciálního požadavku potlačení šumu bude výhodné originální signál nejprve rozdělit do řady pásem pásmovými propustmi, jejichž šířka pásma se s rostoucím středním kmitočtem zvyšuje. Tuto potřebu plně zastoupí banka filtrů založených na principu vlnkové transformace dle obr. 2.43. Řešení obsahuje z části kaskádní řadu filtrů typu dolní a horní propust; všechny filtry jsou realizovány shodným výpočetním algoritmem vlnkové transformace se stejnou báze funkcí (mateřskou vlnkou). V každém konkrétním filtru musí být použita modifikovaná verze mateřské vlnkové funkce s takovými parametry, aby dělicí kmitočtová pásma realizovaných filtrů byla v každém dalším stupni banky filtrů právě poloviční. První dva filtry s označením HP0, DP0 rozdělí vstupní signál na dvě stejně široká kmitočtová pásma. Dělicí kmitočet obou filtrů je nyní roven polovině šířky pásma vstupního signálu s předpokladem, že dolní mez tohoto pásma je blízká nule, tj. nejedná se nutně o speciální typ úzkopásmového signálu. Z výstupu dílčí propusti DP0 je signál veden na další

identickou dvojicí filtrů nižší úrovně; dělicí kmitočet propustí tohoto stupně musí být roven polovině dělicího kmitočtu filtrů stupně předchozího.



Obr. 2.43 Schéma rozkladové banky filtrů s postupným dělením šířky pásma [33]

Z blokového schématu je zřejmé, že postupný průchod signálu vždy kaskádou dolní propusti a horní propusti (horní propusti s polovičním dělicím kmitočtem) tvoří ekvivalentní náhradu pásmové propusti. Výsledné signály banky filtrů tvoří tedy původní signál rozdělený do řady lokálních kmitočtových pásem, přičemž dělicí kmitočty jsou rovny šířce pásma vstupního signálu postupně dělené dvěma.

Z hlediska následujícího zpracování lze upřesnit, že od druhé úrovně naznačené filtrace mají dílčí signály původní vzorkovací kmitočet, přičemž skutečný kmitočtový rozsah těchto signálů je poloviční a v dalších úrovních dále dělený koeficientem 2. Toto samo o sobě způsobuje nadbytečnost získaných dílčích signálů, která by zbytečně zvyšovala výpočetní náročnost celého filtračního systému. Při praktickém zpracování se tedy zpravidla systém doplňuje o „podvzorkování“ (tj. snížení vzorkovacího kmitočtu) dílčích výstupních signálů, a to bezpečným způsobem snížením vzorkovacím kmitočtem bez vzniku zkreslení aliasingem. Dílčí úzkopásmové signály rozkladové banky filtrů jsou vlastně transformovány do jediného shodného kmitočtového pásma, aby mohly být následně zpracovány jedním typem úprav aplikovaných např. formou paralelních procesů.

Nyní zbývá popsat nejdůležitější operaci se získanými pásmovými signály realizující potlačení šumu. Pro každý dílčí pásmový signál musí být vhodným algoritmem zvolena prahová úroveň tohoto signálu. Po překročení dané prahové úrovně považujeme signál za užitečný s nutností bezchybného přenosu. Pokud ovšem hodnota signálu v určité časové intervaly prahové úrovně nedosáhne, tj. bude nižší, tak je daný signál považován za šum, jehož odstranění se provede nahrazením dílčího signálu nulovou hodnotou. Uvedeným principem se v každém dílčím kmitočtovém pásmu zajistí přenos požadovaného signálu a potlačení signálů nežádoucích v rámci konečné citlivosti zvolené metody na oba typy signálů. Obnova signálu do podoby do původní časové oblasti a zároveň odpovídajícího plného kmitočtového spektra musí být zajištěna aplikací rekonstrukčních filtrů, jež inverzním způsobem vrátí signál do původních kmitočtových pásem při jediném vzorkovacím kmitočtu a opravený signál s potlačeným šumem se pak získá postupným sčítáním dílčích rekonstruovaných úzkopásmových signálů v časové oblasti [33], [34].

### 3. Cíle disertační práce

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

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

V rámci DRS je z experimentálního hlediska cílem zjistit odezvu dielektrika na přiložení vnějšího elektrického pole v co nejširším spektru časů, resp. frekvencí, a teplot. O rozšíření směrem k nízkým frekvencím je přitom velký zájem zejména v diagnostice dielektrických materiálů, protože právě při nejnižších frekvencích se projevují změny a poruchy struktury materiálu. Takovéto změny mohou být způsobeny např. mechanickým namáháním, přirozeným stárnutím nebo stárnutím podpořeným dalším typem namáhání, jakému je materiál vystaven za provozu. Uvedená poškození se projevují jako oblasti s rozdílnou strukturou materiálu, přičemž způsobená nehomogenita materiálu má za následek vznik mezivrstvé polarizace. Tu lze již pozorovat jako specifickou změnu dielektrického spektra ve srovnání s původním spektrem vzorku téhož materiálu bez jakýchkoliv vad. Překážkou pro rozsáhlé aplikace je časová náročnost měření a nízká úroveň měřených signálů.

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

Z teoretického hlediska se samotné měření neperiodických signálů nejvíce jeví jako příliš komplikovaná metoda. V oblasti DRS se ovšem jedná o měření časových průběhů signálů velmi nízkých úrovní, což už není z hlediska praxe zcela triviální. Měření tohoto typu jsou obvykle zatížena mnoha rušivými vlivy, projevujícími se jako menší či větší poškození původního signálu šumem. Během experimentálních prací v rámci

doktorského studia se ukázalo, že volba detailního provedení samotného měřicího obvodu DRS v časové oblasti má významný vliv na parazitní parametry této dílčí části měřicího systému a ovlivňuje vlastnosti celého měřicího pracoviště DRS ve větší míře, než se předpokládalo. Do této oblasti se také postupně přesunulo těžiště výzkumu.

Téma předložené práce se v průběhu doktorského studia postupně specifikovalo a soustředilo na prozkoumání dielektrického spektra vzorku KMC, což znamenalo v experimentální části vybudování pracoviště dielektrické spektroskopie v časové oblasti. Cílem se stalo sestavení algoritmu pro měření komplexní permitivity dielektrických vzorků v časové oblasti. Těžiště práce tvoří experimentální ověření vlivu parazitních jevů v měřicím systému snímajícím vybíjecí proud dielektrik a následné potlačení těchto jevů. Na úrovni matematického zpracování signálu se práce zabývá vhodnou metodou potlačení šumu v zaznamenaném signálu v časové oblasti.

V další části práce pojednává o metodě převodu dielektrických dat do frekvenční oblasti. Pro účely měření a experimentů byly použity vzorky zadaného dielektrika (KMC). Tento materiál, jakožto předmět měření, se nejprve uplatnil jako nástroj pro ověření funkčnosti vyvíjeného pracoviště a následně jako řádně měřený dielektrický vzorek. Výstup práce tvoří změřené dielektrické spektrum karboxymethylcelulózy (KMC) ve frekvenčním intervalu  $10^{-5} - 10^{-1}$  Hz. Dalšími výstupy jsou vyvinuté pracoviště a zejména metodika měření i zpracování dat z měření dielektrické relaxační spektroskopie v časové oblasti. Pracoviště doplňuje stávající vybavení laboratoře DRS na FEKT VUT v Brně o měření zaujímavější ve frekvenčním spektru nejnižší kmitočtová pásma v rozsahu kmitočtů  $10^{-5} - 10^{-1}$  Hz.

Řešení práce bylo rozděleno do několika bodů:

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



## 4. Experimentální práce

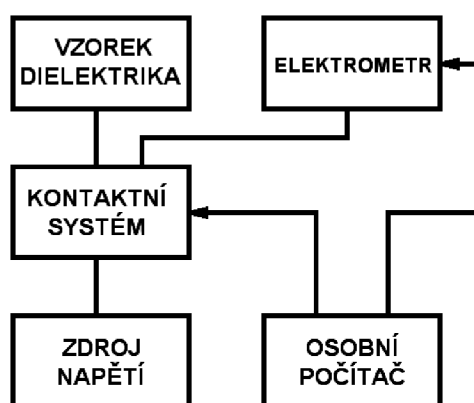
### 4.1 Měřicí aparatura

#### 4.1.1 Měřicí obvod se čtyřvodičovým připojením

##### 4.1.1.1 Základní provedení měřicího pracoviště

V této kapitole se pojednává o provedení měřicí aparatury DRS v časové oblasti. Zmíněny budou obvyklé obvodové koncepce používané na jiných pracovištích a detailněji bude rozebrána zvolená obvodová koncepce včetně způsobu řízení měřicího procesu. Jak bylo dříve uvedeno v popisu metody DRS, pro realizaci měření DRS v časové oblasti potřebujeme z praktických důvodů číslicově ovladatelný elektrometr, který umožňuje celý měřicí proces automatizovat prostřednictvím běžného osobního počítače nebo speciálního měřicího terminálu s potřebným komunikačním rozhraním.

Na obr. 4.1 je uvedeno blokové schéma zapojení pracoviště dielektrické relaxační spektroskopie v časové oblasti (TDRS) standardní koncepce, jenž umožňuje měřit vybíjecí proud jediného zkoumaného dielektrika. Měřeným objektem může být vzorek dielektrika umístěný ve zvoleném typu elektrodového systému, případně samotný vzorek dielektrika opatřený nanesenými elektrodami a mechanickým upevněním. Provedení elektrodového systému, včetně dalších částí měřicího obvodu musí vyhovovat požadavkům dobrého stínění i odolnosti propojení vůči okolním rušivým signálům.

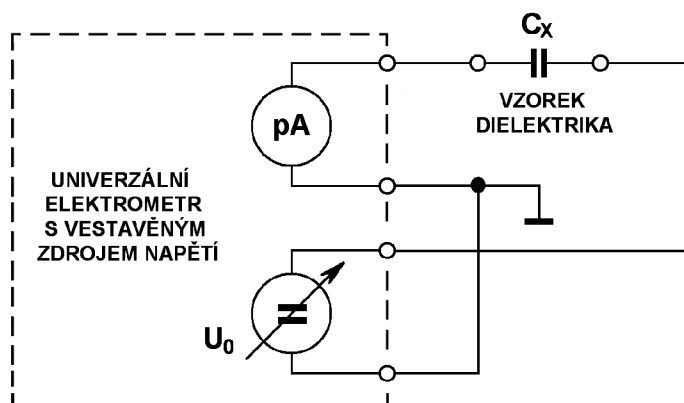


Obr. 4.1 Pracoviště dielektrické relaxační spektroskopie v časové oblasti [39].

Pro nabíjení měřeného dielektrického vzorku je určen stabilizovaný napájecí zdroj. S výhodou můžeme využít vestavěný pomocný napájecí zdroj elektrometru, máme-li k dispozici takto univerzální přístroj. V případě, že nás zajímá měření pouze vybíjecích proudů při odpovídajících malých nabíjecích napětích, neklademe na provedení napájecího zdroje zvýšené požadavky. V těchto případech postačí běžný stabilizovaný laboratorní napájecí zdroj. Pokud však potřebujeme měřit i časový průběh

nabíjecího proudu dielektrik, musíme věnovat zvýšenou pozornost i napájecímu zdroji, především z hlediska šumu a zvlnění napětí na jeho výstupních svorkách. Dalším případem jsou dielektrická měření v časové oblasti, kdy potřebujeme volit velikost nabíjecího napětí vzorku v relacích řádově od 100 V směrem k vyšším hodnotám; pro tyto účely je již nezbytné použít speciální vysokonapěťové zdroje a komponenty.

Nedílnou součástí měřicí aparatury TDRS je kontaktní systém. Ten zprostředkovává přepojení obvodu mezi režimy nabíjení a vybíjení vzorku dielektrika. Kontaktní systém bývá obvykle konstruován na bázi mechanických kontaktů, s využitím speciálních typů relé; vývody kontaktních výstupů relé nesmí být izolovány nebo procházet nevhodným typem dielektrika s velkými ztrátami nebo permitivitou. U měření TDRS navržených pro sejmnutí průběhů vybíjecích proudů s dobou trvání řádově pod 1 sekundu se setkáváme s náhradou mechanického kontaktního systému elektronickými spínači využívajícími unipolární tranzistory. Výhodou je rychlost a preciznost spínacího děje; jistou daň však tvoří parametry elektronického spínače mimo okamžik přepínacího procesu. Jedná se především o odpory elektronického spínače v sepnutém i rozepnutém stavu, a také o parazitní kapacity vývodů spínače vzájemně mezi sebou a též vůči řídicím ovládacím vstupům. Z hlediska obvodového řešení existuje ještě jedna zcela nejsnadnější možnost, jak obejít nutnost použití jakéhokoliv spínacího prvku. Měřený vzorek dielektrika zapojíme svými svorkami přímo mezi uzemněný napájecí zdroj a pikoampérmetr.



Obr. 4.2 Pracoviště TDRS jednoduché koncepce.

Přepínání obvodu by se tak dělo volbou napětí zdroje mezi nulou a zvolenou hodnotou nabíjecího napětí. Použitý napájecí zdroj musí ovšem zvládat činnost i v režimu spotřebiče (zátěže). Naznačené zcela nejjednodušší řešení má výraznou nevýhodu v horších parametrech měřicí části obvodu, která je ovlivňována šumem napájecího zdroje i při vybíjení měřeného vzorku dielektrika.

Z hlediska automatizace je nedílnou součástí pracoviště TDRS řídicí počítač. Počítač realizuje přenos a ukládání přímo měřených dat z elektrometru. V ideálním případě řídí i reléový kontaktní systém. Diskutované měřicí pracoviště TDRS tedy umožní zaznamenat do datového souboru přímo měřenou závislost vybíjecího proudu dielektrického vzorku (viz obr. 2.10), která musí být pro účely dielektrické spektroskopie podrobena dalšímu zpracování.

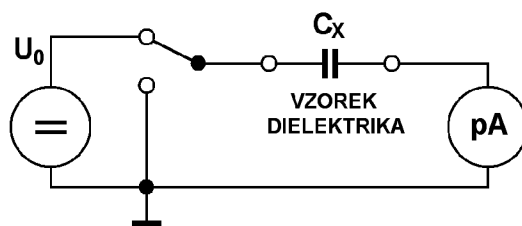
#### 4.1.1.2 Typy provedení měřicího obvodu

Na následujícím obrázku je ukázáno další z nejjednodušších schémat zapojení měřicího obvodu TDRS; jedná se o ekvivalentní obvodové řešení k předchozímu schématu na obr. 4.2. Kontaktní reléový systém je zde reprezentován jediným přepínacím kontaktem. Napájecí zdroj s přepínačem tvoří náhradu ideálního zdroje napětí se dvěma možnými úrovněmi, s hodnotou nulovou nebo rovnou hodnotě nabíjecího napětí  $U_0$ . Naznačené principiální řešení umožňuje měřit nabíjecí i vybíjecí proudy dielektrik.

Z hlediska indukce nežádoucích rušivých signálů do signálu měřeného považujeme za více problematické měření nabíjecího proudu dielektrika. Nabíjecí proud je ovlivněn šumem napájecího zdroje, mimo to také větší možností indukce rušení do neuzemněné citlivé části obvodu. Při měření pouze vybíjecích proudů je jedna z elektrod dielektrického vzorku uzemněna, což je z hlediska předpokládané indukce rušivých signálů výhodné. Schéma na obr. 4.3 má z praktického hlediska některé další nevýhody. Z důvodu činnosti s velmi malými hodnotami proudů vzniká potíž s realizací ve schématu obsaženého přepínacího kontaktu.

V případě, že nás nezajímá přesné měření nabíjecího proudu, může se zdát situace jednodušší. Přepínací kontakt relé připojuje vzorek dielektrika jedním koncem k signálové zemi systému. Tímto jsme docílili v podstatě připojení citlivého uzlu obvodu na signálovou zem spojenou se stíněním pracoviště. Uvedené přizemnění citlivých částí obvodu při vybíjecím procesu znamená, že kvalita provedení přepínacího kontaktu relé teoreticky nemá v této fázi měření rozhodující vliv na indukované rušení do měřeného obvodu. Znázornění možných parazitních vazeb rušivých signálů do měřeného obvodu TDRS v časové oblasti znázorňuje obr. 2.29 v kapitole 2.2.1.

Z hlediska provedených experimentů je situace bohužel poněkud komplikovanější; část rušení dokáže do obvodu proniknout kombinací více typů parazitních vazeb a proto je ideálním řešením zajistit i ve vybíjecí fázi měření odpojení obou pólů napájecího zdroje kvalitními spínači. Pro zajištění těchto požadavků vyhovují např. již dříve zmíněná jazýčková relé, která však obvykle nebývají v provedení s přepínacím kontaktem. Kromě vhodných typů speciálních relé můžeme též v rámci realizace nahradit relé s přepínacím kontaktem dvěma dílčími relé s jednoduchým spínacím kontaktem speciální konstrukce a odpovídajícím řízením jejich cívek. Pro zajištění plně definovaného vybití vzorku před samotným měřením, ideálně přímým vyzkratováním vzorku, je dobré doplnit obvod o další kontakt, který v potřebné fázi spojí nakrátko svorky pikoampérmetru uvedeného ve schématu.



Obr. 4.3 Základní měřicí obvod TDRS [40].

Kromě standardního provedení aparatury TDRS přímo měřící vybíjecí proud existuje ještě odlišné provedení s pomocným referenčním vzorkem dielektrika, která neměří vybíjecí proud zkoumaného dielektrika, ale jeho rozdíl s vybíjecím proudem referenčního vzorku; toto provedení aparatury bude popsáno dále.

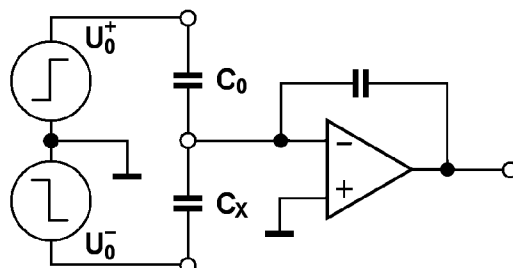
Základní měřicí obvod TDRS (bez referenčního vzorku dielektrika) se bude v dalším textu označovat jako standardní metoda měření TDRS. Tato metoda poskytuje jako výstup přímého měření časovou závislost proudu dielektrikem. Z matematického hlediska se jedná o neperiodické monotónně klesající průběhy, známé v omezeném časovém okně. Mezi obvyklé vlastnosti průběhů vybíjecích proudů dielektrik získaných tímto typem aparatury patří velmi rychlý pokles proudu ihned od začátku měření a následné další snižování hodnot měřených proudů v rozsahu několika dekád [39]. Vybíjecí proud s velkou strmostí poklesu na začátku vybíjení má časový průběh blízký exponenciální funkci  $e^{-t}$  nebo mocninné funkci  $t^{-k}$ , kde  $t$  je čas a  $k$  kladná reálná konstanta.

Relativně široký rozsah úrovní měřených proudů při zároveň velké strmosti poklesu v čase na počátku měření způsobuje určité potíže při měření spojené s mechanismem automatické i manuální volby měřicího rozsahu pikoampérmetru. Některé vzorky měřeného proudu bývají zatíženy větší chybou. Jedním z důvodů jsou procesy spjaté s přepínáním rozsahu měřidla při rychlém poklesu měřené veličiny. Dalším faktem je nedostatečné využití měřicího rozsahu analogově-digitálního převodníku měřicího přístroje, s následkem opět menší přesnosti získaných hodnot vybíjecího proudu.

Na obr. 4.4 je pro úplnost uveden druhý typ měřicího obvodu TDRS, který používá mimo měřený vzorek ještě druhý referenční dielektrický vzorek [41]. Jako referenční (normálový) dielektrický vzorek musí být použit vysoce kvalitní vzorek s nízkými dielektrickými ztrátami a zároveň známých parametrů. Parametry referenčního vzorku by zároveň měly být alespoň řádově blízké parametrům vzorku zkoumaného. Zapojení používá dva plovoucí napájecí zdroje zapojené v sérii s uzemněným středem; každý z těchto dvou nezávislých zdrojů musí umožnit rychlou změnu hodnoty napětí mezi nulou a zvolenou hodnotou napětí a zároveň musí být tyto zdroje schopny pracovat v režimu spotřebiče (zátěže). Při snížení napětí na těchto zdrojích prochází obvodem proud opačné polarity z nabitého vzorku dielektrika. Z uvedených důvodů a také pro zajištění požadavku precizní funkce obvodu určeného pro dielektrická měření není vhodné použít běžný symetrický napájecí zdroj. V původním příspěvku [41], kde se jedná o dielektrický spektrometr pokrývající široký rozsah kmitočtů, byly napájecí zdroje realizovány na bázi speciálních operačních zesilovačů s nízkým šumem a vysokou rychlostí přeběhu výstupního napětí; skokové přepínání výstupního napětí s dostatečnou rychlostí zajistily analogové elektronické spínače ve zpětnovazební části obvodů stejnosměrného zesilovače, který měl vstup připojen na přesnou hodnotu napětí z referenčního zdroje.

Operační zesilovač hlavní části měřicího obvodu (obr. 4.4) společně se svým zpětnovazebním kondenzátorem tvoří část ideálního integračního zesilovače, pracujícího ve výsledném obvodu jako nábojový detektor. Výstupní napětí je (v absolutní hodnotě) úměrné náboji přenesenému elektrickým proudem do vstupu tohoto integrátoru; hodnota napětí je ve skutečnosti navíc invertována. Operační zesilovač v daném zapojení provádí analogovou integraci vstupního proudu. Uzel zapojení v místě invertujícího vstupu operačního zesilovače se tedy jeví v daných

podmínkách jako zkrat připojený k signálové zemi, který je z hlediska funkce vstupem elektronického ampérmetru. Integrovaní vstupního proudu a převod na napětí pak doplňuje zpětnovazební kapacitor ve zpětné vazbě operačního zesilovače. Integrační zesilovač (resp. aktivní nábojový detektor) zpracovává hodnotu proudu, která je dána rozdílem nabíjecích nebo vybíjecích proudů měřeného a referenčního vzorku dielektrika.



Obr. 4.4 Měřicí obvod TDRS s referenčním kapacitorem [41].

Pokud u výše popisovaného měřicího obvodu uvážíme přímo měřený rozdíl mezi proudy z obou vzorků, zjistíme, že tento rozdílový proud již nemá z počátku vybíjecího procesu tak rychlý pokles v čase jako původně vybíjecí proud samotného jediného dielektrika. Celkový rozsah hodnot rozdílového proudu v průběhu celé měřicí fáze je obdobně výrazně nižší ve srovnání s přímým měřením vybíjecího proudu. Tato dvě zjištění jsou hlavními výhodami obvodového řešení pracoviště TDRS s referenčním kondenzátorem. Rozsah hodnot měřených proudů není příliš velký, měřicí přístroj – elektrometr bude mnohem lépe využit z hlediska citlivosti a přesnosti v rámci menšího počtu měřicích rozsahů. Neméně důležitá je skutečnost, že v počáteční části měřeného vybíjení není potřeba rychle měnit měřicí rozsahy přístroje, což by obecně způsobovalo další přídatné chyby měření. Mezi tyto chyby patří delší časová odezva elektrometru na požadavek sejmutí vzorku měřeného proudu, a mimo to také v některých kritických případech nepatrné ale přesto pozorovatelné ovlivnění měřeného obvodu způsobem přepínání rozsahu měřicího přístroje. Mezi nevýhody řešení patří jistě komplikace v provedení měřicího obvodu a též se zpracováním naměřených dat [41], zanedbáme-li potřebu vysoce kvalitního referenčního vzorku známých parametrů.

#### 4.1.1.3 Zvolený obvodový systém

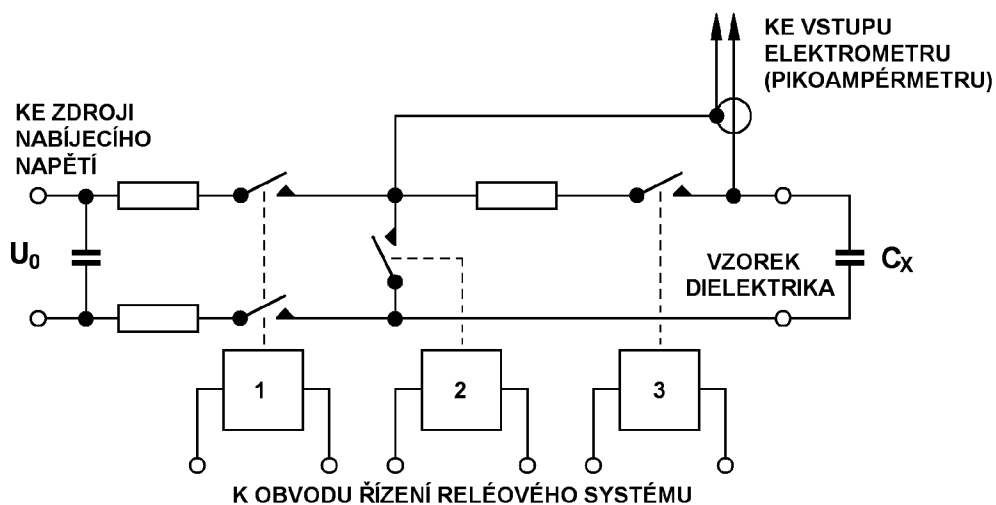
Základní provedení obvodové koncepce měření TDRS se řešilo dle možností přístrojového vybavení. Na našem pracovišti je k dispozici programovatelný elektrometr Keithley 617 včetně potřebného hardwarového i softwarového zázemí. Jedná se o vysoce citlivý přístroj obsahující i pomocný zdroj napětí [27]. Elektrometr disponuje měřicími rozsahy proudu 2 pA až 20 mA s citlivostí 100 aA na nejnižším rozsahu. Elektrometr má 12 bitový analogově číslicový převodník se vzorkovací frekvencí v nesynchronizovaném režimu odpovídající přibližně třem vzorkům za sekundu. Reálně dosažitelná rychlost převodníku v režimu ovládání přístroje přes sběrnici GPIB včetně přenosu každé naměřené hodnoty do počítače se pohybuje v relacích od jednoho vzorku za sekundu. V případě, že elektrometr musí v režimu automatické volby měřicího rozsahu rozsah změnit, celková doba potřebná pro získání naměřené hodnoty se může výrazně prodloužit. Pomocný stabilizovaný zdroj umožňuje nastavit a využít

stejnoseměrné napětí v rozsahu -100 až +100 V s krokem 50 mV při proudové zatížitelnosti do 2 mA.



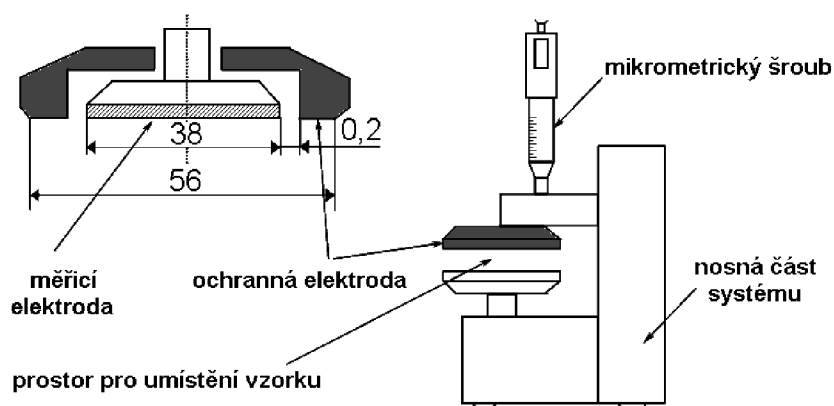
Obr. 4.5 Elektrometr Keithley 617.

Prvotní měřicí pracoviště principiálně odpovídalo blokovému schématu na obr. 4.1. Pro naše potřeby elektrometr pracoval v režimu měření velmi malých proudů při přímém snímání vybíjecího proudu zkoumaného vzorku dielektrika. Jak bylo uvedeno výše, teoreticky bychom mohli systém měření TDRS v tomto případě realizovat přímým propojením vzorku mezi napájecím zdrojem elektrometru a vstupními svorkami přístroje v režimu pikoampérmetru. Elektrometr Keithley 617 používáme v režimu měření proudu, vestavěný napájecí zdroj elektrometru lze využít jako zdroj energie pro nabíjení vzorku dielektrika. Pro dosažení výhodnějších šumových poměrů v měřeném systému byl však použit pro přepínání obvodu reléový kontaktní systém zapojený dle obr. 4.6. V rámci prvotního testovacího provedení byl zkušební vzorek dielektrika vložen do elektrodového systému HP 16451B, určeného k měřicímu mostu HP 4284 A (viz obr. 4.7). Reléový kontaktní systém je u tohoto pracoviště tvořen třemi jazýčkovými relé, přičemž jedno z nich musí obsahovat kompletní pár spínacích kontaktů, ostatní postačí s jedním spínacím jazýčkovým kontaktem. Všechna relé se nachází ve stíněné tlustostěnné kovové skříňce (s tloušťkou stěn cca 1,5 mm), upevněna na izolační nosné destičce z teflonu. Kovová skříňka se připojuje na signálovou zem elektrometru dle zásad popsanych v kap. 2.2.2. Obvodové řešení kontaktního systému obsahuje ještě několik ochranných rezistorů a blokovací kondenzátor pro přivedené nabíjecí napětí vzorku.



Obr. 4.6 Měřicí obvod TDRS se čtyřvodičovým připojením.

Pomocné rezistory chrání jazýčkové kontakty relé před trvalým znehodnocením nadměrným proudovým přetížením, neboť tento typ kontaktů je na tyto jevy velmi choulostivý; částečně se jedná i o ochranu vstupu elektrometru před nechtěným přivedením tvrdého napájecího napětí na jeho vstup. Popisované situace vznikají při jednoduchém ručním řízení reléového systému mechanickým spínačem, kdy může dojít v důsledku časových prodlev spínání relé či nepřesnosti jejich ručního ovládní ke krátkodobému současnému sepnutí několika relé v jeden okamžik.



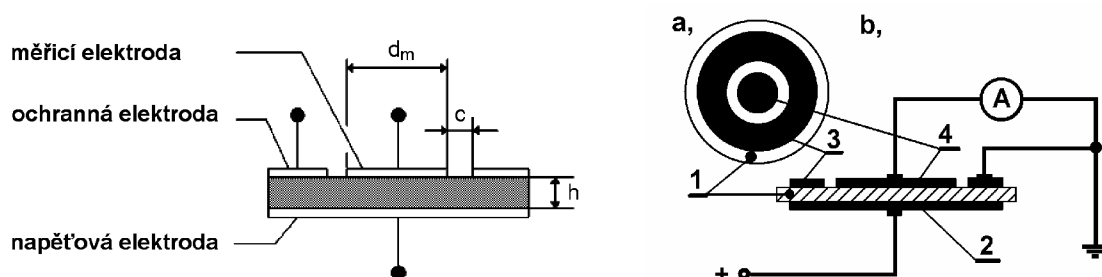
Obr. 4.7 Kontaktní systém HP 16451B [12].

V průběhu dalšího zkoumání se zjistilo, že připojení elektrodového systému HP 16451B k aparatuře TDRS přes další pomocné koaxiální propojovací kabely není zcela ideálním řešením. Pokud měříme vzorky s relativně vyšší permitivitou i případně s velkými ztrátami, nevznikají výraznější potíže. V případě nízkých kapacit měřených vzorků se už bohužel dostáváme do takových relací měřených veličin, které jsou silně ovlivněny parametry veškerých propojovacích koaxiálních vedení. Mimo potíže s rozsahem měřených veličin po finálním převodu do frekvenční oblasti zde přibývají další komplikace. Přesnost měření na nejcitlivějším rozsahu elektrometru bývá nižší, mimo to indukované rušení a šum nabývá neúnosných velikostí ve srovnání s velmi malými měřenými proudy vzorků s nízkou permitivitou. Z těchto důvodů se pro většinu dalších zkoumání použily pro měření menších vzorků s malou kapacitou elektrody nanesené přímo na vzorek. Vzorek byl vždy umístěn do stíněné skříňky, v níž se nachází reléový přepínací systém.

V průběhu experimentů byl dále používán také tříelektrodový systém Tettex, jehož výhodou pro naše účely je větší plocha střední elektrody, tudíž při použití takto větší plochy dielektrika byly vyšší hodnoty vybíjecího proudu více šumově imunní. Provedení i principiální obvodové zapojení elektrodového systému Tettex viz obr. 4.8.

Počátek experimentů probíhal s ručním řízením přepínání kontaktního systému a synchronizovaným spuštěním zaznamenávání měřeného proudu na počítači. Původní ruční spuštění samotného měřicího procesu způsobovalo mnohdy nemalé potíže; řešení vyžadovalo v průběhu přípravných prací přítomnost obsluhy, která musela zajistit dokonalé vybití vzorku před měřením a po stanovené době přepnout systém do funkce nabíjení vzorku. Po známé době nabíjení bylo třeba co nejrychleji spustit sestavený měřicí program na počítači a následně přepnout kontaktní systém relé do polohy vybíjení přes elektrometr v režimu pikoampérmetru. Odchytky měřených časů v důsledku manuálního spuštění se pohybovaly v řádu jednotek sekund. Právě

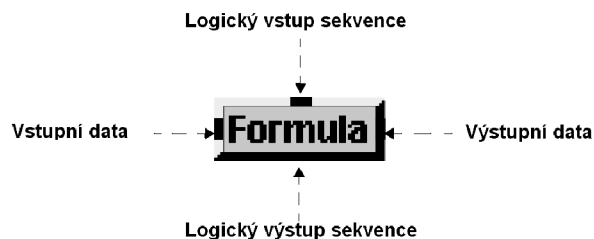
z důvodu spolehlivější automatické funkce pracoviště s předem definovanými parametry vznikl požadavek měřicí cyklus zautomatizovat, tedy reléový kontaktní systém ovládat z osobního počítače používaným programovým vybavením.



Obr. 4.8 Tříelektrodový systém Tettex [12], [42], [43].

Jako řídicí software bylo použito grafické programovací prostředí Agilent VEE Pro. Prostředí Agilent VEE Pro je graficky orientovaný programovací nástroj určený pro řízení měřících procesů, sběr a zpracování měřených dat, případně i další aplikace. Toto prostředí spolupracuje se všemi měřicími přístroji, které lze obsluhovat po standardních komunikačních rozhraních používaných v měřicí technice. Prostředí Agilent VEE Pro umožňuje především snadné a rychlé sestavení měřicího programu. Uživatel se může více zaměřit na detaily měření a nemusí řešit obvyklé otázky spojené se zápisem řídicího programu měření v textovém režimu. Výhodou je, že výrobce poskytuje zdarma elektronickou verzi publikace s návodem, jak se naučit rychle a efektivně s tímto programem pracovat [44]; zdarma je k dispozici rovněž časově omezená zkušební verze tohoto programového vybavení.

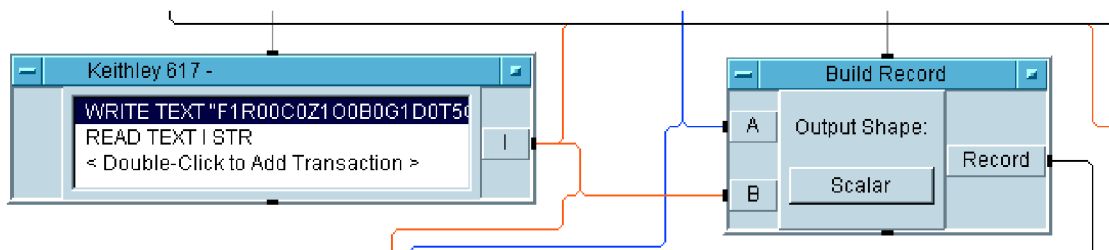
Řídicí program se skládá z jednotlivých funkčních bloků, které jsou vzájemně propojeny dvěma typy signálů. Funkční bloky jsou v programovacím prostředí realizovány formou grafických bloků (objektů) ve tvaru obdélníků s potřebným počtem připojovacích bodů vstupních a výstupních signálů. Liniové signály mezi bloky ve vodorovném směru obvykle zastupují zkoumanou nebo jinak významnou veličinu, tj. měřený signál nebo další pomocný signál v datové podobě, s nímž se právě pracuje. Ve svislém směru vzhledem ke grafickým funkčním blokům programu tvoří signálové cesty zpravidla logické signály, které ovládají funkci každého bloku, tj. provedení určené operace v požadovaný okamžik daný změnou stavu logického signálu (z log. 0 na log. 1). Zpravidla platí, že signálové cesty na levých popř. horních částech bloků slouží jako signálové vstupy, na protilehlých stranách bloků jako výstupy. Význam jednotlivých signálů funkčních bloků sestavovaného programu popisuje obr. 4.9.



Obr. 4.9 Vstupní a výstupní signály objektů prostředí Agilent VEE Pro [44].



Skutečný počet obsažených resp. využitých vstupních a výstupních signálů může být obecně variabilní, podle požadované funkce uvažovaného bloku. Logický sekvenční vstup a výstup nemusí být nutně využit, pokud je potřeba vykonávané funkce dána přítomností vstupního signálu a není nutná souslednost poté navazujících operací.



Obr. 4.10 Programovací prostředí Agilent VEE Pro.

Pro vytvoření uživatelského rozhraní sestaveného programu lze většinu grafických bloků vytvořeného programu funkčně zahrnout do „předního panelu“; jedná se především o objekty, kde se očekává zadání hodnot uživatelem a po spuštění programu následně výstup informací v textové či grafické podobě. Veškerá komunikace obslužného programu a uživatele takto může probíhat prostřednictvím vytvořeného předního panelu. Příklad předního panelu konkrétního uživatelského programu viz níže obr. 4.17.

#### 4.1.1.4 Systém řízení relé

Na základě potřeby automatizovaného řízení měření a ovládání relé se teoreticky i prakticky ověřily možnosti dané použitým osobním počítačem a programovacím prostředím; uvažujeme použití kontaktního systému se třemi relé (obr. 4.6). V ideálním případě potřebujeme tři odděleně ovladatelné výstupní logické signály, jimiž by byl ovládán reléový systém. Pro základní potřebu přepínání mezi nabíjením a vybíjením dielektrického vzorku by mohl postačit pouze jediný logický signál. Potřeba až tří logických signálů, které budou přes výkonový prvek napájet cívky relé, se odvíjí podle rozšířených požadavků na měřicí systém.

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

V prvních dvou fázích systému přizpůsobíme zapojení vybíjení i nabíjení dielektrika do podoby bez sériově zařazeného pikoampérmetru. Toto platí za předpokladu, že prozatím nepotřebujeme ani kontrolně měřit proudy dielektrikem během počátečních procedur úplného vybití vzorku a nabíjení vzorku po dostatečně dlouhou dobu před měřením. Dále je třeba zajistit bezpečnostní časové prodlevy

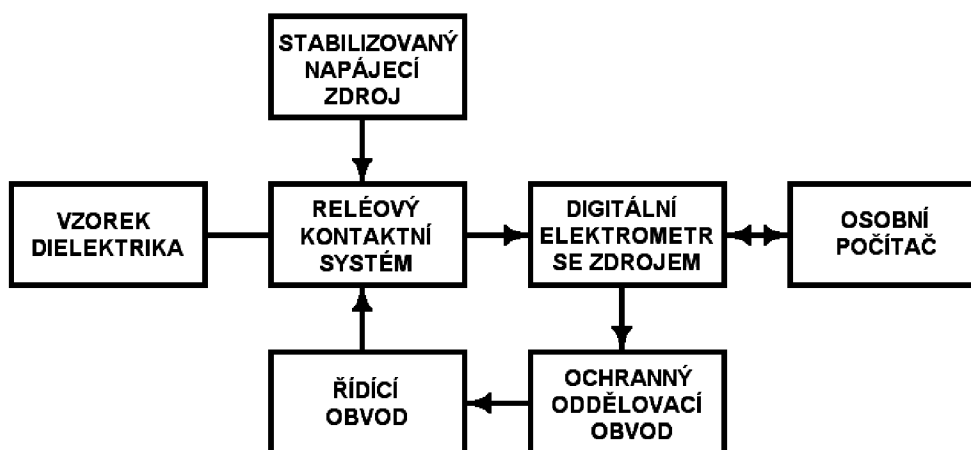
a správnou časovou souslednost spínání relé, aby nemohlo dojít ke zkratu napájecího zdroje či krátkodobému připojení měřeného dielektrika nakrátko mimo obvod pikoampérmetru těsně před začátkem měření vybíjecího proudu. Dle provedené rozvahy nad časovými stavy kontaktů reléového systému můžeme tvrdit, že potřebujeme buď tři logické signály nezávisle na sobě ovladatelné z osobního počítače nebo alespoň jeden logický signál, z něhož se pomocným obvodem vytvoří tři logické signály potřebného časového průběhu (obr. 4.12), neboť jejich souslednost je pro daný účel předem známa a neměnná.

Z prvotního pohledu na řešenou situaci by se jako nejjednodušší řešení nabízelo použití sériového či paralelního portu osobního počítače. Takto by šlo teoreticky ovládat relé přímo stavy logických výstupů komunikačního rozhraní. Z hlediska praktického však již nastávají obtíže s řízením těchto rozhraní. Programovací prostředí Agilent VEE Pro umožňuje obsluhovat sériový port osobního počítače; kromě režimu datového spojení s dalším připojeným terminálem program obsahuje funkci obsluhy dvou výstupních signálů sériového portu, což by bylo pro naše účely vyhovující. Praktickým testem se bohužel zjistilo, že nelze nastavit trvalou logickou úroveň signálu na výstupu sériového portu osobního počítače dané konfigurace. Ukázalo se, že se jedná o problém nových osobních počítačů typu PC s operačním systémem Windows XP, kde již pro nás potřebné statické ovládání výstupů sériového portu nepracuje, na rozdíl od starších počítačových sestav s předchozími verzemi operačního systému [45].

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

Blokové schéma měřicího systému TDRS s ovládáním relé pomocí napěťového zdroje elektrometru ukazuje obr. 4.11. Řídicí osobní počítač vhodné konfigurace zde přes komunikační sběrnici GPIB plně ovládá elektrometr Keithley 617 nebo teoreticky libovolný jiný citlivý přístroj obdobného technického provedení. Počítač realizuje i přenos a ukládání přímo měřených dat z elektrometru. Měřeným objektem může být vzorek dielektrika umístěný ve zvoleném typu elektrodového systému. Pro nabíjení měřeného dielektrického vzorku je určen stabilizovaný napájecí zdroj; jedná se o další samostatný napájecí zdroj, nikoliv o univerzální zdroj integrovaný v použitém elektrometru. Provedení elektrodového systému včetně dalších částí měřicího obvodu musí vyhovovat požadavkům dobrého stínění i odolnosti propojení vůči okolním rušivým signálům. Pro tento popis uvažujeme použití tříreléového kontaktního systému se čtyřvodičovým připojením vzorku. Tento obvod obecně zprostředkovává přepojení systému mezi režimy nabíjení a vybíjení vzorku dielektrika; výstup určený pro připojení pikoampérmetru se propojuje se vstupem elektrometru speciálním nízkošumovým stíněným kabelem, dodávaným výrobcem přístroje.

Důležitou částí aparatury TDRS je obvod řízení reléového přepínacího systému. Pro tyto účely byl vyvinut řídicí obvod umožňující řídit tříreléový i jiný obdobný kontaktní systém, přičemž jediným vstupním řídicím logickým signálem je upravený napěťový výstup z elektrometru a výstupem řídicího obvodu jsou následně tři logické signály s úrovněmi určenými pro připojení cívek ovládacích relé. Ochranný oddělovací obvod naznačený v blokovém schématu realizuje galvanické oddělení a převod hodnoty napětí zdroje elektrometru na logický signál; obvod obsahuje na vstupu Graetzův usměrňovač, rezistorový dělič napětí a ochrannou Zenerovu diodu. Uvedené prvky řídí tranzistor typu MOSFET a chrání celý obvod i pro případ, že by došlo k mylnému nastavení plného napětí zdroje elektrometru (tj. 100 V). Galvanické oddělení zajišťuje relé; stav jeho spínacího kontaktu udává logickou úroveň řídicího signálu, který se tímto přivádí do bloku řízení relé. Při napětí zdroje elektrometru 10 V je kontakt relé sepnut, což odpovídá úrovni logické jedničky. Časové průběhy logických úrovní vstupních a výstupních signálů obvodu řízení relé ukazuje obr. 4.12. Sepnutí kontaktního výstupu ochranného obvodu je značeno signálem „VST.“ s hodnotou log. 1, což je vstupní signál pro obvod řízení relé. Obvod řízení relé je zapotřebí před měřicím cyklem uvést do definovaného stavu použitím tlačítka, viz signál „TL“. Ostatní signály v časovém diagramu značí jednotlivé tři výstupy pro připojení relé přepínacího kontaktního systému měření TDRS.



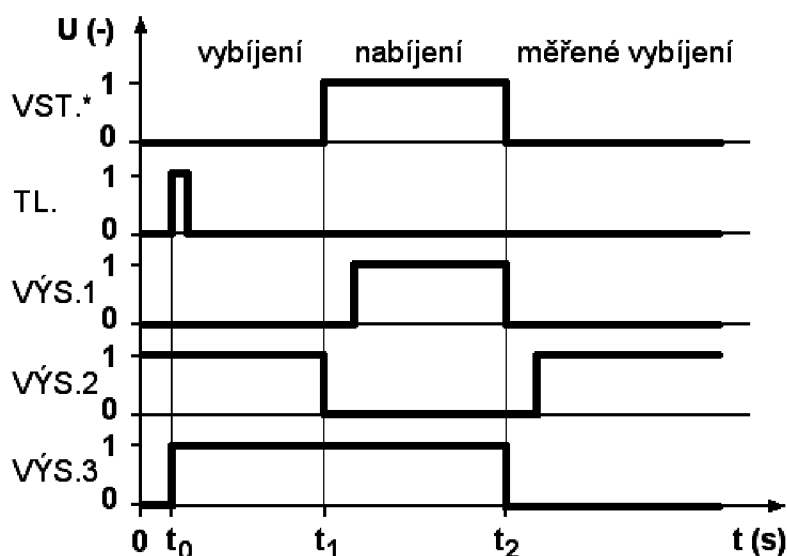
Obr. 4.11 Blokové schéma zapojení měřicí aparatury s ovládáním relé napěťovým zdrojem elektrometru.

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

Předpokládáme-li použití tříreléového kontaktního systému dle obr. 4.6, třetí relé připojené na posílený výstup klopného obvodu R-S zkratuje svorky měřicího pikoampérmetru v průběhu prvních dvou fází měřicího cyklu, aby tento přístroj neovlivňoval definované vybití vzorku před měřením a následné nabíjení vzorku. Rezistor zapojený v sérii s kontaktem relé 3 plní ochrannou funkci pro kontakt

jazyčkového relé. Relé 1 svým párem spínacích kontaktů připojuje vzorek dielektrika na zdroj nabíjecího napětí, přes ochranné rezistory v sérii. Relé 2 v poslední fázi měření svým kontaktem propojuje měřený dielektrický vzorek se vstupními svorkami elektrometru. Ze schématu uvažovaného kontaktního systému a z časových průběhů ovládacích signálů (obr. 4.6, 4.12) je zřejmé, že nesmí dojít k současnému sepnutí relé 1 a 2 a taktéž relé 2 a 3, což je řídicím obvodem zajištěno.

Napájení řídicího obvodu relé a ochranného oddělovacího obvodu obstarávají dva galvanicky oddělené stabilizované napájecí zdroje. Po zahájení měřicího cyklu stisknutím tlačítka „TL“ a spuštěním obslužného programu na počítači se stav kontaktního systému ovládá změnou stavu napětí zdroje elektrometru mezi hodnotami napětí 0 V nebo +10 V. Po ukončení poslední fáze měřicího cyklu (měřeného vybíjení) zůstane systém přepojen trvale ve funkci aktuální měřicí fáze, přičemž měřicí přístroj již nepřenáší žádná další naměřená data řídicí sběrnici do osobního počítače. Pro následující další měření musí být měřicí systém manuálně nastaven do výchozího stavu. To znamená, že systém řízení relé se nastaví do počátečního stavu stiskem ovládacího tlačítka a v obslužném řídicím programu na počítači nastavíme potřebné parametry, tj. časy všech tří fází měření a název souboru pro ukládání naměřených dat. Vzhledem k tomu, že se jedná o doby měření i jeho přípravných fází v relacích řádově jednotek hodin až dnů, není potřeba přítomnosti obsluhy před spuštěním procesu měření vážnou překážkou.

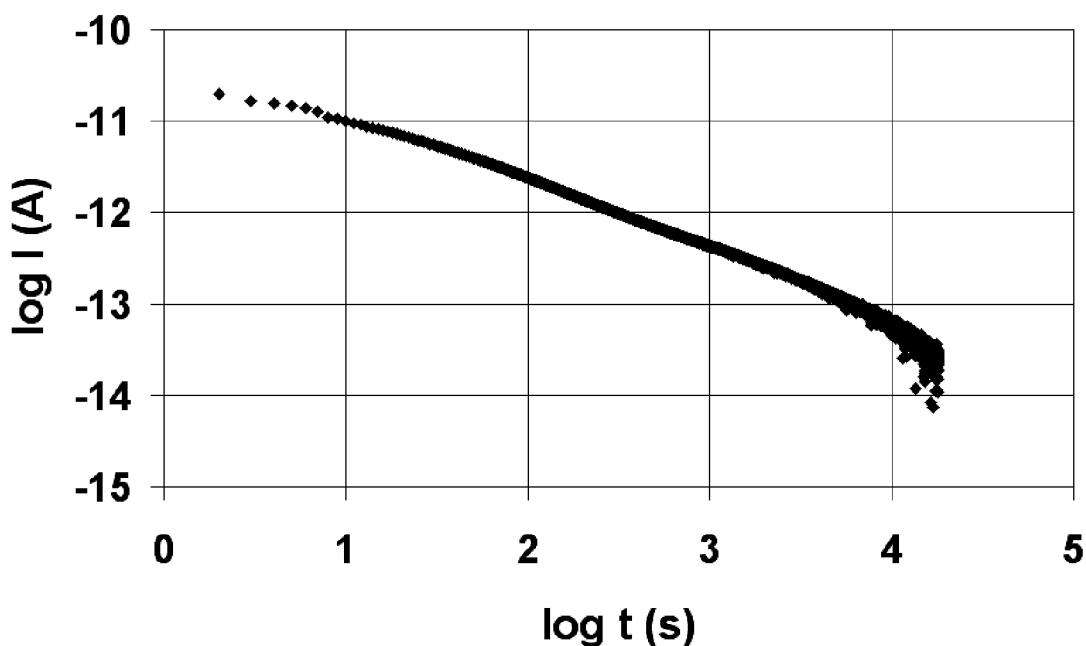


Obr. 4.12 Časová sekvence ovládání relé řídicím obvodem

Uvedené řešení by teoreticky bylo možné rozšířit tak, aby ze strany obsluhy nevyžadovalo ruční nastavení řídicího obvodu vůbec a aby se tak pracoviště stalo plně ovladatelné přes počítač, včetně případného plně dálkového řízení. Rozšíření by mohl zajistit další pomocný systémový blok, zapojený mezi řídicím obvodem relé a ochranným oddělovacím obvodem (obr. 4.11). Pomocný blok by měl jeden logický vstup a dva logické výstupy. První výstup by byl ošetřenou kopií vstupu; druhý výstup by tvořil signál tranzistorového výstupu s otevřeným kolektorem, nahrazující ruční sepnutí tlačítka pro počáteční nastavení obvodu na začátku první fáze měření. Tento signál by se aktivoval před spuštěním celého měřicího cyklu tím, že by v intervalech

jedné sekundy řízený zdroj elektrometru měnil hodnotu napětí mezi 0 V a +10 V, a to přesně po dobu tří sekund. To na výstupu oddělovacího obvodu znamená 3 půlperiody obdélníkového signálu obklopené z obou stran časové osy nulovým signálem. Tuto sekvenci lze již detekovat porovnáním vstupního signálu se stavem monostabilního klopného obvodu spuštěného sestupnou hranou téhož signálu. Řešení s uvedeným principem nebylo prakticky vyzkoušeno.

První část měření probíhala na tříreléové měřicí aparatuře (se čtyřvodičovým připojením vzorku) obvodově zapojené dle schématu na obr. 4.6. Nyní následuje zhodnocení takto koncipovaného systému. Příklad získaného průběhu vybíjecího proudu dielektrika (blanózy F [2]) je uveden na následujícím obr. 4.13; doba nabíjení i vybíjení vzorku se stanovila o délce 5 hodin.

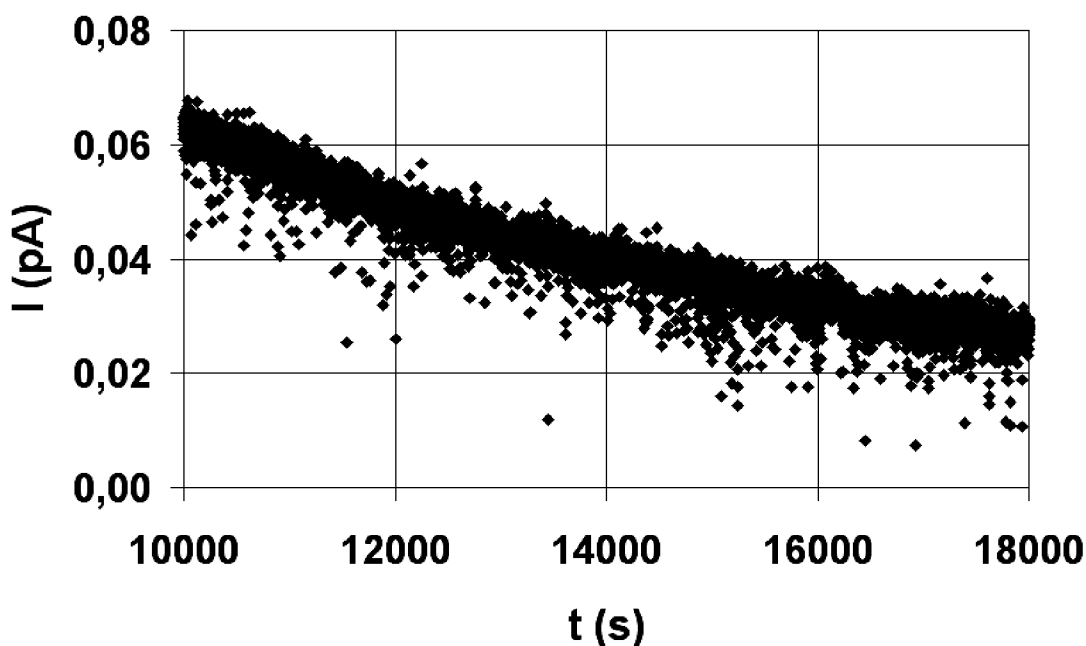


Obr. 4.13 Časový průběh vybíjecího proudu získaný měřicím systémem se čtyřvodičovým připojením vzorku

Z výše uvedeného grafu vyplývá, že konkrétní měřený průběh lze s malou chybou modelovat mocninovou funkcí, neboť v logaritmických souřadnicích reprezentuje prakticky přímku. Na dalším obr. 4.14 je v lineárních souřadnicích zobrazen detail poslední části snímaného signálu vybíjecího proudu předchozího průběhu, na němž lze snadno pozorovat relativní míru šumu přímo měřeného signálu.

Kontaktní systém se nachází umístěn v tlustostěnné kovové stínící skřínce, aparatura je podložena uzemněnou kovovou deskou. Při zamyšlení nad zapojením citlivých částí tříreléového systému můžeme pozorovat, že nejchoulostivější body systému, tj. uzly zapojení maximálně citlivé na indukované rušení, tvoří zakončení vstupního kabelu elektrometru krokosvorkami. Připojení vnitřního („živého“) vodiče stíněného kabelu je obvodově provedeno vyhovujícím způsobem, během třetí fáze měření při měření vybíjecího proudu je vstupní vodič připojen na vývod vzorku dielektrika a na upravený vývod kontaktu jazýčkového relé. Záporný pól vstupu elektrometru přítomný jako stínění je však v podstatě rozveden ke kontaktům tří relé,

což teoreticky v ideálním případě není problém, neboť se jedná o signálovou zem. Z důvodu praktického provedení kontaktního systému ale můžeme předpokládat, že určitá část rušení se i přesto elektromagnetickou indukcí naváže do žádaného měřeného signálu v důsledku zvýšených parazitních kapacit a indukčností vztažených k zemnímu uzlu systému. Ani použití kvalitních stíněných propojovacích vodičů uvnitř kontaktního systému není zcela ideálním řešením; takové řešení může potlačit některý typ indukovaného rušení, ale na druhou stranu znamená nechtěné ovlivnění měření další přidanou parazitní kapacitou a svodovým proudem, byť kvalitního stíněného kabelu.

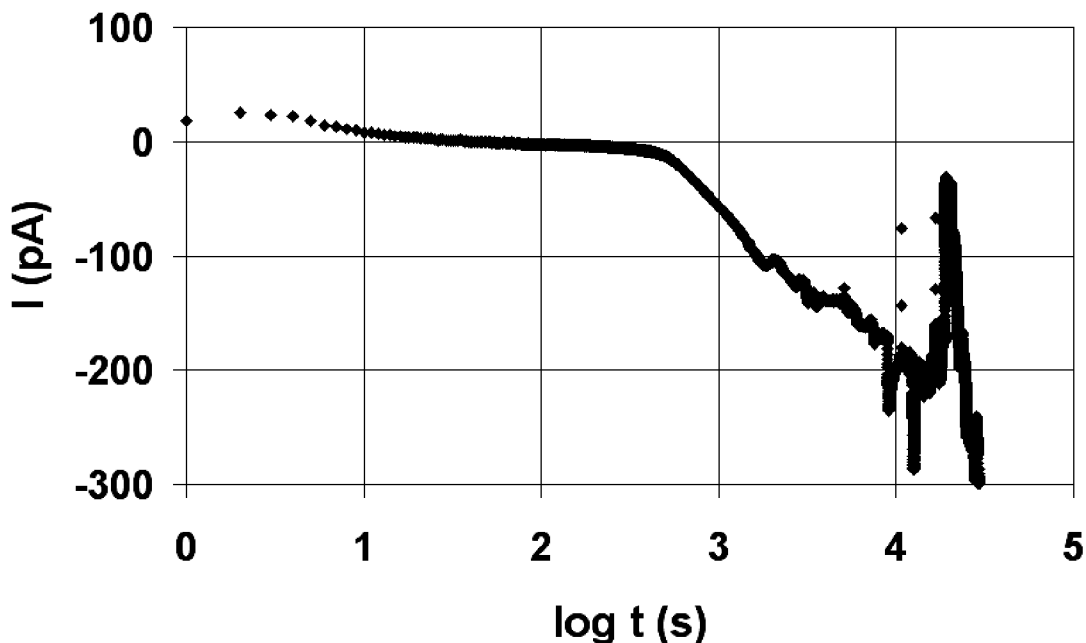


Obr. 4.14 Detail vlivu šumu měření aparaturou se čtyřvodičovým připojením

Kromě zmíněných problémů se při praktických experimentech vyskytly i další nepříznivé jevy. V průběhu měření dielektrických vzorků s velmi malým vybíjecím proudem docházelo často k poklesu vybíjecího proudu do záporných hodnot s prokazatelným trendem dalšího růstu směrem k vyšším záporným hodnotám. Příklad konkrétního měření, u něhož došlo ke zmíněným potížím, ukazuje obr. 4.15. Jednalo se o vzorek karboxymethylcelulózy (blanózy E [2]), který vykazoval relativně nízkou permitivitu a to výrazně nižší než vzorek předchozí, což z hlediska měření v časové oblasti znamená rychlejší pokles vybíjecího proudu k nízkým hodnotám s důsledkem horší šumové imunity.

Pokles vybíjecího proudu dielektrik do záporných hodnot, resp. změna polarity a následný růst velikosti nemá z hlediska teorie fyzikální smysl. Jednou z možných příčin by mohla být nekvalitní izolace živých částí měřicího obvodu, kde se pracuje s velmi nízkými úrovněmi elektrických proudů. Experimenty s použitím dalšího vnějšího stínění měřicí komory ani zkoumání vlivu termoelektrických napětí nebyly úspěšné. Změnou polarity či poklesem vybíjecího proudu dielektrik do záporných hodnot se zabývá např. publikace [46], kde byla v konkrétním případě ověřena spojitost popisovaného jevu s procesem teplotního stárnutí dielektrika.

Z hlediska možností v našich podmínkách již neexistoval způsob, jak výrazně zdokonalit tříreléový systém. Snaha co nejvíce potlačit indukované rušení, šum i další rušivé vlivy již samotnou měřicí aparaturou vedla k poohlédnutí po vhodnějším obvodovém zapojení kontaktního přepínacího systému.



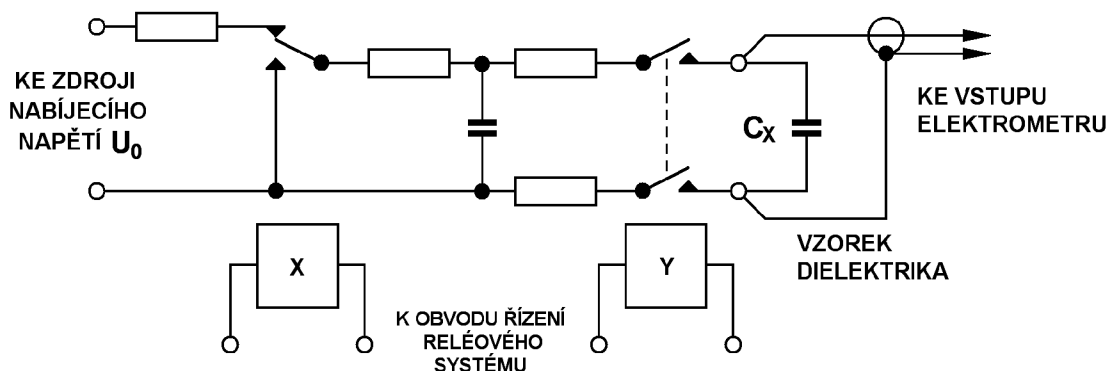
Obr. 4.15 Nepříznivé jevy při měření TDRS (záporný vybíjecí proud)

#### 4.1.2 Měřicí obvod s dvou vodičovým připojením

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

Zmíněné řešení po stránce elektrické maximálně eliminuje parazitní kapacity mezi okolím a měřeným objektem. Výsledná podoba modifikovaného kontaktního systému se

dvěma relé pro měření TDRS je uvedena na obr. 4.16. Relé ve schématu s označením „Y“ je experimentálně upravené jazýčkové relé s párem spínacích kontaktů; vývody kontaktů relé původně vedoucí do plastového krytu byly vyvedeny přímo z jazýčkových kontaktů, tj. jsou zapuštěny ve skleněné baňce. Měřený vzorek dielektrika s nanesenými elektrodami a opatřený přívody se nyní připojuje přímo na vývody jazýčkového relé a paralelně do tohoto bodu zapojení se připojí vstupní stíněný kabel elektrometru (dvouvodičovým způsobem). Toto relé je do obvodu řízení relé připojeno na třetí výstup. První relé ve schématu připojené na výstup 2 řídicího obvodu zajišťuje definované vybití vzorku před měřením.



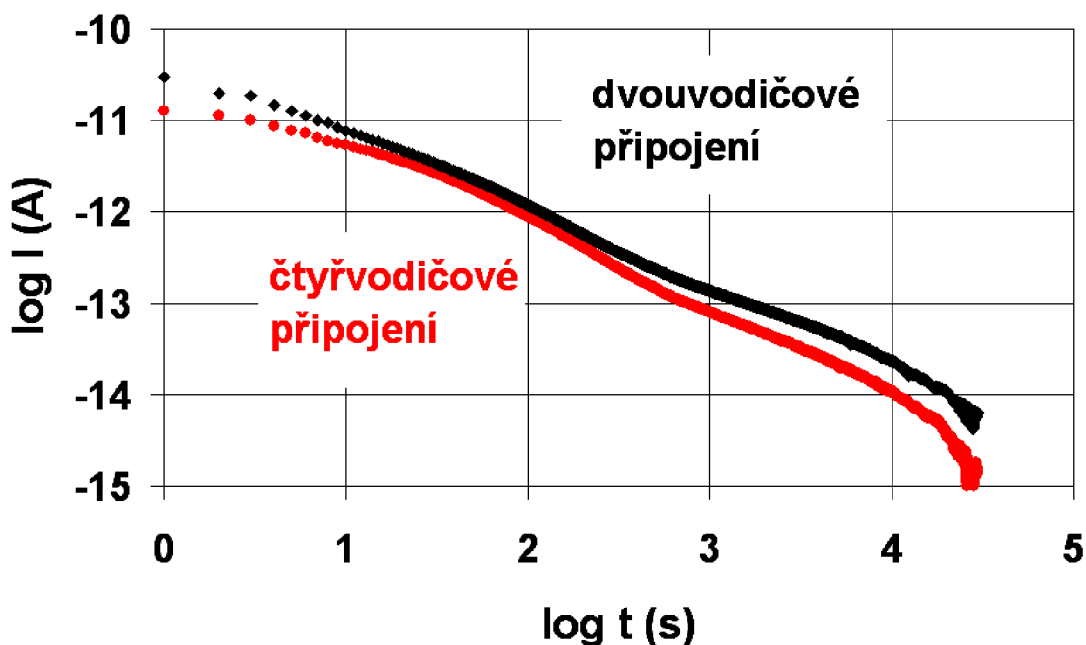
Obr. 4.16 Modifikovaný měřicí obvod TDRS s dvouvodičovým připojením.

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

Diskutované výhodnější parametry měřicího systému s dvouvodičovým připojením vzorku ilustruje obr. 4.17. Zkušební vzorek dielektrika karboxymethylcelulózy (blanózy E [2]) byl postupně proměřen v původní a poté vylepšené aparatuře, a to vždy devětkrát opakovaně. Měření proběhlo v laboratoři dielektrické relaxační spektroskopie na ústavu fyziky FEKT VUT Brno bez dodatečného zajištění stabilizace teploty a vlhkosti; doba vybíjení před měřením i doba nabíjení vzorku se činila 5 hodin. Z původní čtyřvodičově připojené (tříreléové) aparatury byly použity naměřená data z období 10. – 23. 2. 2008. Z aparatury modifikované (dvoureléové) se použila data z období 18. 3. – 9. 4. 2008, přičemž u této aparatury byla selektivně vybrána ta měření, v jejichž závěru se relativní vlhkost v měřeném prostoru blížila shodné hodnotě asi 25 %. Za zmínku stojí skutečnost, že obě srovnávané charakteristiky nejsou již přímo měřené průběhy. Každý dílčí měřený průběh vybíjecího proudu byl

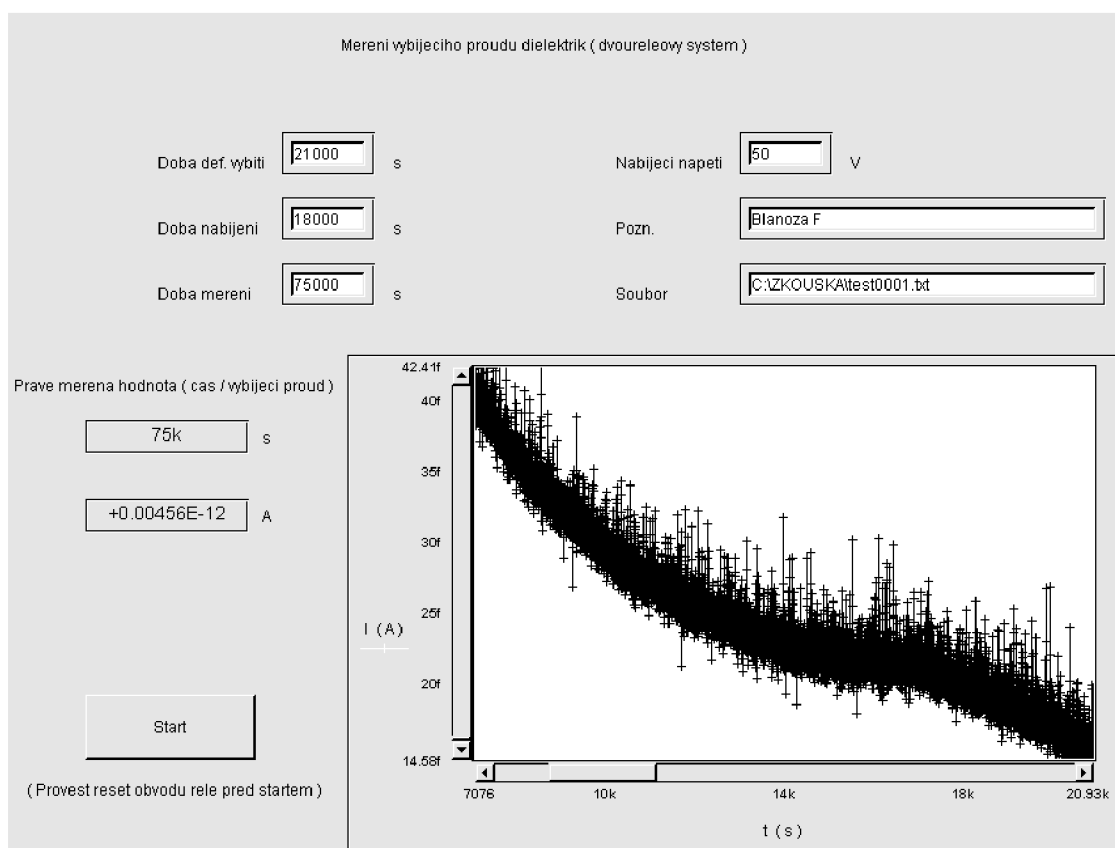


upraven dle postupu popsaného v následující kapitole 2.2 pro potlačení poruch a šumu v získaném signálu. Všech devět vyhlazených průběhů pro každý typ měřicího systému bylo poté zprůměrnováno s použitím statistické funkce medián. Tímto postupem se potlačily možné vlivy nesterilních podmínek měření, jako např. teploty a relativní vlhkosti.



Obr. 4.17 Srovnání měření TDRS oběma aparaturami

Na posledním obrázku (obr. 4.18) této podkapitoly je uvedeno okno obslužného programu na osobním počítači v prostředí Agilent VEE Pro, který po vložení potřebných hodnot uživatelem řídí měřicí proces. Měřicí pracoviště bylo v tomto konkrétním případě doplněno o možnost softwarové volby velikosti nabíjecího napětí. Zdokonalení měřicího pracoviště oproti původnímu popisu proběhlo v rámci řešení grantového projektu FRVŠ 1162/2008/G1, z jehož prostředků byl zakoupen potřebný programovatelný napájecí zdroj Agilent E3649A.



Obr. 4.18 Přední panel programu řízení měření TDRS v prostředí Agilent VEE Pro

#### 4.2 Úprava měřeného signálu

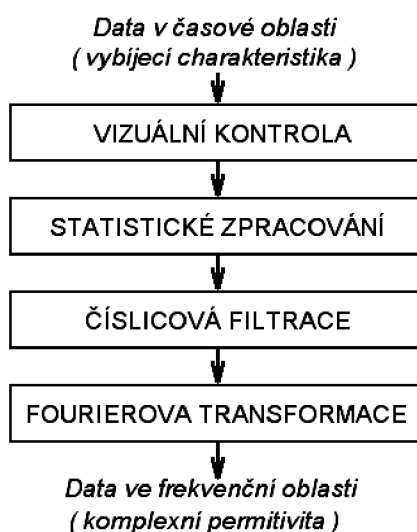
Cílem této části práce jsou operace s již pořízenými signály v časové oblasti.

Nyní se předpokládá, že z provedených měření máme k dispozici v ideálním případě soubor naměřených signálů, získaných opakovaným měřením vybíjecích proudů dielektrik za shodných podmínek pro uvažovaný dielektrický materiál. Třebaže potřebujeme mít k dispozici signály skutečných vybíjecích proudů s rozptylem hodnot daným pouze chováním měřeného materiálu a udávanou přesností měřicího přístroje (elektrometru), v praxi obdržíme naměřené signály poněkud odlišných parametrů. Důvodem je dříve diskutovaná skutečnost, že naše měření spadá do oblasti měření elektrických veličin (napětí, proudů) velmi nízkých úrovní. Měřené relace vybíjecích proudů dielektrik nabývají hodnot, které se s rostoucím časem stále více blíží k hodnotám indukovaného rušení a šumu. Experimentem lze velmi snadno ověřit, že od určité hranice začíná být ovlivnění měřeného signálu těmito nežádoucími jevy neúnosné. Hlavní příčinu tvoří rušivé signály naindukované parazitními vazbami přičítané k žádanému měřenému signálu. Indukované rušení již v těchto časech měření v relativní míře překračuje citlivost, přesnost i stabilitu použitého měřicího přístroje. Zmíněnou hranici, od kdy můžeme rušivé vlivy chápat jako neúnosné, stanovíme na základě provedeného experimentu jako hraniční velikost měřeného vybíjecího

proudu nebo tomu odpovídajícího času. Stanovení této míry použitelnosti přímo měřených výsledků závisí na kvalitě provedení konkrétní měřicí aparatury za předpokladu měření dielektrického vzorku s určitou předpokládanou minimální kapacitou.

Jako výhodnější se jeví určit hraniční velikost měřeného proudu, ale ani toto měřítko není zcela jednoznačné. Např. při použití elektrodového systému a vzorku s větší plochou (a dostatečnou permitivitou) bude vybíjecí proud dosahovat vyšších hodnot, ale díky větším plochám elektrod a tudíž větším parazitním kapacitám mezi měřeným obvodem a okolím může být zároveň větší i indukované rušení k měřenému signálu, hraniční velikost proudu by v tomto smyšleném případě byla vyšší a odpovídající čas by se přitom nemusel změnit nijak výrazně. Experimenty provedeny v podmínkách našeho pracoviště byly ověřeny přibližné hodnoty proudu i času o velikostech 0,1 pA a  $10^3$  s, po jejichž překročení směrem k delšímu měření a tudíž menšímu vybíjecímu proudu přestávají být výsledky přímého měření bez dalších úprav použitelné pro okamžité vyhodnocení.

Následující obrázek ukazuje metodiku postupu úprav, která byla v rámci této práce navržena pro účely zpracování signálů vybíjecích proudů dielektrik. Až na operace číslicové filtrace byly všechny naznačené skupiny úprav signálu prakticky vyzkoušeny a budou podrobně rozebrány v následujících podkapitolách. Zpracování signálu získaného v časové oblasti přímým měřením či jeho úpravy lze rozdělit do tří základních oblastí. Mezi tyto operace patří kontrola měřených signálů, statistické metody pro úpravu měřených signálů a číslicová filtrace.



Obr. 4.19 Schéma postupu úprav dielektrických dat získaných v časové oblasti

Dříve, než se přistoupí k převodu dielektrických dat z oblasti časové do oblasti frekvenční, se získaný signál měřicí aparaturou musí podrobit vhodnému zpracování, aby v dielektrickém spektru nebyly nezaměňovány parametry šumu s parametry měřeného dielektrika. Tyto úpravy lze souhrnně pojmenovat např. jako matematické zpracování signálu; v každém případě se jedná obdobně jako s použitím jakéhokoliv filtru o komplikovaný úkol, neboť vždy s potřebným potlačením nechtěné složky signálu získáme zároveň nechtěné poškození signálu žádaného. Jinak řečeno, ani v oblasti dielektrik si v praxi nemůžeme být zcela jisti, zda některé potlačené části

sejmutého signálu nebyly právě dány odlišným chováním zkoumaného vzorku, na rozdíl od očekávání.

#### 4.2.1 Kontrola přímo měřeného signálu

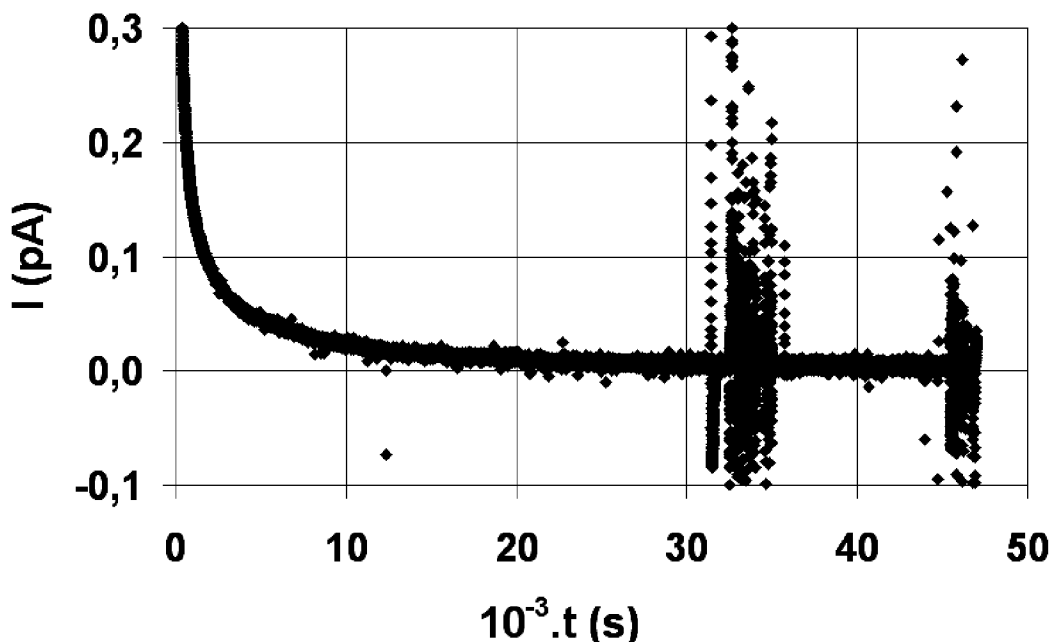
Předpokládejme, že máme k dispozici konkrétní přímo měřený průběh vybíjecího proudu v čase zkoumaného dielektrika; vytvořený program v prostředí Agilent VEE Pro uloží tyto data pro další zpracování ve formátu textového souboru, kde každý řádek obsahuje uspořádanou dvojici času a odpovídající hodnoty proudu. Prvním krokem před jakýmkoliv dalším zpracováním tohoto signálu, který musíme vždy provést, je jeho vizuální optická kontrola. Tato část operací se získaným signálem slouží ke zjištění, zda průběh odpovídá průběhu očekávanému pro daný typ měřeného dielektrika a zda není zatížen hrubými chybami. Samozřejmostí pro usnadnění této části zpracování výsledků je použití výpočetní techniky. I když bychom rádi zautomatizovali i tuto první část úprav získaného signálu, aby měření i zpracování proběhlo plně automaticky, musíme se přece jenom spokojit se zásahem lidského faktoru resp. obsluhy. Jedině tak se zajistí vyhovující spolehlivost veškerého nakládání s výsledky přímého měření; v opačném případě by hrozilo následující zbytečné zpracování již zpočátku znehodnocených výsledků.

Níže popisované metody kontroly signálů budou pro názornost ukázány na konkrétním změřeném průběhu vybíjecího proudu dielektrika. Jedná se opět o konkrétní měření vzorku karboxymethylcelulózy (blanózy E [2]) provedené na našem ústavu UFYZ FEKT VUT Brno, dne 7.4.2008 modifikovanou aparaturou s dvou vodičovým připojením vzorku. Měření pochází ze série opakovaných experimentů prováděných na testovaném vzorku bez zajištění přesné úrovně teploty a vlhkosti v průběhu takto časově náročných měření. Teplota a vlhkost byla v čase po skončení každého dílčího měření (resp. před startem dalšího měřicího cyklu) kontrolována přístrojem Almemo 2096 s kombinovaným čidlem teploty a relativní vlhkosti. Doba definovaného vybití i doba nabíjení se zvolila o délce 5 hodin, přičemž konkrétní měřená data byla vybrána z těch měření, kdy se relativní vlhkost v laboratoři blížila hodnotě 25 %. V rámci experimentů byl signál vybíjecího proudu snímán po výrazně delší dobu, než která odpovídá použitelnosti dat v oblasti dielektrických měření. Pro přibližná měření TDRS by odpovídala doba měřeného vybíjení času max. 1,6 hodiny (6000 s); vybíjecí proud vzorku z důvodu studia signálů byl měřen oproti předpokladu minimálně po dobu 5 hodin.

V rámci kontroly nejprve signál zobrazíme graficky v lineárním měřítku a použijeme přitom vhodná měřítka os tak, aby odpovídala požadovanému rozsahu měření. Každou naměřenou hodnotu necháme nyní zobrazit jako samostatný bod grafu. Z tohoto grafu můžeme usoudit, jestli se vynesená závislost alespoň řádově blíží očekávanému průběhu vybíjecího proudu dielektrik, tj. jedná-li se o monotónně klesající funkci blízkou exponenciálnímu či mocninnému průběhu. Toto základní zobrazení ukazuje obr. 4.20; i z prvotního zobrazení je patrné, že k drobné poruše v získaných datech došlo v čase kolem 12000 s a k poruchám větším v časech nad 31000 s.

Na obr. 4.21 je uveden upravený graf s lineárním měřítkem os, ve kterém bylo doplněno proložení naměřených hodnot tím nejjednodušším způsobem. Sousední vynesené hodnoty grafu se lineárně propojily bez použití speciálních metod prokládání grafů např. výpočtem aproximační funkce. Z tohoto lineárního zobrazení lze obvykle

vyčíst, zda závislost neobsahuje přílišné hrubé chyby měření, zapříčiněné silnými impulsními poruchami nebo selháním měřicí aparatury. Tyto chyby s výhodou rozpoznáme snadněji díky propojení hodnot grafu bez použití interpolační funkce; hrubá impulsní porucha bude s ostatními body grafu propojena v podstatě téměř svislou úsečkou.

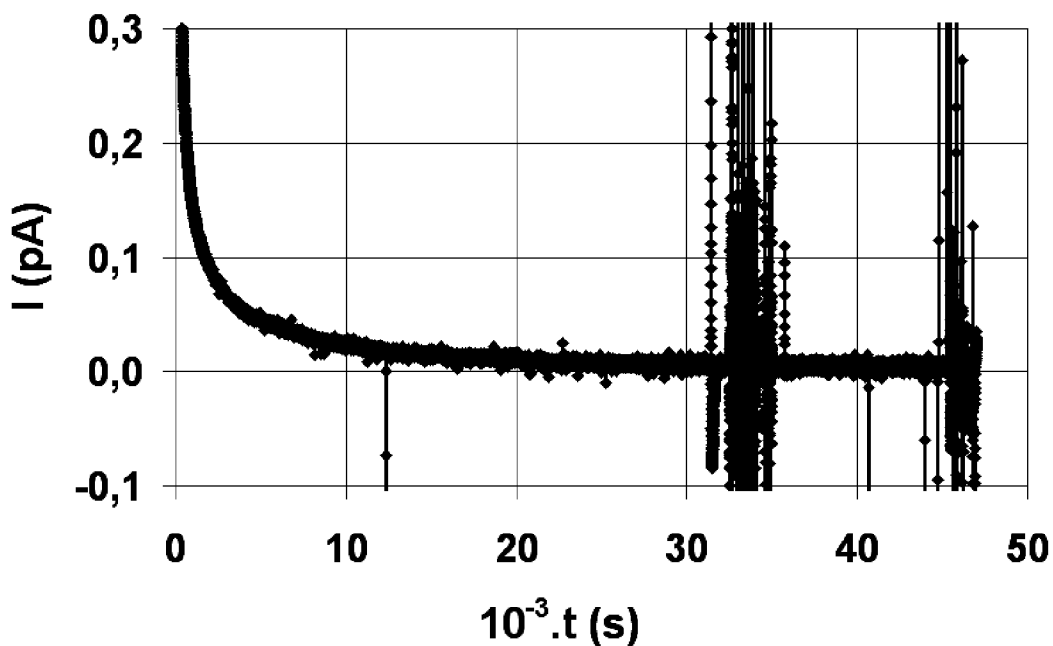


Obr. 4.20 Přímý měřený signál v lineárních souřadnicích bez prokládání hodnot

Pokud se již v tomto stadiu podařilo odhalit menší počet chybně zaznamenaných vzorků měření, můžeme provést jejich korekci náhradou průměrem okolních hodnot nebo pečlivě zkontrolovat výsledek budoucí korekce dat pro tyto časové úseky signálu. Zatím má smysl pozorovat jen extrémně vysoké impulsní poruchy v počáteční části měření. Z grafu vyplývá, že první pozorované rušení se týká většího počtu měřených hodnot v čase a velikostí v hodnotách měřeného proudu není zanedbatelně malé. Rušení v časech nad 31000 s má zřejmě vysokým rozsahem hodnot proudů mimo očekávané hodnoty signálu charakter převážně již téměř neodstranitelných vad signálu. V případě, že již jsou měřené hodnoty velmi nízké a v důsledku okolního šumu lehce oscilují i do záporných hodnot, je možné tyto vzorky dle potřeby nějakým způsobem též eliminovat. Menší počet záporných vzorků lze nahradit vhodnou nízkou nezápornou hodnotou vybíjecího proudu nebo průběh ponechat v dané podobě s tím, že provedeme obdobnou kontrolu signálu znovu po jeho budoucích úpravách.

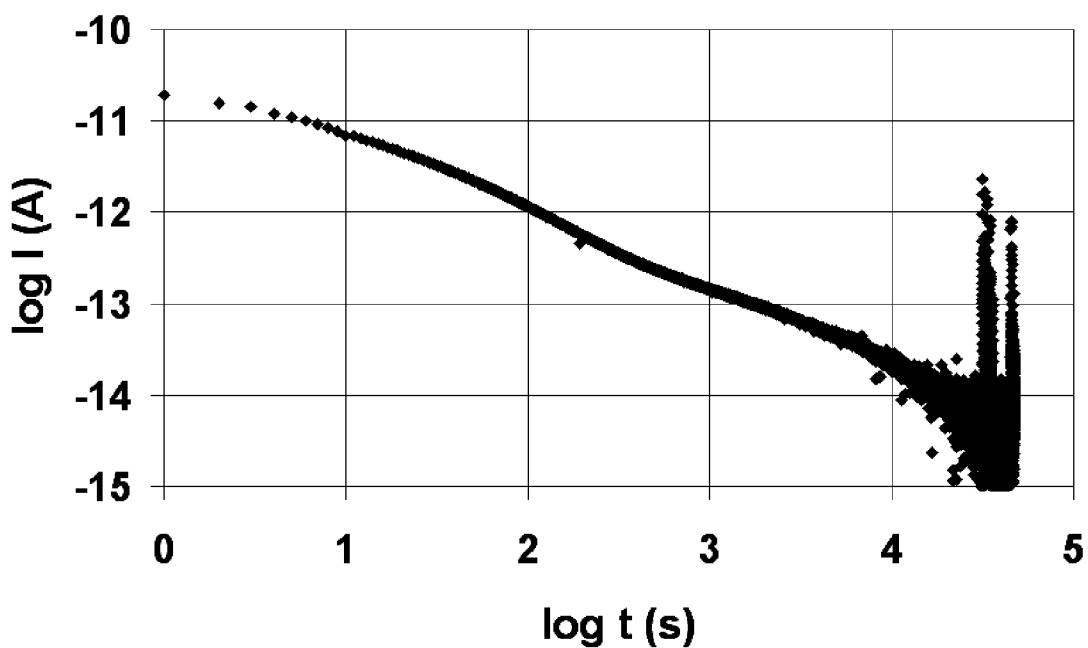
V rámci dalších kroků kontroly signálu se hodnoty signálu vynesou obdobným způsobem do logaritmických souřadnic, tj. použijí se vhodná měřítka os a graf bez prokládání hodnot křivkou. Při tomto zobrazení s použitím logaritmického měřítka na ose proudu i času můžeme lépe posoudit, jaká byla relativní míra šumu v průběhu celého měření. Můžeme také snadněji usoudit, zda-li měřená závislost odpovídá mocninné funkci, což by znamenalo v logaritmickém grafu rovnici přímky. Určitou potíž způsobují prokazatelně chybně změřené hodnoty vybíjecího proudu vykazující záporné hodnoty, jež musí být před vnesením do grafu s logaritmickou osou vynechány

nebo nahrazeny nízkou nenulovou hodnotou. Zobrazení signálu uvedeným způsobem vystihuje obr. 4.22.



Obr. 4.21 Přímě měřený signál v lineárních souřadnicích s proložením hodnot

Díky logaritmickému měřítku grafu již můžeme snadněji pozorovat i menší relativní odchylky signálu od očekávaného vybíjecího průběhu. Případně výrazně větší krátkodobé odchylky impulsního charakteru lze opět nahradit průměrem okolních hodnot.

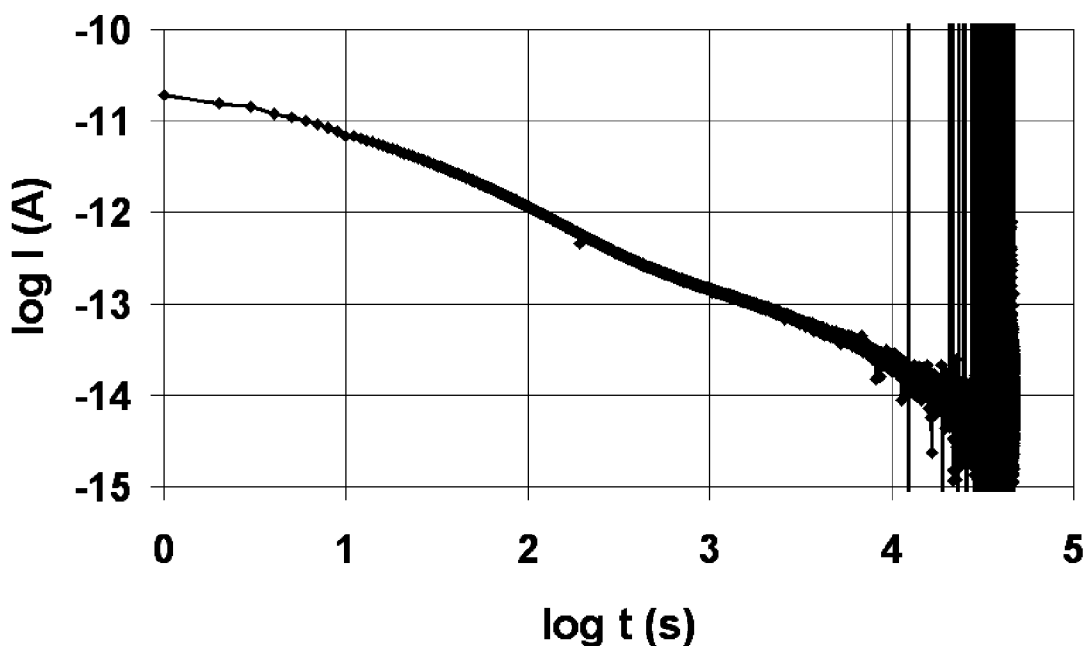


Obr. 4.22 Měřený signál v logaritmických souřadnicích bez prokládání hodnot

V tomto zobrazení můžeme v některých případech pozorovat poruchu v průběhu způsobenou přepínáním rozsahu měřicího přístroje.

V posledním kroku kontroly signálu se předchozí graf doplní opět automatizovaným proložením vynesných hodnot, tj. včetně těch mimo viditelnou oblast grafu v rámci zvoleného měřítka os (viz obr. 4.23). Takový způsob zobrazení nám umožní velmi snadno identifikovat prokazatelně chybné hodnoty přímého měření, které se kvůli vysokým absolutním hodnotám dané veličiny „nevešly“ do grafu s vhodnými měřítka os vztaženými na očekávanou část průběhu a tudíž nebyly nikde viditelně zobrazeny. Díky logaritmickému měřítku grafu umožňuje toto zobrazení získat vyšší citlivost na velké relativní změny v signálu oproti předpokládanému průběhu, resp. okolním hodnotám průběhu.

Nevykazuje-li získaný signál výrazných vad, za něž se nepovažuje obvyklé narůstání relativní míry šumu odpovídající velkým časům měření a zároveň nízkým proudům, ponecháme signál pro účely dalšího zpracování v původní podobě. U diskutovaného konkrétního signálu vybíjecího proudu dielektrika budou potřebné úpravy provedeny s použitím statistického zpracování dat v následující kapitole.



Obr. 4.23 Měřený signál v logaritmických souřadnicích s proložením hodnot

#### 4.2.2 Statistické metody pro úpravu měřeného signálu

Předmětem této podkapitoly budou základní úpravy získaného signálu TDRS, k nimž přistoupíme po jeho prvotní „hrubé“ kontrole popsané v předchozí kapitole. Z globálního pohledu na celý průběh v logaritmických souřadnicích zřejmě usoudíme, že mezi takové úpravy bude namísto aplikovat vhodný typ statistického průměru na získaný datový soubor. Nasazení statistických funkcí průměrů na sledovaný signál se ve výsledku blíží účinkům lineárních filtrů typu dolní propust; pro správnou účinnost těchto úprav by tedy originální signál teoreticky neměl být poškozen účinky

ekvivalentními s účinky nelineárních elektrických obvodů, což však obecně neplatí. Opět narážíme na typický problém z oblasti filtrace signálů i statistiky, neboť sice víme, jak by měl původní signál řádově vypadat, ale zároveň už není jisté, zda nečekané odchylky způsobily nežádoucí jevy při měření nebo právě mimořádná vlastnost měřeného objektu.

První operace s daným signálem v časové oblasti bude pracovat s běžným aritmetickým průměrem určitých vybraných vzorků signálu, jež jsou z hlediska pozice na časové ose vzájemně blízké. Uvážíme-li, že bychom použili běžný aritmetický průměr, tj. střední hodnotu určitého počtu vzorků jdoucích časově po sobě, narazíme na určité obtíže. Nahrazení konkrétního přímo měřeného vzorku proudem aritmetickým průměrem nějakého počtu okolních vzorků v podstatě nedefinovatelným způsobem zkreslí a zpozdí počátek zaznamenaného průběhu vybíjecího proudu v čase. První okamžiky této části průběhu jsou typické rychlým přechodným dějem s relativně velkými hodnotami proudu při relativně velké strmosti poklesu proudu v čase. Vzhledem k vyšším měřeným úrovním proudu bývá obvykle indukované rušení a šum v relativním vyjádření nízké, největší pozorovatelné odchylky v počáteční části průběhu produkuje příčina přechodného děje daná způsobem přepínání měřicího obvodu do funkce měřeného vybíjení a také delší časová odezva měřicího přístroje (elektrometru) v režimu automatické volby rozsahu. V důsledku opožděné reakce elektrometru mohou být počáteční vzorky měřeného proudu a dále vzorky v okolí další změny rozsahu přístroje změřeny s relativně značnou chybou. Tato chyba v zaznamenaném datovém souboru není ve skutečnosti většinou dána naměřenou úrovní proudu, ale odpovídajícím časovým okamžikem pořízení konkrétního vzorku proudu. Důvodem je potřeba konstantního vzorkovacího intervalu pro naše účely, přičemž skutečný čas pořízení vzorků je ve zmíněných kritických okamžicích rozdílný, zpravidla s určitým zpožděním po žádaném čase. Chybu u těchto jevů též nepřímo ovlivňují parametry zkoumaného dielektrika; jsou-li měřené proudy vzhledem k povaze měření relativně vyšších úrovní (např. v relacích desetin až jednotek pA) a zároveň strmost poklesu proudu není příliš velká (např. méně než 1 pA/min), tak přepnutí rozsahu měřicího přístroje proběhne bez zmíněných rušivých jevů a v naměřených datech není prakticky pozorovatelné.

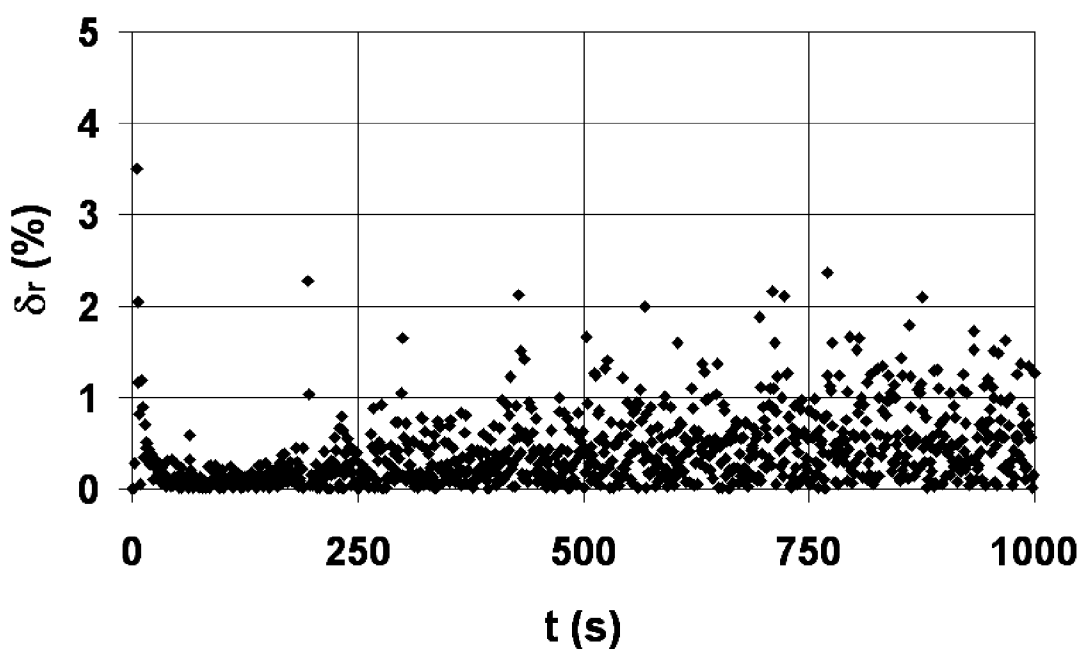
Předpokládejme tedy, že počáteční část průběhu, prvních několik desítek vzorků jsme měřicí aparaturou zachytili se zanedbatelnou relativní chybou kromě vzorků ležících v okolí diskutovaných kritických časových okamžiků při přepínání rozsahu přístroje. Převážná část počátečních měřených vzorků jsou zřejmě správně zaznamenané měřené hodnoty a nesmí být dále upravovány. Soustředme se dále na způsob, jak identifikovat právě ty vzorky naměřené charakteristiky zatížené výraznou chybou.

Po experimentálním ověření účinnosti metod statistického zpracování dat byly vyzkoušeny dva po sobě následující způsoby úprav těchto dat získaných přímým měřením. Kvůli nutnosti, aby nebyla poškozena počáteční část signálu, což odpovídá časům řádově do několika stovek sekund, použil jsem automatizované vyřazení „mimotolerantních“ vzorků. Z tohoto požadavku vyplývají dvě úlohy k řešení; jednak určit, na základě jakých kritérií považovat vzorek naměřeného proudu za mimotolerantní, a také jakou hodnotou nahradit právě vyřazený mimotolerantní vzorek. Pro účely dalšího zpracování není totiž možné v obecném případě ponechat datový soubor bez některých měřených hodnot, byť na dané časové pozici bylo měření prokazatelně zatíženo vysokou chybou. Kritérium pro nalezení naměřeného vzorku mimo uvažované toleranční pásmo bylo zvoleno s ohledem na očekávaný průběh.



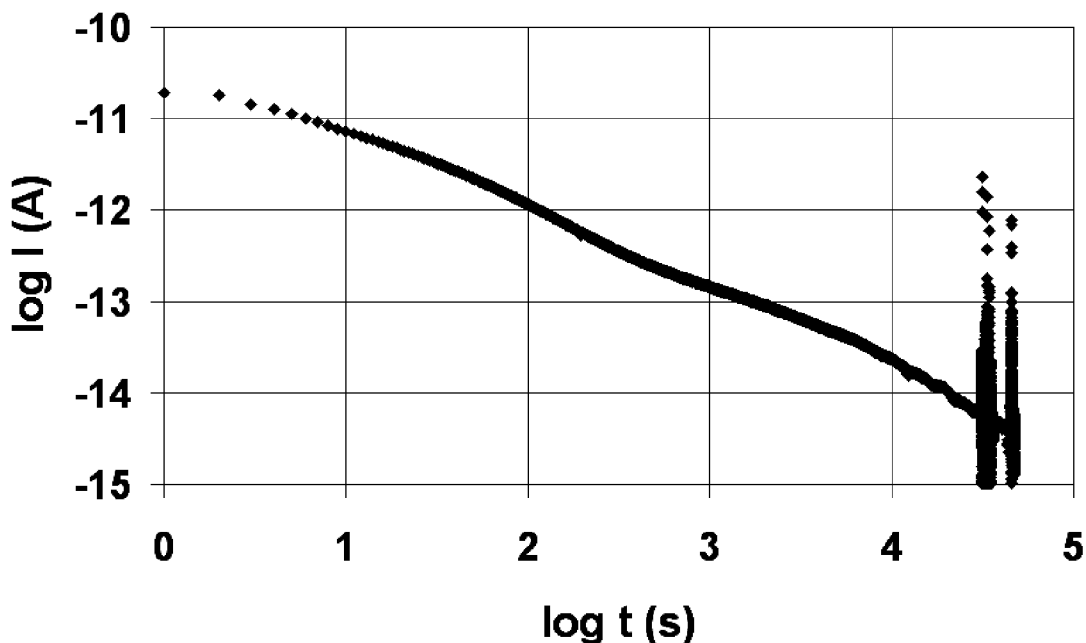
V počáteční části charakteristiky chybné vzorky pozorujeme spíše jako ojedinělé hodnoty s charakterem krátkého impulsu relativně vyšší hodnoty. Při posuzování, zda leží libovolný vzorek v určeném intervalu, se stanovil následující postup. Vybere se konkrétní vzorek měření a vypočte se aritmetický průměr určitého počtu okolních vzorků, tj. do průměru nezahrneme posuzovaný vzorek. Hledaným kritériem bude relativní vyjádření odchylky velikosti posuzovaného vzorku a průměru okolních hodnot. Procentuelně tedy vyjádříme tuto odchylku následovně: určí se absolutní hodnota rozdílu konkrétního vzorku proudu a aritmetického průměru určitého počtu okolních hodnot, tato hodnota se podělí již vypočteným aritmetickým průměrem. Relativní odchylku pak pro přehlednost vyjádříme v procentech. Na následujícím obr. 4.24 je ukázána zmíněná relativní odchylka aplikovaná pro počáteční část konkrétního signálu kontrolovaného v předchozí kapitole; průměr okolních hodnot byl pro těchto prvních 1000 vzorků stanoven vždy ze čtyř okolních vzorků.

Bude-li vyjádřená relativní odchylka od průměru okolních hodnot v některých časech vyšší, než stanovená mez, řekneme, že daný vzorek je mimo požadovanou toleranci. Takový vzorek dle diskutovaných požadavků nahradíme již získaným aritmetickým průměrem okolních hodnot. Tento postup provedeme pro všechny měřené hodnoty zaznamenaného datového souboru; výsledný efekt můžeme s výhodou pozorovat v logaritmických souřadnicích. Už z povahy měřeného signálu a z relativní míry šumu je patrné, že parametry algoritmu pro náhradu vzorků mimo určenou toleranci musíme operativně volit na základě konkrétních dat, jež máme k dispozici. Především musí být vhodně zvolena procentuelní hranice, od níž vzorky vyřadit a nahradit, a variabilně musí být zvolen počet okolních vzorků, s jejichž průměrem počítáme. Nižší počet okolních vzorků uvedeného testu volíme pro počáteční část signálu, a vyšší počet pro další části signálu. Pro konkrétní signál a další signály získané opakovaným měřením téhož vzorku za téměř shodných podmínek jsem zvolil povolenou mez o velikosti 1 %. Všechny vzorky, u nichž odchylka od průměru převyšuje uvedenou mez budou nahrazeny aritmetickým průměrem okolních hodnot.



Obr. 4.24 Relativní odchylka měřených hodnot od průměru okolních hodnot

Upravený průběh původního přímo měřeného signálu ukazuje obr. 4.25. Pro vzorky signálů do času 1000 s (měřených po 1 s) byly do výpočtu průměru okolních vzorků zahrnuty celkem čtyři okolní vzorky, pro zbytek signálu 28 okolních vzorků. Výpočty byly provedeny v tabulkovém procesoru MS Excel.

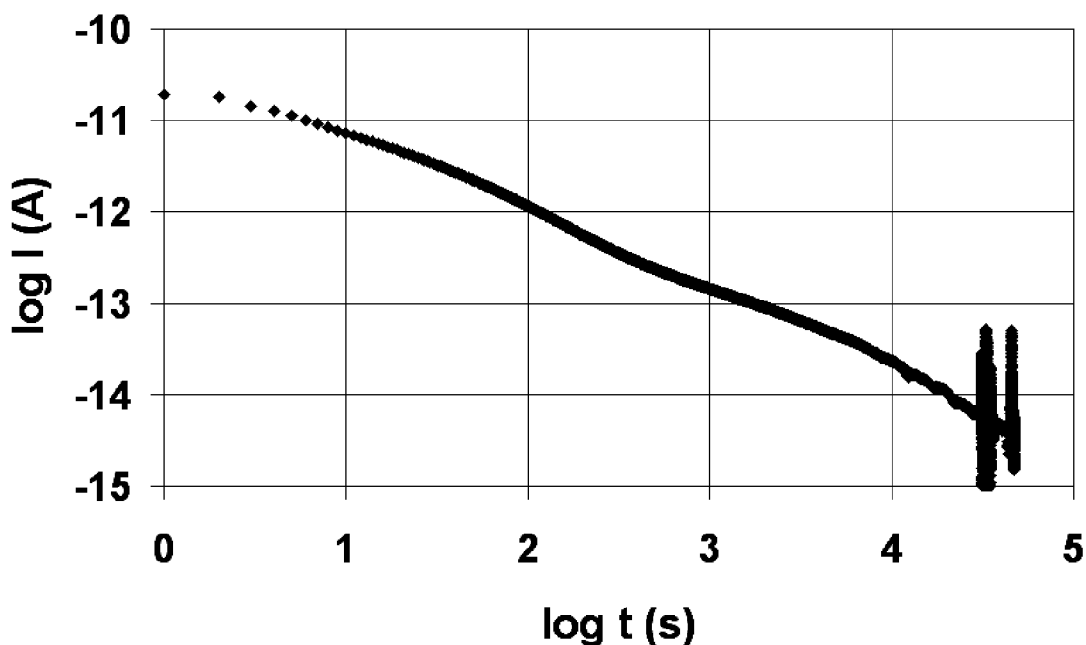


Obr. 4.25 Upravený průběh po vyřazení vzorků mimo povolenou toleranci

Z upraveného průběhu výše popsaným algoritmem můžeme pozorovat, že relativní míra šumu byla do jisté míry potlačena. V případě konečné části signálu s vysokou relativní úrovní šumu je již potlačení šumu nedostatečné; pro tuto část signálu bude vhodnější zpracovat data znovu jiným typem statistické funkce. Na poslední část upraveného signálu bylo shledáno použít statistickou funkci medián. Tento typ průměru je výhodný pro případ průměru dat, které obsahují určitý počet prokazatelně vadných vstupních hodnot, jejichž velikost je výrazně rozdílná oproti aritmetickému průměru všech ostatních hodnot. Použití standardního aritmetického průměru není v takovém případě dostatečně účinné. Funkce medián umožní zvolit takovou hodnotu ze vstupního souboru dat, která se nejvíce blíží aritmetickému průměru, přičemž prokazatelně chybné naměřené hodnoty jsou bezpečně eliminovány. Výsledek použití statistické funkce medián je ukázán na obr. 4.26 níže.

Statistická funkce medián je v podstatě speciální variantou vyjádření průměru; medián je hodnota středního prvku výběrového souboru dat seřazeného podle velikosti hodnot. V oblasti TDRS bude výběrovým souborem pro aplikaci funkce medián množina po sobě jdoucích vzorků vybíjecího proudu, jež byly naměřeny i zkontrolovány. Medián daného souboru získáme setříděním množiny všech hodnot souboru (reálných čísel) od nejmenší po největší a následně výběrem té hodnoty, která se nachází přímo uprostřed takto setříděného seznamu. Snadno již shledáme, že pokud zkoumaný výběrový soubor dat obsahuje několik ojedinělých hodnot zatížených hrubou chybou, s hodnotami výrazně menšími nebo většími oproti zbytku hodnot, tak tyto ojedinělé hodnoty nebudou mít žádný vliv na výsledek použité statistické funkce

medián; v seřazeném seznamu hodnot výběrového souboru leží totiž hodnoty s hrubou chybou mimo střední část takto uspořádaného seznamu, odkud se vybírá přesně prostřední prvek. Eliminace menšího počtu hodnot s hrubou chybou funkcí medián jsou vlastnosti, které s výhodou využijeme v oblasti TDRS při zpracování hodnot vybíjecího proudu dielektrik.



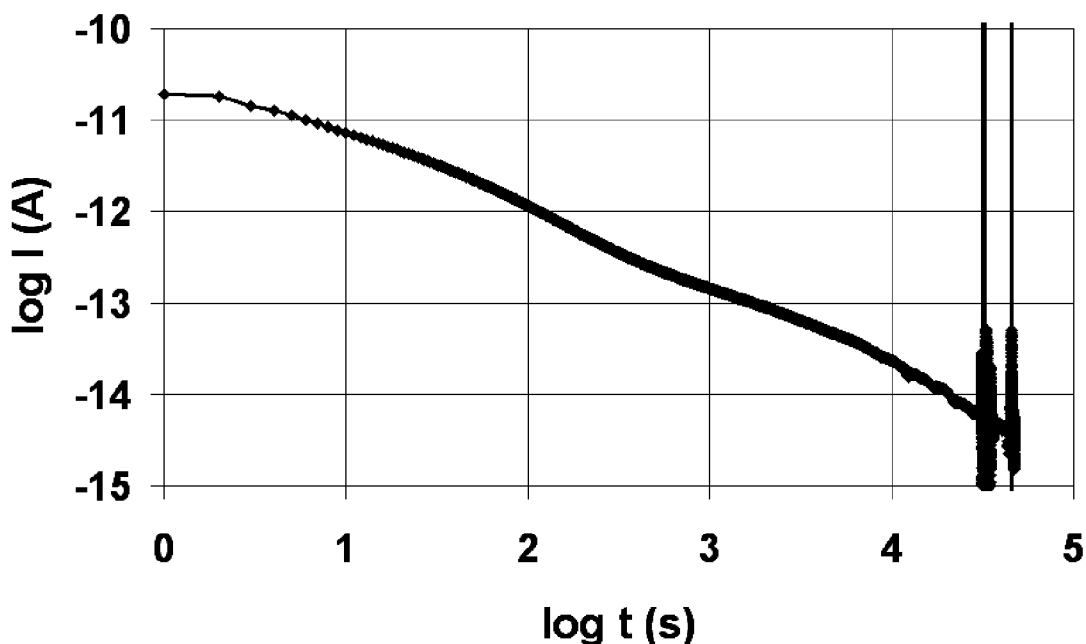
Obr. 4.26 Upravený průběh po aplikaci statistického průměru medián

Vzhledem k detailním vlastnostem funkce medián, jako jsou možnost eliminace více hodnot s hrubou chybou a získání průměru, bude výhodné použít tuto funkci spíše pro část signálu s malou strmostí poklesu v čase. Ideálně by se mělo jednat o shodná opakovaná měření dané veličiny, v případě měření TRDS aplikujeme funkci medián na tu část signálu, jenž odpovídá pomalejšímu poklesu proudu v čase; v této druhé části sejmutého signálu s časem řádově nad  $10^3$  s již výrazně narůstá vliv šumu v signálu a zároveň se hodnota užitečného signálu v časovém okně o velikosti několika desítek sekund prakticky příliš nemění. I kdyby došlo v konečné části původního měřeného signálu k jeho rychlým změnám, zřejmě by vlivem špatných šumových poměrů ve skutečně získaném signálu tyto rychlé změny nebyly pozorovatelné.

Vstupním signálem byl dříve upravený signál s nahrazenými vzorky ležícími mimo zvolené toleranční pásmo. Funkce medián byla aplikována pro vzorky s časy nad 1000 s, přičemž každý dílčí vzorek s informací vybíjecího proudu v čase byl nahrazen mediánem 30 okolních hodnot vstupního datového souboru; do výpočtu mediánu je nyní zahrnut i zkoumaný prostřední vzorek signálu (vybíjecího proudu dielektrika v konkrétní časový okamžik).

Pro kompletní shrnutí výsledků a účinnosti statistických úprav zvoleného jediného signálu je na obr. 4.27 kopie předchozího grafu korigovaného signálu doplněna o proložení vnesených hodnot jednoduchou funkcí. Z tohoto grafu vyplývá,

že provedenými statistickými úpravami zadaného signálu se nepodařilo dostatečně opravit nejhůře zasaženou část signálu poruchami, což se do jisté míry dalo očekávat.

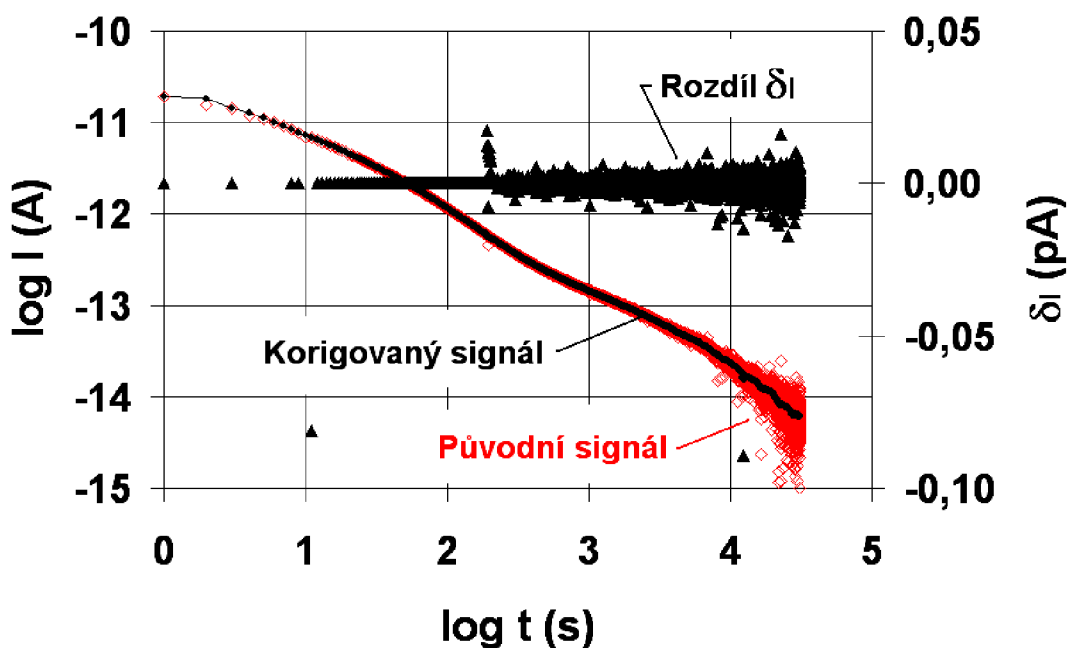


Obr. 4.27 Korigovaný signál jednoho měření s proložením hodnot

Originální data tedy mohou být bez případných problémů způsobených hrubými poruchami, které pronikly na výstup i statistického zpracování, použitelná v rozmezí času do 31000 s. Vzhledem k fyzikální platnosti měřených dat do doby 6000 s získaný výsledek plně vyhoví pro další zpracování. V případě speciálních potřeb by bylo možné pro opravu poškozené části signálu nasadit vhodnou interpolační funkci, neboť se zdá, že směrnice dané závislosti v logaritmických souřadnicích vykazuje pro poslední část měřeného času téměř neměnnou hodnotu. Při tomto řešení však již hrozí možné riziko, že by byla ztracena významná část užitečného signálu a nahrazena jednodušším interpolačním průběhem.

Na dalším obr. 4.28 je uvedeno celkové zhodnocení provedených úprav při aplikaci na jediný vstupní signál vybíjecího proudu dielektrika. V logaritmických souřadnicích jsou vyneseny průběhy měřeného a opraveného signálu s uměle zkráceným časem, aby byl opravený signál technicky použitelný. V semilogaritmickém zobrazení je s lineární osou společně zobrazen chybový signál daný rozdílem měřeného a opraveného signálu vybíjecího proudu.

Výše popsáním způsobem jsou zřejmě vyčerpány standardní možnosti statistického zpracování signálů aplikované na jediný konkrétní signál dielektrických dat v časové oblasti. Poslední možností, jak lze ještě zvýšit účinnost statistického zpracování přímo měřených dielektrických dat TDRS z hlediska potlačení rušivých signálů, je opakované provádění experimentů a následné využití průměru dílčích výsledků [47]. Metodu využití opakovaných měření v časové oblasti byla v rámci možností našeho pracoviště využita.



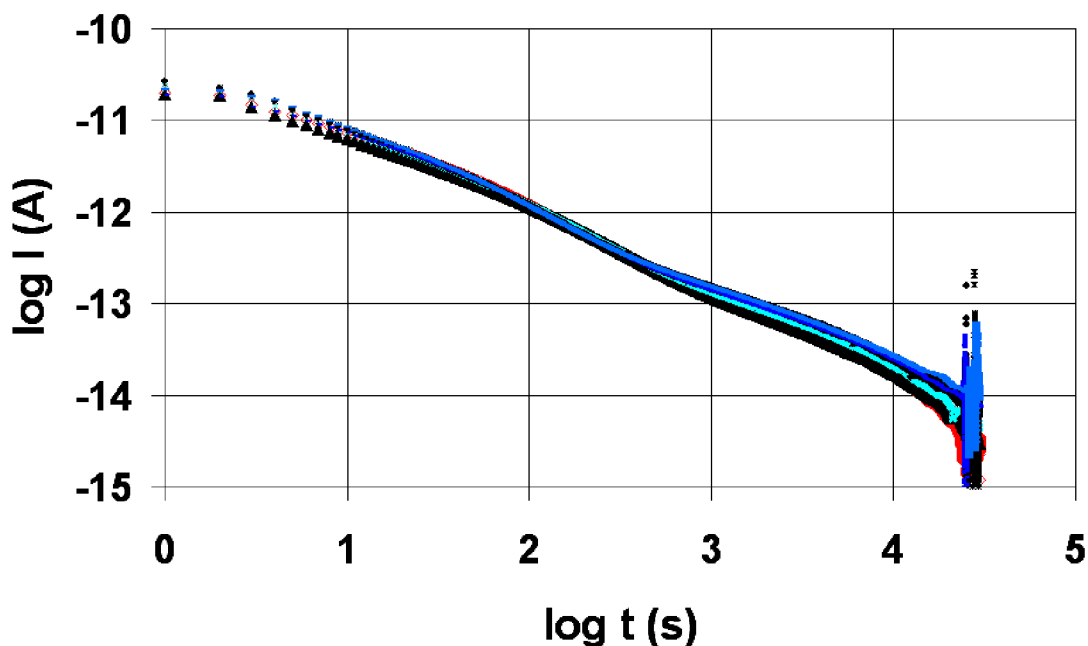
Obr. 4.28 Zobrazení původního, opraveného a chybového signálu

Hlavními problémy opakovaných měření dielektrických dat v časové oblasti jsou časová náročnost a zároveň obtížnost zajistit shodné okolní podmínky měření. Časová náročnost realizovaného dílčího měření se pohybuje v relacích jednoho dne. Větší potíže způsobuje nutnost zajistit shodné okolní podmínky v podobě především shodné teploty a relativní vlhkosti prostoru, kde se nachází měřený vzorek. V ideálním případě by se pro daný účel použil vhodný systém – teplotní komora, kryostatický systém či exsikátor. Zajištění požadované teploty i vlhkosti je technicky značně náročné a i v případě úspěšné realizace může být mnohdy ne zcela slučitelné se systémem měření vybíjecích proudů dielektrik. Potíže nastávají se způsobem připojení a stínění zkoumaného vzorku dielektrika uvnitř měřicí komory. Použití potřebného propojovacího příslušenství včetně speciálních nízkošumových koaxiálních kabelů s rozšířeným teplotním rozsahem může v každém případě zhoršit parametry pracoviště TDRS; principiálně dojde k ovlivnění parametrů měřeného dielektrika parametry propojovacích koaxiálních kabelů a také nastane zhoršení šumových poměrů aparatury větší úrovní indukovaného rušení.

Pokud by se uvažovalo použití kryostatického systému, je nutné si uvědomit, že při činnosti výkonných kompresorových jednotek (nutných pro chlazení vzorku) napájených z elektrorozvodné sítě vzniká silné rušení elektromagnetickým polem a kromě toho jsou současně produkovány silné mechanické vibrace. Obojí může mít obecně za následek další zhoršení šumových parametrů při měření vybíjecího proudu dielektrik.

Na našem pracovišti se prováděla opakovaná měření vybíjecích proudů zvoleného dielektrika bez použití speciálních zařízení pro stabilizaci teploty a relativní vlhkosti (viz obr. 4.29). Teplota a vlhkost dosažená v daných laboratorních prostorech však byla kontrolována po skončení experimentu. Každý experiment a především samotná fáze měření vybíjecího proudu těchto opakovaných měření začínala vždy ve stejnou dobu v průběhu dne. Měření vybíjecího proudu, tedy třetí fáze daného měřicího cyklu následující po nabití vzorku, započalo vždy o půlnoci. To je důležité nejen z hlediska

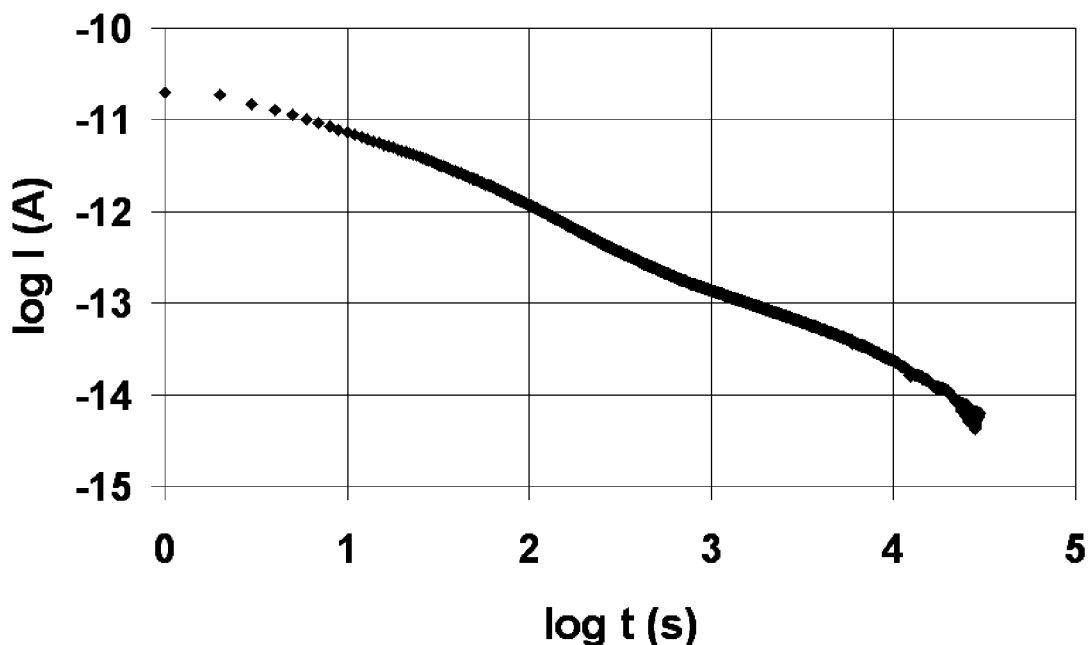
dosažení více podobných hodnot teplot a vlhkosti v průběhu opakovaných experimentů, ale též z důvodu ovlivnění měření menším energetickým rušením z okolí.



Obr. 4.29 Zobrazení korigovaných výsledků devíti opakovaných měření TDRS

Obrázek výše (obr. 4.29) uvádí výsledek devíti opakovaných měření TDRS vybraných z více měření za stanovené podmínky, aby relativní vlhkost okolí v čase ukončení experimentu byla blízká jediné shodné hodnotě, neboť se u daného vzorku karboxymethylcelulózy předpokládá výrazná závislost dielektrických parametrů na vlhkosti. Byly vybrány výsledky přímých měření, které proběhly při relativní vlhkosti okolí asi 25 % v závěru měření. Všech devět změřených signálů vybíjecích proudů bylo podrobena statistickému zpracování dle výše uvedeného postupu a na konkrétním obr. 4.29 jsou zobrazeny právě tyto korigované průběhy.

Výsledný konečný signál se získal aplikací statistické funkce medián na daných devět opakovaně měřených průběhů pro každý měřený časový okamžik, viz obr. 4.30.



Obr. 4.30 Zobrazení statistického průměru medián devíti opakovaných měření

V této části práce jsme se zabývali základními úpravami dat získaných přímým měřením časového průběhu vybíjecího proudu dielektrik. Po provedení uvedených úprav již ve většině případů můžeme takto ošetřený signál považovat za finální výsledek měření vyjádřený v původní časové oblasti, který se podrobí vhodné metodě převodu dat do oblasti frekvenční.

V tento moment zbývá ještě posoudit, zda základní metody zpracování signálu aplikované v časové oblasti byly právě nejvýhodnějším možným řešením. Data byla doposud zpracovávána statisticky včetně průběžné optické kontroly korigovaného signálu. Stanovení hranice, kdy jsou výše popsané metody postačujícím řešením nebo zda musíme použít jiné speciální úpravy, bývá praktickým problémem. Vhodnost základních úprav se odvíjí od povahy skutečně získaného signálu měřicí aparaturou, tj. rozsahu měřených hodnot, strmosti poklesu signálu v čase a odpovídající míry i povahy obsaženého šumu v signálu.

Kontrolu a základní úpravy přímo měřených dat popsané v kapitolách 4.2.1 a 4.2.2 tedy aplikujeme vždy, a až na základě výsledného signálu posoudíme, zda-li by bylo vhodné nasadit další zpracování dat v podobě číslicové filtrace signálu. Pro případné nasazení číslicové filtrace bychom jako vstupní signál použili přímo měřená data po provedené optické kontrole dle kap. 4.2.1. Základní typy číslicových filtrů a metody číslicového potlačení šumu obsaženého v signálu byly rozebrány výše v kapitole 2.3, ale vzhledem k povaze naměřených dat a vlivu měřicí aparatury nebyly dále experimentálně ověřeny.

### 4.3 Převod dielektrických dat do frekvenční oblasti

Cílem této kapitoly je teoretický rozbor procesu převodu dielektrických dat získaných v časové oblasti do oblasti frekvenční. Přestože vyjádření dielektrických dat v obou zmíněných oblastech se považuje informačním obsahem ekvivalentní, tak z hlediska praktické využitelnosti pro většinu aplikací nejen v dielektrické relaxační spektroskopii bývá obvyklé využít dielektrická data vyjádřená jako funkci kmitočtu. V závěru této kapitoly bude uveden použitý algoritmus převodu dielektrických dat získaných aparaturou TDRS do frekvenční oblasti ke stanovení průběhu komplexní permitivity.

#### 4.3.1 Princip převodu dielektrických dat z časové oblasti do frekvenční

Základní myšlenka ekvivalence převodu dielektrických dat spočívá v aplikaci vybraných obecně platných vztahů z teorie dielektrik pro odvození potřebného transformačního výpočtu mezi časovou a frekvenční oblastí. Základní transformační popis lze tedy odvodit použitím vztahu definujícím vektor elektrické indukce (10) a vztahu odvozeným porovnáním vyjádření (15) a (18) a integrací:

$$P = \varepsilon_0 \cdot (\varepsilon_S - \varepsilon_\infty) \cdot \int_0^{\infty} \varphi(t) \cdot E_0 dt , \quad (61)$$

s uvažováním předpokladu, že ke skokové změně intenzity elektrického pole (skokovému poklesu) došlo v nulovém čase v rámci časové osy. Rozšířením aplikace vztahů (10) a (61) pro střídavý harmonický signál a matematickými úpravami se získá vyjádření komplexní elektrické indukce pro tento časový průběh budícího pole:

$$\hat{D}(t) = \varepsilon_0 \cdot \varepsilon_\infty \cdot \hat{E}(t) + \hat{P}(t) \cong \varepsilon_0 \cdot \hat{E} \cdot \hat{E} = \varepsilon_0 \cdot E_0 \cdot e^{j \cdot \omega t} \cdot \left[ \varepsilon_\infty + (\varepsilon_S - \varepsilon_\infty) \cdot \int_0^{\infty} \varphi(t) \cdot e^{(-j \cdot \omega t)} dt \right] , \quad (62)$$

odkud se již provede potřebné vyjádření hlavního transformačního vztahu pro výpočet komplexní permitivity [2]. Následující rovnice tedy vyjadřují základní transformační vztah mezi časovou a frekvenční oblastí pro vzájemný převod dielektrických dat v oblasti dielektrické relaxační spektroskopie, včetně doplnění o výpočty jednotlivých složek komplexní permitivity:

$$\hat{\varepsilon}(\omega) = \varepsilon'(\omega) - j\varepsilon''(\omega) = \varepsilon_\infty + (\varepsilon_S - \varepsilon_\infty) \cdot \int_0^{\infty} \varphi(t) \cdot e^{(-j \cdot \omega t)} dt , \quad (63)$$

$$\varepsilon'(\omega) = \varepsilon_\infty + (\varepsilon_S - \varepsilon_\infty) \cdot \int_0^{\infty} \varphi(t) \cdot \cos(\omega t) dt , \quad (64)$$

$$\varepsilon''(\omega) = (\varepsilon_S - \varepsilon_\infty) \cdot \int_0^{\infty} \varphi(t) \cdot \sin(\omega t) dt . \quad (65)$$



Z praktických důvodů musí být přesně definován vztah mezi funkcí poklesu  $\varphi(t)$  a funkcí danou vybíjecím proudem dielektrika.

V případě vybíjecího proudu dielektrik je funkce poklesu přímo úměrná závislosti vybíjecího proudu dielektrika:

$$(\varepsilon_s - \varepsilon_\infty) \cdot \varphi(t) = \frac{i_{DEPOL}(t)}{C_0 \cdot U_0} . \quad (66)$$

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

$$\varepsilon'(f) = \varepsilon_\infty + \frac{1}{C_0 \cdot U_0} \cdot \int_0^\infty i_{DEPOL}(t) \cdot \cos(2 \cdot \pi \cdot f \cdot t) dt , \quad (67)$$

$$\varepsilon''(f) = \frac{1}{C_0 \cdot U_0} \cdot \int_0^\infty i_{DEPOL}(t) \cdot \sin(2 \cdot \pi \cdot f \cdot t) dt . \quad (68)$$

Praktický problém aplikace transformačních vztahů však spočívá v potřebě znalosti optické permitivity  $\varepsilon_\infty$ , případně i statické permitivity  $\varepsilon_s$  pro přesný výpočet relativní permitivity  $\varepsilon'$ . Potřebné hodnoty permitivity zkoumaného vzorku pro mezní hranice frekvencí jsou v běžných podmínkách obtížně měřitelné či odhadnutelné bez neúměrně vysoké odchylky ve srovnání se skutečnými parametry.

### 4.3.2 Přehled matematických metod převodu dielektrických dat

V této kapitole bude doplněn popis převodu dielektrických dat o konkrétní způsoby aplikace v praxi. Mimo přímé nasazení Fourierovy transformace v diskretní podobě ve formě numerického výpočtu patří mezi nejčastěji používané metody převodu dielektrických dat Hamonova aproximace. Před uvedením konkrétních aplikačních postupů převodu dielektrických dat bude rozebrána další varianta odvození základního transformačního vztahu pro převod dielektrických dat z časové oblasti využívající absorpční konduktivitu [48].

Jak vyplývá z popisu experimentálních měřicích metod, měření velikosti polarizace v čase se provádí nepřímým měřením založeným na měření průběhu proudu dielektrikem po skokové změně intenzity elektrického pole mezi nulovou hodnotou a známou nenulovou hodnotou  $E_0$ . Proudová hustota proudu dielektrikem je dána vztahem:

$$j(t) = \frac{i(t)}{S} = \gamma_0 \cdot E_0 + \varepsilon_0 \cdot E_0 \cdot \delta(t) + \varepsilon_0 \cdot E_0 \cdot h(t) , \quad (69)$$

kde  $\gamma_0$  je měrná elektrická vodivost dielektrika (uvažovaná při expozici dielektrika v konstantním stejnosměrném elektrickém poli),  $\delta(t)$  jednotkový (Diracův) impuls,  $h(t)$  impulsní charakteristika definující jednoznačně daný dielektrický systém. Impulsní charakteristika  $h(t)$  je nyní funkcí s ekvivalentním významem, jako funkce poklesu či

odezvy. Na základě definice funkce impulsní charakteristiky lze odvodit vztah této funkce a přímo měřených dielektrických dat v časové oblasti s cílem získat opět matematický zápis souvislosti mezi touto funkcí impulsní charakteristiky a frekvenčním průběhem komplexní permitivity.

Pro získání důkazu, zda výše uvedená funkce impulsní charakteristiky (69) tvoří v podstatě úpravu standardně využívané funkce poklesu (16), se použije obecné vyjádření hustoty proudu (2) z Maxwellových rovnic:

$$\vec{j}(t) = \gamma \cdot \vec{E} + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} . \quad (70)$$

Po dosazení vyjádření elektrické indukce  $\vec{D} = \epsilon_0 \cdot \vec{E} + \vec{P}$  (10) a uvažování odvození právě pro nabíjecí polarizační proces, při kterém má velikost intenzity elektrického pole průběh daný funkcí jednotkového skoku  $1(t)$ , platí:

$$j(t) = \gamma \cdot E(t) + \epsilon_0 \cdot E_0 \cdot \delta(t) + \frac{dP(t)}{dt} . \quad (71)$$

Dále se vyjádří derivace velikosti polarizace (13) dle času jako:

$$\frac{dP}{dt} = (\epsilon_\infty - 1) \cdot \epsilon_0 \cdot E_0 \cdot \delta(t) + \epsilon_0 \cdot (\epsilon_s - \epsilon_\infty) \cdot E_0 \cdot \varphi(t) , \quad (72)$$

a následně se dosadí zpět do rovnice (71):

$$j(t) = \gamma \cdot E(t) + \epsilon_0 \cdot E_0 \cdot \delta(t) + (\epsilon_\infty - 1) \cdot \epsilon_0 \cdot E_0 \cdot \delta(t) + (\epsilon_s - \epsilon_\infty) \cdot \epsilon_0 \cdot E_0 \cdot \varphi(t) , \quad (73)$$

Nyní se porovnáním rovnic (73) a (69) získá přesný matematický zápis impulsní charakteristiky sledovaného dielektrického systému:

$$h(t) = (\epsilon_\infty - 1) \cdot \delta(t) + (\epsilon_s - \epsilon_\infty) \cdot \varphi(t) . \quad (74)$$

Z provedeného odvození vyplývá, že potřebná časová funkce impulsní odezvy dielektrického systému, která bude využita níže, má průběh přibližně odpovídající funkci poklesu. Další pokračování této varianty odvození transformačního vztahu převodu dielektrických dat do frekvenční oblasti spočívá vydělením původního vztahu (69) intenzitou elektrického pole pro obecné vyjádření závislosti měrné vodivosti dielektrika v čase, a to po aplikaci jednotkového skoku intenzity elektrického pole ve funkci nabíjení dielektrika:

$$\gamma(t) = \frac{j(t)}{E(t)} = \frac{i(t)}{E_0 \cdot S} = \gamma_0 + \epsilon_0 \cdot \delta(t) + \gamma_A(t) , \quad (75)$$

přičemž  $\gamma_A$  je absorpční konduktivita při nabíjení dielektrika s potlačením vlivu vodivostního proudu dielektrik. Absorpční konduktivita v důsledku potlačení vodivostní složky konduktivity v tomto vyjádření v podstatě číselně odpovídá resorpční konduktivitě, kterou již lze snadněji změřit při vybíjení dielektrika, s následujícím zápisem:

$$\gamma_A(t) \cong \frac{i_{DEPOL}(t)}{E_0 \cdot S} = \frac{i_{DEPOL}(t) \cdot \epsilon_0}{C_0 \cdot U_0} , \quad (76)$$

kde  $C_0$  je geometrická kapacita vzorku a  $E_0$  intenzita budícího elektrického pole dle dříve zavedených konvencí:

$$C_0 = \varepsilon_0 \cdot \frac{S}{d}, \quad E_0 = \frac{U_0}{d}, \quad (77)$$

kde  $d$  značí tloušťku dielektrika. Absorpční konduktivita je dána impulsní charakteristikou dielektrického systému, vztaženou k polarizaci:

$$\gamma_A(t) = \varepsilon_0 \cdot h(t). \quad (78)$$

Transformační vztah pro konverzi veličin z časové oblasti do frekvenční lze odvodit i na základě teorie systémů [48]. Dielektrikum se takto považuje za technický systém, jehož vstupní veličinou v časové oblasti je indukce ekvivalentního vakuového kondenzátoru  $\varepsilon_0 \cdot E$  a veličinou výstupní je odpovídající polarizace  $P$  reálného zkoumaného dielektrika; impulsní charakteristika tohoto systému nese označení  $h(t)$ . Hledaný transformační vztah je možno nyní vyjádřit jako frekvenční přenos uvažovaného systému daný Fourierovou transformací jeho impulsní charakteristiky:

$$\frac{\hat{P}(\omega)}{\varepsilon_0 \cdot \hat{E}(\omega)} = \text{FT}\{h(t)\}. \quad (79)$$

Zároveň platí, že levá strana výše definované rovnice tvoří dle (11) standardní definici dielektrické susceptibility:

$$\hat{\kappa}(\omega) = \hat{\varepsilon}(\omega) - 1 = \text{FT}\{h(t)\}. \quad (80)$$

Po vyjádření komplexní permitivity jako funkce kmitočtu, dosazení vztahů (76), (78) se obdrží výpočet:

$$\hat{\varepsilon}(\omega) = \hat{\kappa}(\omega) + 1 = 1 + \text{FT}\left\{\frac{\gamma_A(t)}{\varepsilon_0}\right\} = 1 + \frac{1}{\varepsilon_0} \cdot \int_0^{\infty} \frac{i_{DEPOL}(t)}{E_0 \cdot S} \cdot e^{-j \cdot \omega \cdot t} dt = 1 + \frac{1}{C_0 \cdot U_0} \cdot \int_0^{\infty} i_{DEPOL}(t) \cdot e^{-j \cdot \omega \cdot t} dt$$

Výsledný zde znovu uvedený transformační vztah ekvivalentní rovnicím (67), (68) se získá s uvážením příspěvku rychlých polarizací k celkové permitivitě:

$$\hat{\varepsilon}(\omega) = \varepsilon_{\infty} + \frac{1}{C_0 \cdot U_0} \cdot \int_0^{\infty} i_{DEPOL}(t) \cdot e^{-j \cdot \omega \cdot t} dt. \quad (81)$$

#### 4.3.2.1 Přímá aplikace Fourierovy transformace

Pro převod dielektrických dat definovaných vybíjecím proudem jako funkcí času do frekvenční oblasti lze obecně použít základní transformační vztah (63). Vzhledem k některým praktickým skutečnostem daným povahou získaných vstupních dat však vznikají omezení, která se musí vhodným způsobem respektovat, aby se zajistila správná interpretace získaných dat v budoucím měřítku kmitočtů. Je nutné mít na paměti, že přímo měřená data vybíjecího proudu dielektrik máme zpravidla k dispozici v podobě diskretních vzorků snímaných konstantním vzorkovacím kmitočtem s omezeným časem měření, přičemž tato data jsou uložena ve vhodném typu datového souboru pro zpracování osobním počítačem. Z povahy přímo měřených dat jednoznačně vyplývá, že výpočet integrálu (63) přechází na numerický výpočet sumace

součinu měřené hodnoty a komplexní exponenciály pro každý vzorkovací okamžik. Ideově se tedy jedná o zpracování diskretního signálu diskretní Fourierovou transformací:

$$\varepsilon'(m.\Delta f) = \varepsilon_{\infty} + \frac{\Delta t}{\varepsilon_0} \cdot \sum_{k=0}^{N-1} \gamma_A(k.\Delta t) \cdot \cos(2.\pi \cdot \frac{m.k}{N}) , \quad (82)$$

$$\varepsilon''(m.\Delta f) = \frac{\Delta t}{\varepsilon_0} \cdot \sum_{k=0}^{N-1} \gamma_A(k.\Delta t) \cdot \sin(2.\pi \cdot \frac{m.k}{N}) , \quad (83)$$

kde dostupný kmitočtový krok signálu po transformaci  $\Delta f = 1/(N \cdot \Delta t)$ ;  $\Delta t$  je vzorkovací perioda,  $N$  počet naměřených vzorků (tj. délka signálu v počtu vzorků dat) a maximální možný využitelný kmitočet dle vzorkovacího teorému  $f_{\max} = 1/(2.\Delta t)$ .

Při provádění numerického výpočtu Fourierovy transformace pro účely převodu dielektrických dat je nutné respektovat omezený časový interval, v němž jsou naměřená dielektrická data k dispozici. Prvním problémem činí skutečnost, že s dostupnou technikou je prakticky nemožné změřit dostatečně přesně vybíjecí proud dielektrika pro nulový časový okamžik odpovídající přepnutí systému do funkce vybíjení dielektrika. V tento kritický časový okamžik vznikají v podstatě neodstranitelné chyby jak v časové oblasti, tak v „amplitudové“ (frekvenční), způsobené přechodným dějem při přepínání funkce aparatury a následně též způsobem činnosti elektronického měřicího přístroje (programovatelného elektrometru). Protože z hlediska principu výpočtu Fourierovy transformace musí být známa vstupní veličina (vybíjecí proud) v počátečním „nulovém“ čase, použijeme takto první měřenou hodnotu vybíjecího proudu jako hodnotu odpovídající v nulovém čase bez ohledu na preciznost jejího získání. Před touto aplikací se však provede po předešlé korekci dat optická kontrola, zda právě tato hodnota není zatížena vysokou chybou od očekávaných hodnot. Z důvodu vyšší relativní chyby počátečních měřených hodnot vybíjecího proudu dielektrik je vhodné považovat výsledky Fourierovy transformace u nejvyšších možných kmitočtů odpovídajících vzorkovacímu teorému za výsledky spíše orientační zatížené vyšší relativní chybou. V případech pozorovatelného poškození získaného signálu před transformací je vhodné za dostatečně přesné považovat výsledky měření do nejvyššího kmitočtu definovaného dle Hamonovy aproximace o hodnotě  $0,1/\Delta t$ , tedy do kmitočtu pětkrát nižšího, než po transformaci poskytne výpočet běžnou Fourierovou transformací.

Další již zásadnější potíží z hlediska časových dat získaných přímým měřením je omezená doba trvání celého měření. Pro aplikaci transformačního výpočtu by bylo ideální mít k dispozici měření trvající velmi dlouhou dobu s měřenými hodnotami, které v poslední části měření spojitě klesají k téměř nulovým hodnotám. Použití pouze naměřeného souboru dielektrických dat má po provedení Fourierovy transformace, jak bylo experimentálně ověřeno, za následek „zvlnění“ průběhu spektrální funkce rušivým signálem, jehož perioda opakování na kmitočtové ose činí v jednotkách Hz převrácenou hodnotu doby trvání vstupního zpracovávaného signálu.

Z hlediska praktického řešení byl ověřen přístup k potlačení vlivu nedostatečné doby měření v podobě prodloužení původního signálu vybíjecího proudu dielektrika exponenciálně klesající funkcí dle literatury [49]. Příklad náhrady části signálu navazující exponenciální křivkou je uveden na obr. 4.31; náhrada signálu proběhla od okamžiku 6000 s na časové ose. Jako matematický model se uvažuje funkce vyjadřující exponenciální pokles sledované veličiny dle rovnice (14b), u níž se časová

konstanta získá na základě vypočtené směrnice semilogaritmického grafu a multiplikační konstanta rovnice se dopočte pro poslední uvažovaný časový okamžik původního signálu tak, aby na sebe křivky (původní a doplněný signál) v tomto bodě navazovaly.

Přestože máme z experimentálních důvodů k dispozici dostatečně dlouhý signál vybíjecího proudu s různou kvalitou dle aktuálních podmínek experimentu, v obecném případě mají data fyzikální platnost pouze po dobu rovnou  $1/3$  doby nabíjení měřeného dielektrika [11]. Dle naznačené metodiky tedy prodloužení signálu spočívá v doplnění vlastního signálu od místa jeho konce vhodným pozvolně klesajícím průběhem. Místo konce se standardně volí jako zmíněná maximální doba fyzikální platnosti dielektrických dat v časové oblasti, ostatní nadbytečně získaná měřená data se nahradí doplněným průběhem. Zvolená matematická funkce, jíž se signál „prodlouží“, však nesmí obsahovat žádné lokální extrémy a musí monotónně klesat téměř k nulové hodnotě. Každá tímto způsobem prodloužená funkce daná naměřenými dielektrickými daty se podrobí Fourierově transformaci. Kromě výše uvedeného maximálního kmitočtu použitelného po transformaci se musí respektovat dolní použitelný kmitočet, který se vzhledem k charakteru vstupních dat musí vázat na hodnotu  $1/3$  doby nabíjení dielektrického vzorku před měřením (pro přibližná měření). Odpovídající dolní mez kmitočtového pásma se tedy určí v případě standardní Fourierovy transformace jako převrácená hodnota doby použitelných dielektrických dat.

Z hlediska prakticky provedených měření se v odůvodněných případech vyskytne otázka, zda-li by nebylo možné nějak využít nadbytečně dlouho měřená data vybíjecího proudu. V rámci této úvahy se jedná o data vybíjecího proudu měřená déle než  $1/3$  doby nabíjení dielektrika, která zároveň nevykazují příliš velký šum či jiné poruchy ani známky prokazatelně nedostatečné doby nabíjení. Vybíjecí proud dielektrika zatížený hrubou chybou způsobenou především nedostatečnou dobou nabíjení – tj. nemající z tohoto důvodu zcela jistě fyzikální význam, lze rozpoznat v logaritmickém grafu závislosti proudu v čase jako velmi rychlý strmý pokles proudu k velmi nízkým hodnotám; takový strmý pád funkce vybíjecího proudu bývá pokračováním jinak obvyklého průběhu (v logaritmických souřadnicích např. blízkým lomeným přímkám). V odůvodněných případech je možno v rámci experimentu jako použitelná data použít i fyzikálně neplatnou delší část získaných časových dat, přičemž při interpretaci výsledku experimentu se musí zohlednit povaha dat, tj. výsledné dielektrické spektrum signálu po transformaci odpovídající nejnižším frekvencím je jen hrubým odhadem možné skutečnosti za předpokladu, že vybíjecí proud dielektrika by definovala mocninná funkce. Pro standardní měření s dobrou jistotou výsledku je tedy nutné dodržet fyzikálně dané podmínky experimentu a nejistá data v případě potřeby doplnit řádně provedeným měřením s dostatečnou dobou nabíjení dielektrika.

#### 4.3.2.2 Aproximace funkce poklesu mocninnou závislostí

Přímý výpočet dielektrického spektra aplikací Fourierovy transformace je z praktického hlediska nejpřesnějším možným řešením, zároveň však vykazuje největší výpočetní náročnost včetně výše popisovaných realizačních potíží v podobě úprav vstupních dielektrických dat před samotným zpracováním. Pro usnadnění přepočtu dielektrických dat do frekvenční oblasti byla proto v minulosti vytvořena řada početních

postupů transformace s různým stupněm složitosti i přesnosti, s cílem provést výpočet jednoduše a rychle, mnohdy i bez nutnosti nasazení výpočetní techniky.

První zde uvedený zjednodušený algoritmus převodu dat bude založen na aproximaci funkce poklesu mocninnou závislostí. Pro řadu dielektrik lze totiž nahradit průběh vybíjecího proudu mocninnou funkcí s nepatrnou chybou, tudíž proud, funkce poklesu i absorpční konduktivita nabývají podoby:

$$i(t) = K.t^{-s}, \quad \varphi(t) = \frac{K}{C_0 \cdot U_0 \cdot (\epsilon_s - \epsilon_\infty)} \cdot t^{-s}, \quad \gamma_A(t) = \gamma_A(t=1).t^{-s}, \quad (84)$$

kde  $K$ ,  $s$  jsou konstanty. Absorpční konduktivitu  $\gamma_A$  v tomto vyjádření definuje parametr  $s$  a hodnota této konduktivity v prvním uvažovaném časovém okamžiku při konstantním vzorkování s periodou 1 s. Transformační integrál Fourierovy transformace (63) lze vyjádřit s použitím Eulerovy funkce  $\Gamma$  (gama) jako:

$$\epsilon'(\omega) = \frac{\gamma_A(t=1)}{\omega^{1-s} \cdot \epsilon_0} \cdot \Gamma(1-s) \cdot \sin \frac{s \cdot \pi}{2} \quad \text{pro } 0 < s < 1, \quad (85)$$

$$\epsilon''(\omega) = \frac{\gamma_A(t=1)}{\omega^{1-s} \cdot \epsilon_0} \cdot \Gamma(1-s) \cdot \cos \frac{s \cdot \pi}{2} \quad \text{pro } 0 < s < 1. \quad (86)$$

#### 4.3.2.3 Hamonova aproximace

Hamonova aproximace vychází z předchozího předpokladu, že funkce dielektrických dat v časové oblasti je dána s vysokým stupněm podobnosti mocninnou funkcí. Z důvodu dalšího usnadnění výpočtů je však doplněna podmínka pro exponent této mocninné funkce, aby ležel v požadovaném intervalu:

$$i(t) = K.t^{-s}, \quad s \in (0,3;1,2). \quad (87)$$

Stanovením povoleného intervalu exponentu  $s$  se zajistí požadovaná náhrada části rovnice (86) tak, aby platilo:

$$(\omega t)^s \cdot \Gamma(1-s) \cdot \cos \frac{s \cdot \pi}{2} = 1 \quad \text{pro } t = 0,61 \pm 0,02. \quad (88)$$

Za předpokladu uvedené podmínky již platí užitečné zjednodušení pro převod mezi měřeným časovým okamžikem a odpovídajícím bodem na kmitočtové ose po přepočtu měřené hodnoty Hamonovou aproximací do frekvenční oblasti [2], s předpokladem ekvivalence velikosti vybíjecího proudu a absorpční konduktivity dle vztahu (76):

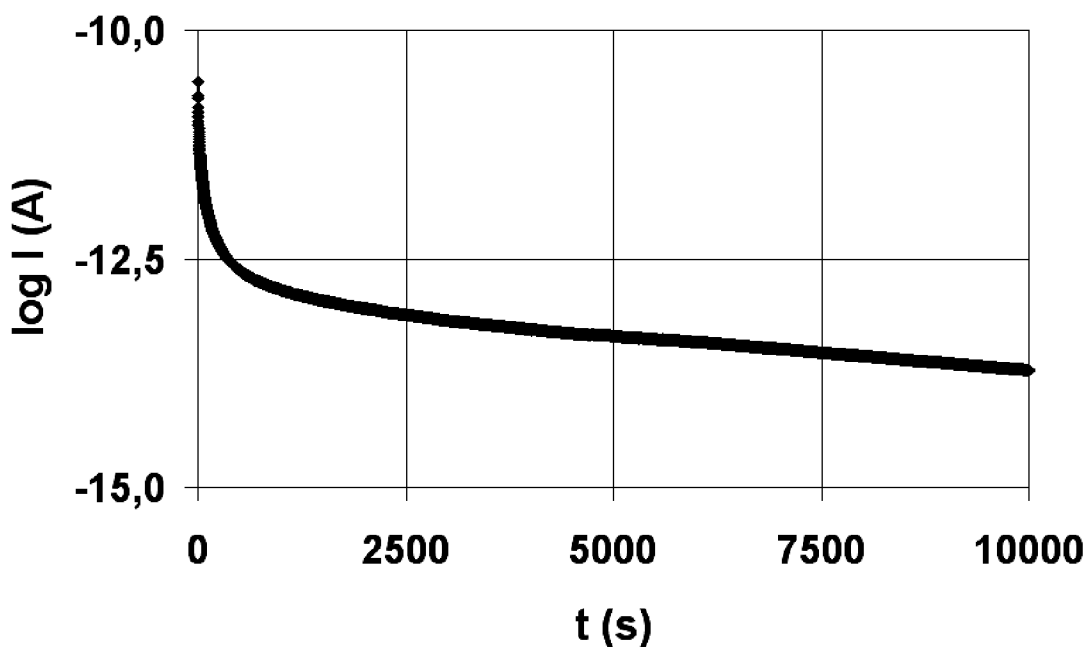
$$t = \frac{0,61}{\omega} = \frac{0,1}{f}, \quad (89)$$

$$\epsilon'(f) = \epsilon_\infty + \frac{\gamma_A\left(t = \frac{1}{2 \cdot \pi \cdot f}\right)}{2 \cdot \pi \cdot f \cdot \epsilon_0} \cdot \Gamma(1-s) \cdot \sin \frac{s \cdot \pi}{2}, \quad (90)$$

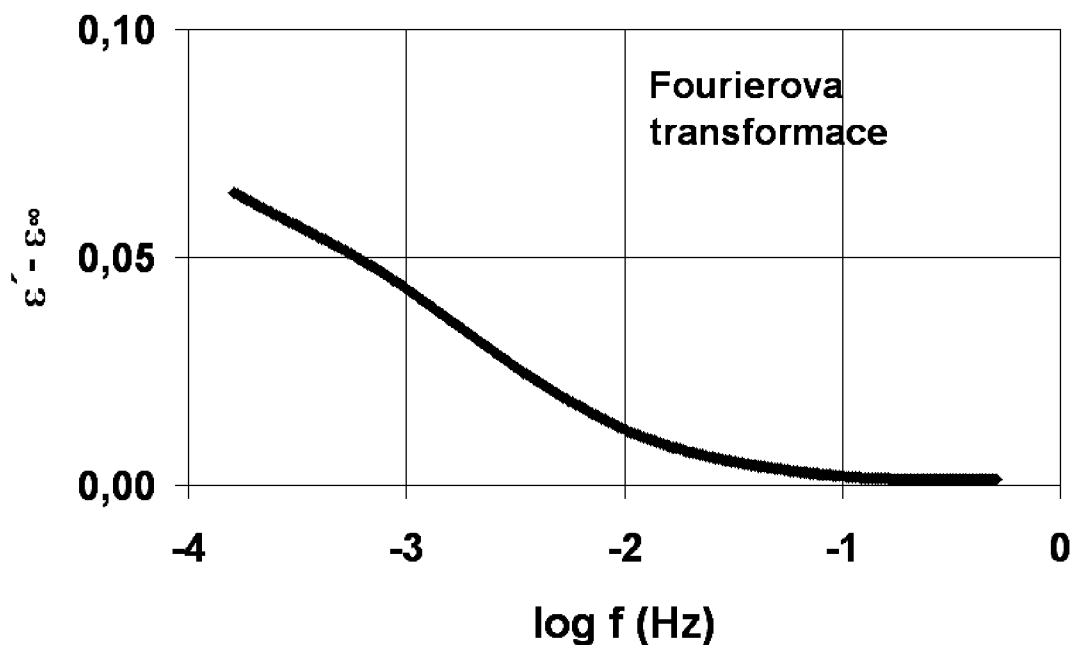
$$\varepsilon''(f) = \frac{\gamma_A \left( t = \frac{1}{2\pi \cdot f} \right)}{2\pi \cdot f \cdot \varepsilon_0} \quad (91)$$

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

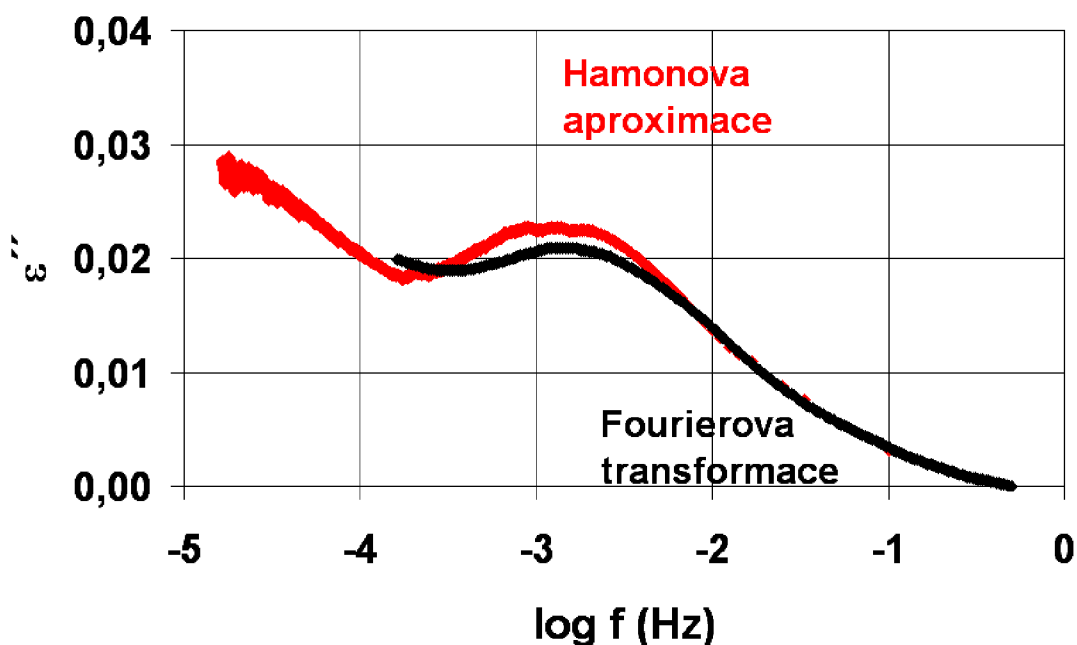
Vzhledem k tomu, že Hamonova aproximace patří v oblasti TDRS k nejpoužívanějším metodám rychlého přibližného výpočtu dielektrického spektra, následující obrázky ilustrují výsledek provedeného numerického výpočtu Fourierovy transformace pro obě složky komplexní permitivity a Hamonovy aproximace (pouze pro stanovení ztrátového čísla) u výsledků měření dle kap. 4.2.2.



Obr. 4.31 Ukázka náhrady části vstupního signálu exponenciální funkcí před provedením Fourierovy transformace



Obr. 4.32 Výsledky výpočtu frekvenčního průběhu relativní permitivity Fourierovou transformací

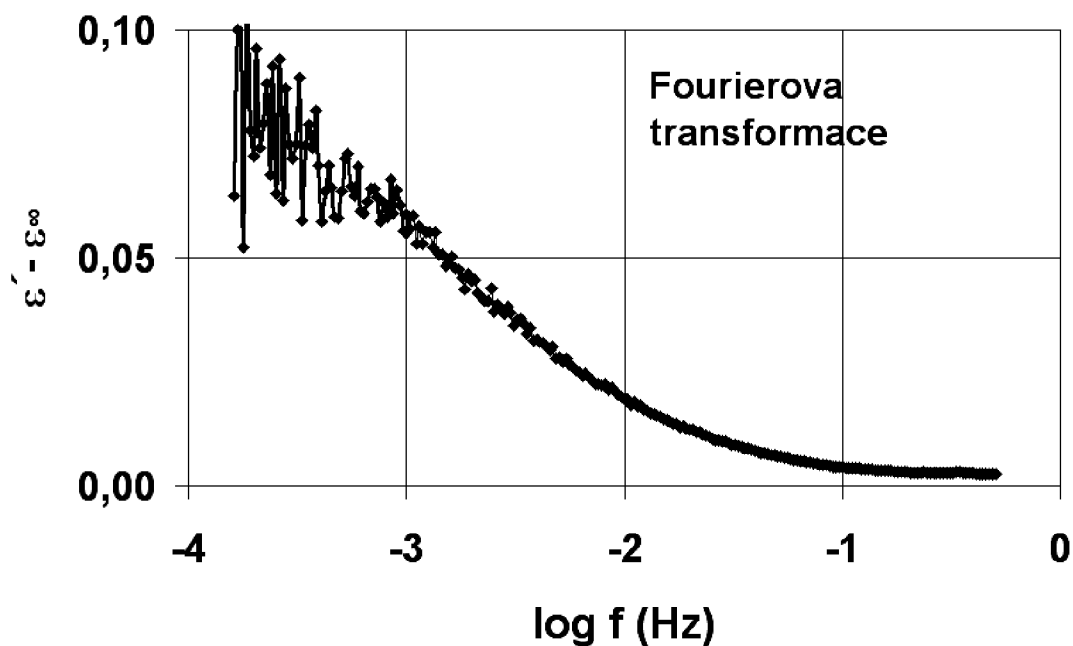


Obr. 4.33 Výsledky výpočtu frekvenčního průběhu ztrátového čísla Fourierovou transformací a zjednodušenou variantou (Hamonovou aproximací)

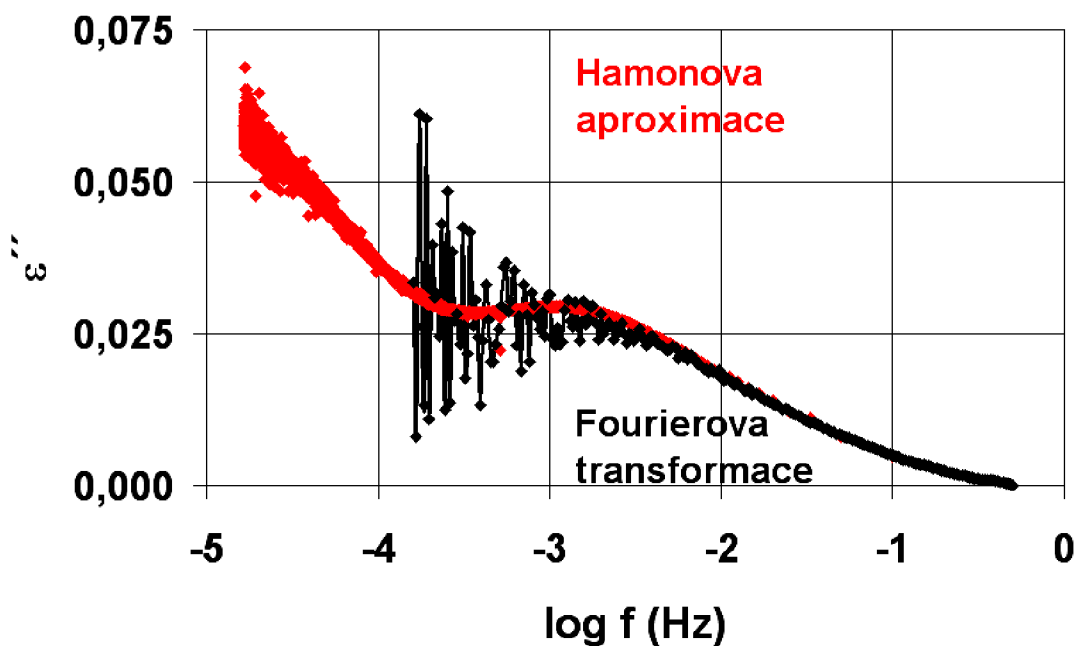
Na následujících obrázcích je uveden příklad méně vhodné aplikace převodu dielektrických dat do frekvenční oblasti na neupravený přímo měřený signál v časové oblasti. Vstupní signál byl i přesto dle požadavků dielektrických měření TDRS



prodloužen exponenciální funkcí. Výsledný signál ve frekvenční oblasti získaný standardní Fourierovou transformací již vykazuje šum neúnosné relativní velikosti.



Obr. 4.34 Ukázka výsledku převodu dielektrických dat aplikovaného na neupravený přímo měřený signál vybíjecího proudu dielektrika (frekvenční průběh relativní permitivity)



Obr. 4.35 Ukázka výsledku převodu dielektrických dat aplikovaného na neupravený přímo měřený signál vybíjecího proudu dielektrika (frekvenční průběh ztrátového čísla)

#### 4.3.2.4 Aproximace absorpční konduktivity součtem exponenciál

Aproximace průběhu vybíjecího proudu dielektrik či ekvivalentně vzato absorpční konduktivity součtem exponenciál patří mezi tradiční metody pro analýzu dielektrických spekter [11], [48]. Předpokládá se závislost absorpční konduktivity v následujícím tvaru s použitím pomocné veličiny  $\Delta\epsilon_i$ :

$$\gamma_A = \sum_{i=1}^n \gamma_i \cdot e^{-\left(\frac{t}{\tau_i}\right)}, \quad \Delta\epsilon_i = \frac{\gamma_i \cdot \tau_i}{\epsilon_0}. \quad (92)$$

Komplexní permitivita pro tento případ aproximace dielektrických dat nabývá tvaru:

$$\hat{\epsilon}(\omega) = \epsilon_\infty + \sum_{i=1}^n \frac{\Delta\epsilon_i}{1 + \omega^2 \cdot \tau_i^2} - j \cdot \sum_{i=1}^n \frac{\Delta\epsilon_i \cdot \omega \cdot \tau_i}{1 + \omega^2 \cdot \tau_i^2}. \quad (93)$$

#### 4.3.2.5 Transformace pro případ časových dat s proměnnou vzorkovací periodou

V některých případech měření dielektrické relaxační spektroskopie v časové oblasti se používá systém měření vybíjecího proudu dielektrik s proměnným vzorkovacím intervalem těchto přímo měřených časových dat. Z hlediska využití základního vztahu pro převod dat do frekvenční oblasti (63) je patrné, že uvažovaná transformace platí pouze pro konstantní časový interval pořízení vzorků při numerickém výpočtu integrálu a v případě použití proměnného časového intervalu musí být výpočty modifikovány. Nasazení upravených výpočtových metod má obecně za následek zhoršení přesnosti výsledku transformace.

Použití proměnného časového intervalu při snímání dielektrických dat v časové oblasti číslicově vybaveným pracovištěm zdánlivě způsobí na prvním místě komplikace s vhodnou metodou převodu dat do frekvenční oblasti a spolehlivostí výsledku. Z hlediska praktických aspektů měřicí metody však mohou tuto nevýhodu plně nahradit následující skutečnosti. Plnohodnotná (diskrétní) Fourierova transformace standardně měřeného signálu TDRS s konstantní časovou periodou je po stránce výpočetní již náročnější operací. Náročnost je myšlena v souvislosti s obzvláště vysokým počtem vstupních hodnot časových dat, což bývá obvyklé právě u měření TDRS. Výpočetní náročnost Fourierovy transformace činila výraznější potíže zejména v dobách, kdy nebyla k dispozici dostatečně výkonná výpočetní technika. I přesto však již samotné pořízení datového souboru vysokého počtu přímo měřených hodnot mnohdy způsobuje potíže v souvislosti s rychlostí zápisu dat a doby přístupu na používané datové médium, kterým bývá zpravidla pevný disk osobního počítače. Uvedený princip změny vzorkovacího kmitočtu v průběhu získávání dielektrických dat v časové oblasti, zpravidla prodlužováním vzorkovacího intervalu s rostoucím časem, je tedy výhodný s ohledem na rozumnou redukci množství přímo měřených dat v časové oblasti.

Delší měřené časy vybíjecího proudu, kde je pravděpodobnost rychlých změn užitečného signálu nízká, odpovídají nižším frekvencím, proto není nutné v těchto nejdleších časech měřit s původní vzorkovací periodou jako při počátku měření.

Omezená kapacita datového média i možnosti výpočetní techniky byly zřejmě hlavními důvody použití vzorkování s proměnnou vzorkovací periodou v dielektrickém spektrometru popsaném v článku F. Mopsika [41]. I když by bylo nejvýhodnější použít logaritmické rozložení vzorkovacích period, tj. aby byl podíl dvou po sobě následujících vzorkovacích okamžiků roven konstantě, v konkrétním případě dielektrického spektrometru se použila metoda zjednodušená. Měřený průběh vybíjecího proudu se rozdělil na několik časových intervalů podobného rozsahu v rámci logaritmické osy času, a na každém zvoleném intervalu probíhalo měření s konstantní vzorkovací periodou, přičemž na počátku měření s nejmenší možnou délkou. Výsledkem z hlediska výhod byla významná redukce množství přímo měřených dat při nezměněném rozsahu měření.

Výraznou výhodou se použití systému zpracování dat s rozdílnou vzorkovací frekvencí stává v případě opakovaného měření jednoho vzorku více aparaturami v časové oblasti za účelem získání maximálního možného kmitočtového rozsahu. Za uvážení použití standardní Fourierovy transformace pro diskrétní soubor vstupních dat potřebujeme mít k dispozici hodnoty vybíjecího proudu měřeny relativně velkým vzorkovacím kmitočtem, např. alespoň o hodnotě 1 kHz, a to po dobu co nejdelší, např. alespoň 1 hodinu. Pokud současně uvážíme potřebný rozsah měřených proudů přibližně v jednotkách pA při konstantním vzorkovacím kmitočtu, zjistíme, že měřicí přístroj s uvedenými parametry, tedy velmi citlivý a extrémně rychlý elektrometr, je mimo možnosti současně vyráběné měřicí techniky. Jediný možný způsob je opakované měření téhož vzorku dielektrika různými aparaturami v časové oblasti. Pro nejmenší hodnoty vybíjecích proudů by se použil standardně provedený číslicový elektrometr. Naopak pro nejkratší časy řádově pod 1 s pro rozšíření detailů měřených hodnot proudu dielektrikem se musí použít patřičně rychlé měřicí zařízení; z hlediska dostupného vyráběného sortimentu se však musíme spokojit s citlivostí o mnoho řádů horší při současně mnohem horší přesnosti, neboť nezbude jinak než použít speciální rychlé měřicí převodníky vybavené zpravidla napěťovým vstupem s parametry nevhodnými pro nízkourovňová měření. Vhodnou rychlou měřicí kartu s možností sběru dat v reálném čase nabízí ve svém sortimentu např. firma National Instruments [50]. Pro účely dielektrické relaxační spektroskopie v časové oblasti je uvedené řešení použitelné, neboť v nejkratších časech měření právě na jeho počátku jsou hodnoty vybíjecího proudu dielektrik nejvyšší a v absolutní hodnotě vyšší o několik řádů, než na konci měření.

Pokud uvážíme, že máme k dispozici soubor naměřených hodnot vybíjecího proudu dielektrik s rozdílnými pevnými hodnotami vzorkovací periody pro zvolené intervaly měřených časů, tak zřejmě jednou z jednodušších možností bude pro převod do frekvenční oblasti použít standardní Fourierovu transformaci aplikovanou separátně na vstupní data následujícím způsobem. Uvažujeme, že měřený signál byl se vzorkovací periodou 1 ms měřen nejprve rychlou vzorkovací kartou po dobu 10 s, a poté standardním elektrometrem se vzorkováním 1 s po čas jedné hodiny. Uvedeným dobám měření vybíjecího proudu musí samozřejmě odpovídat patřičně zvolené dostatečné dlouhé doby nabíjení vzorků před měřením, třikrát až desetkrát delší než doba měřeného vybíjení. Transformační výpočet diskrétní Fourierovou transformací se tedy provede jak pro signál se vzorkovací periodou 1 s a celkové délky jedné hodiny, tak pro signál se vzorkovací periodou 1 kHz s délkou 10 s. Praktickým problémem zůstává potíž s chybou měření na okrajích měřeného pásma kmitočtů či časů použitými dvěma aparaturami a způsob korekce těchto nehomogenit ve výsledcích měření. Z hlediska

provedených experimentů lze usoudit, že vyšší „váhu“ či platnost můžeme dát výsledkům měření elektrometrem pro časy delší než asi 5 sekund. Pokud bychom tedy měli k dispozici kromě elektrometru i vhodnou rychlou měřicí kartu, korekci v případných rozdílech opakovaně měřených dat bychom provedli za předpokladu, že data získaná elektrometrem pro časy od asi 5 sekund měření déle se budou považovat za správná a k těmto hodnotám se napevno upraví data z rychlé měřicí karty, a to použitím multiplikační korekční konstanty.

## 5. Výsledky

Tato kapitola obsahuje souhrn výsledků daného dielektrického materiálu měřený metodou dielektrické relaxační spektroskopie v časové oblasti při pokojové teplotě a doplňkově ve frekvenční oblasti s využitím kryostatického systému pro zajištění širšího a zároveň definovaného teplotního rozsahu měření.

Předmětem všech opakovaných měření sestává vzorek karboxymethylcelulózy (KMC) Blanózy E (Herkules – Aqualon) v podobě fólie tloušťky 16 mm. Pro účely dielektrických měření v časové oblasti a stejně tak měření ve frekvenční oblasti do kmitočtu 1 MHz byl použit vzorek s nanesenými grafitovými elektrodami o průměru 19 mm, přičemž tyto elektrody byly opatřeny vývody. Pro měření na vysokofrekvenčním analyzátoru s použitím experimentální aparatury dostupné na Univerzitě Augsburg [35] se vytvořil kruhový vzorek s nanesenými elektrodami (bez připojených vodičů) ze stříbrné pasty o průměru 5 mm.

### **5.1 Porovnání vlivu měřicí aparatury a zpracování dat na kvalitu výsledků**

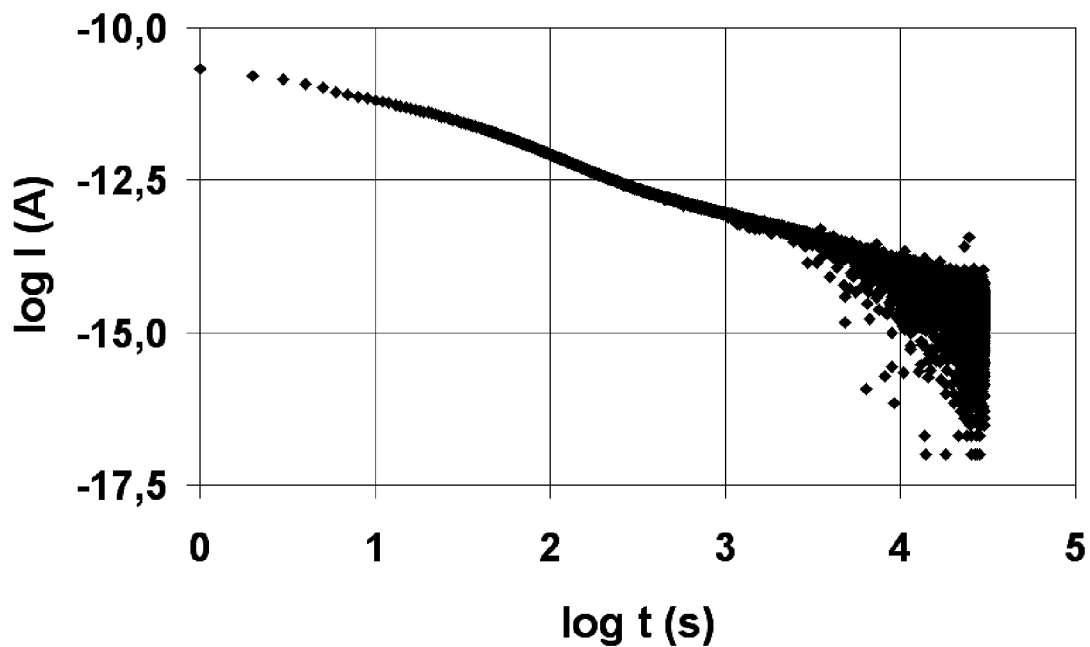
Tato kapitola obsahuje výsledky opakovaných měření provedených na obou typech vyvíjených aparatur měření vybíjecích proudů dielektrik. Jedná se o aparaturu se čtyřvodičovým připojením vzorku (tříreléovou) a o aparaturu s dvouvodičovým připojením vzorku (dvoureléovou), jejichž konkrétní obvodová řešení byla podrobně rozebrána v kapitole 4.1.

Pro každý typ aparatury bylo vybráno v rámci srovnání pět opakovaných průběhů naměřených při co nejvíce se shodujících okolních podmínkách. Nejprve je vybrán jediný průběh ze všech pěti měření, na němž se aplikuje dříve ověřený postup zpracování. Tentýž postup se aplikuje na statistický průměr (medián) všech pěti opakovaných měření.

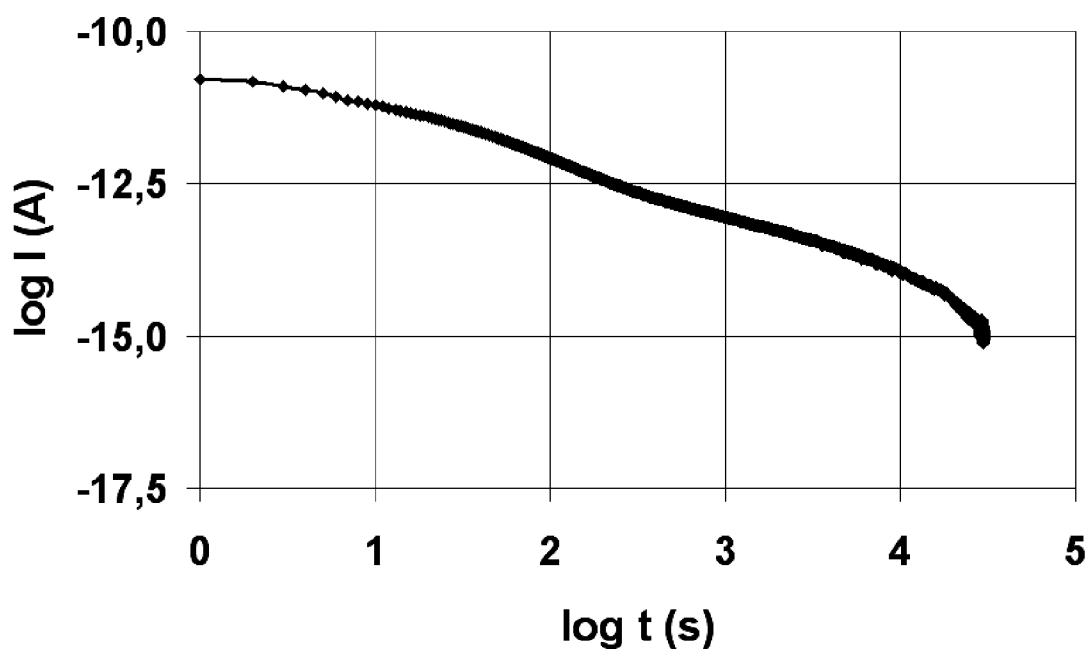
#### **5.1.1 Výsledky měření aparatury se čtyřvodičovým připojením vzorku**

Tato měření využívala měřicí obvod realizovaný dle schématu na obr. 4.6. Měřený vzorek KMC byl upevněn v držáku a v tomto uspořádání umístěn ve stíněné skřínce. Původní aparaturou se čtyřvodičovým připojením vzorku bylo provedeno celkem 16 opakovaných měření v období 8. 2. – 4. 3. 2008. Pro toto zpracování se vybralo pět průběhů, které vykazovaly co nejmenší vzájemné odchylky, neboť teplota a relativní vlhkost u těchto měření nebyla ještě sledována.

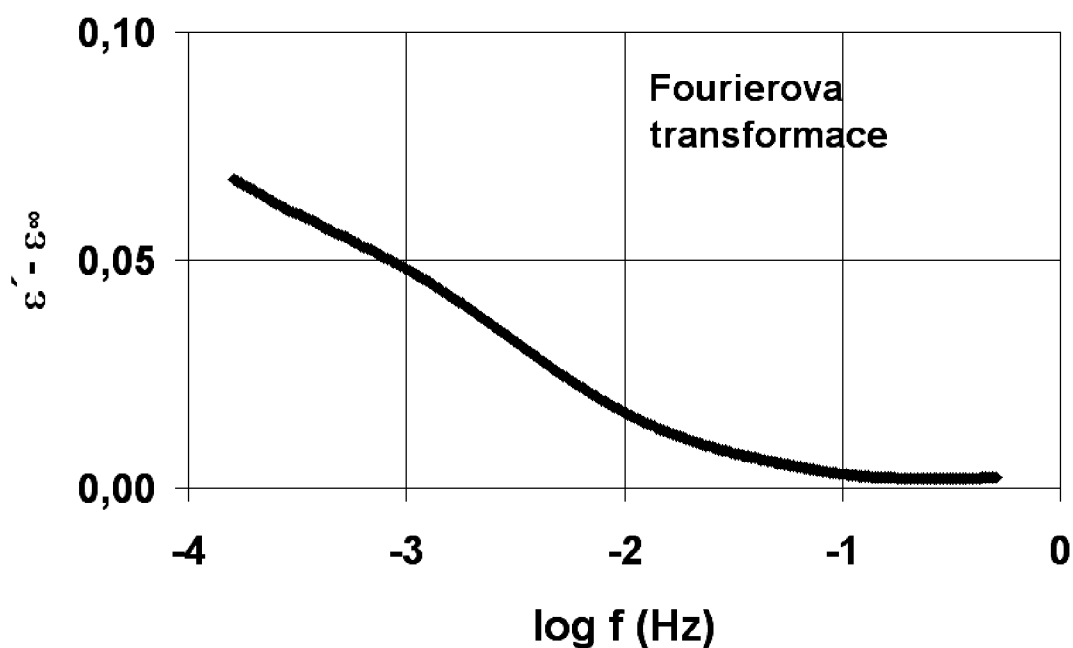
## 5.1.1.1 Výsledek jednoho měření TDRS ze dne 23. 2. 2008



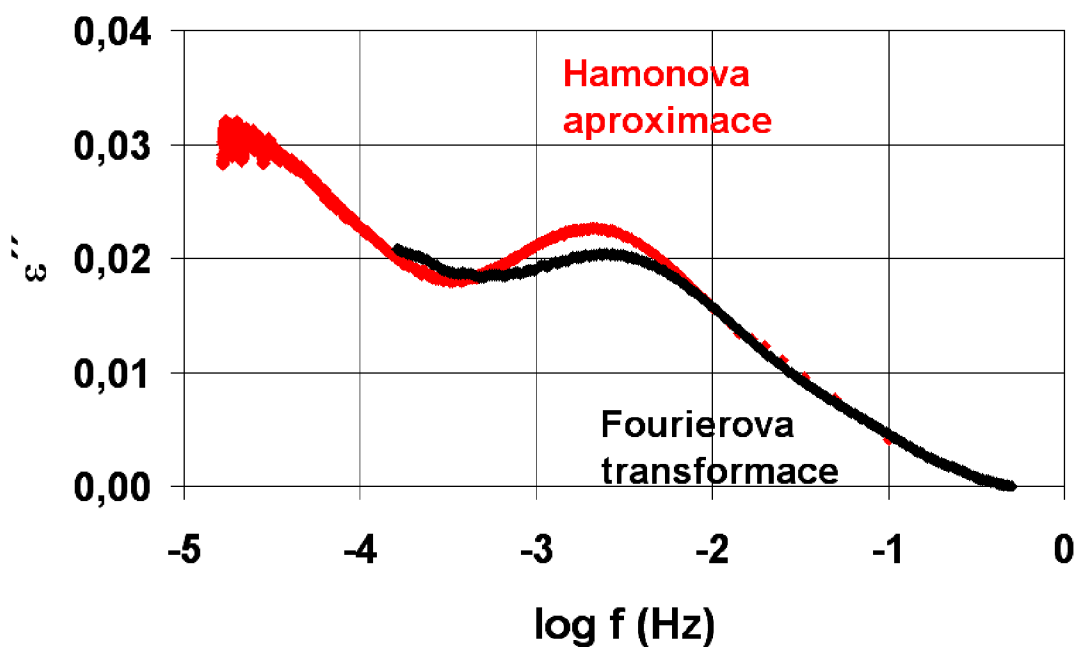
Obr. 5.1 Přímě měřený průběh vybíjecího proudu KMC (23. 2. 2008)



Obr. 5.2 Upravený průběh vybíjecího proudu (23. 2. 2008)



Obr. 5.3 Frekvenční průběh relativní permitivity (23. 2. 2008)



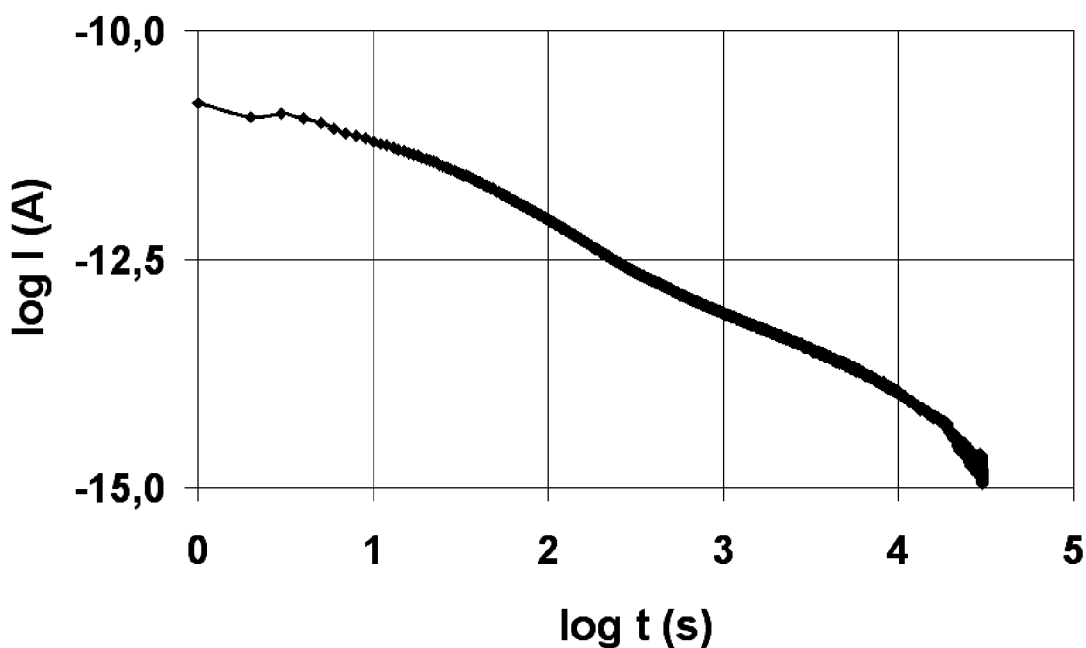
Obr. 5.4 Frekvenční průběh ztrátového čísla (23. 2. 2008)

Z provedeného měření a zpracování dat na základě zjištěného dielektrického spektra lze konstatovat, že měřený vzorek vykazuje prokazatelné relaxační maximum na kmitočtu cca 2,5 mHz, dle uvažované varianty provedené Fourierovy transformace.

### 5.1.1.2 Výsledek opakovaných měření z období 12. – 23. 2. 2008

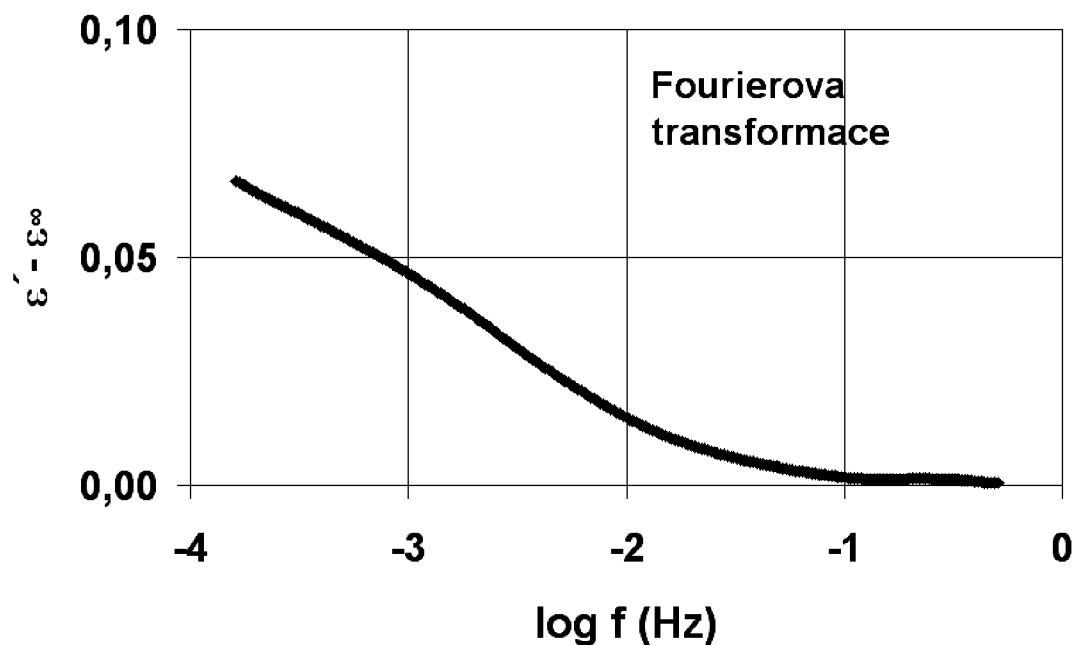
V této části práce je zpracováno celkem pět průběhů vybíjecího proudu měřeného vzorku KMC. Měření proběhla ve dnech 12., 13., 20., 22., 23. 2. 2008.

Na následujícím obrázku je již ukázán výsledek statistického průměru medián upravených měřených průběhů, tj. každý dílčí přímo měřený signál byl nejprve upraven matematickým postupem pro snížení míry šumu, dle kap. 4.2. Výsledný statistický průměr byl již podroben převodu do frekvenční oblasti Fourierovou transformací.

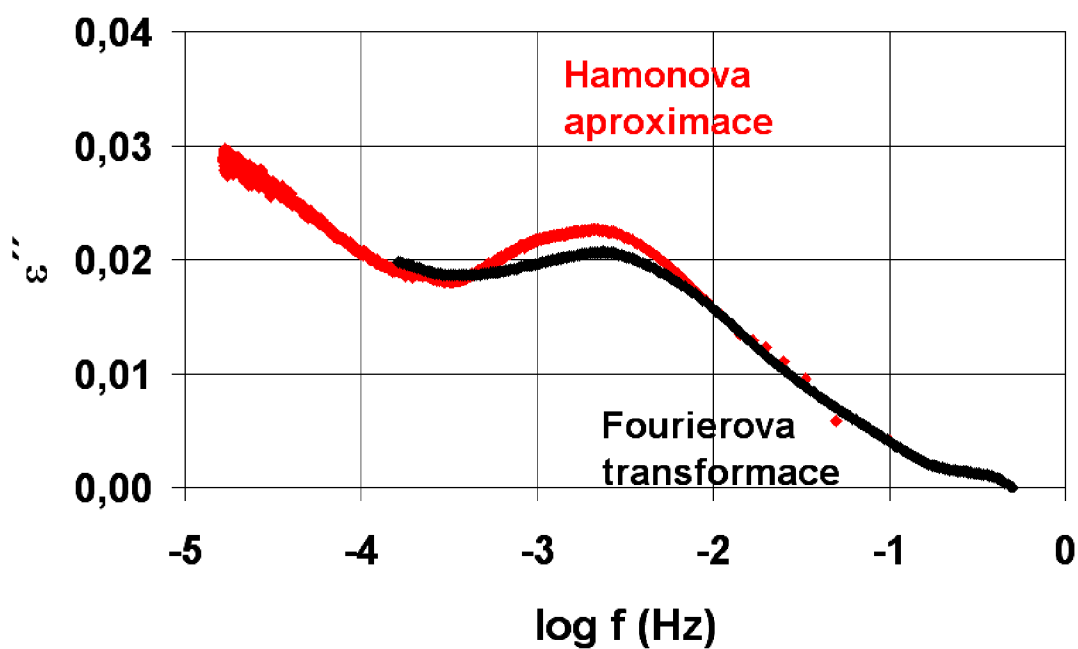


Obr. 5.5 Statistický průměr (medián) pěti vybraných měřených průběhů z období 12. – 23. 2. 2008





Obr. 5.6 Frekvenční průběh relativní permitivity (12. – 23. 2. 2008)



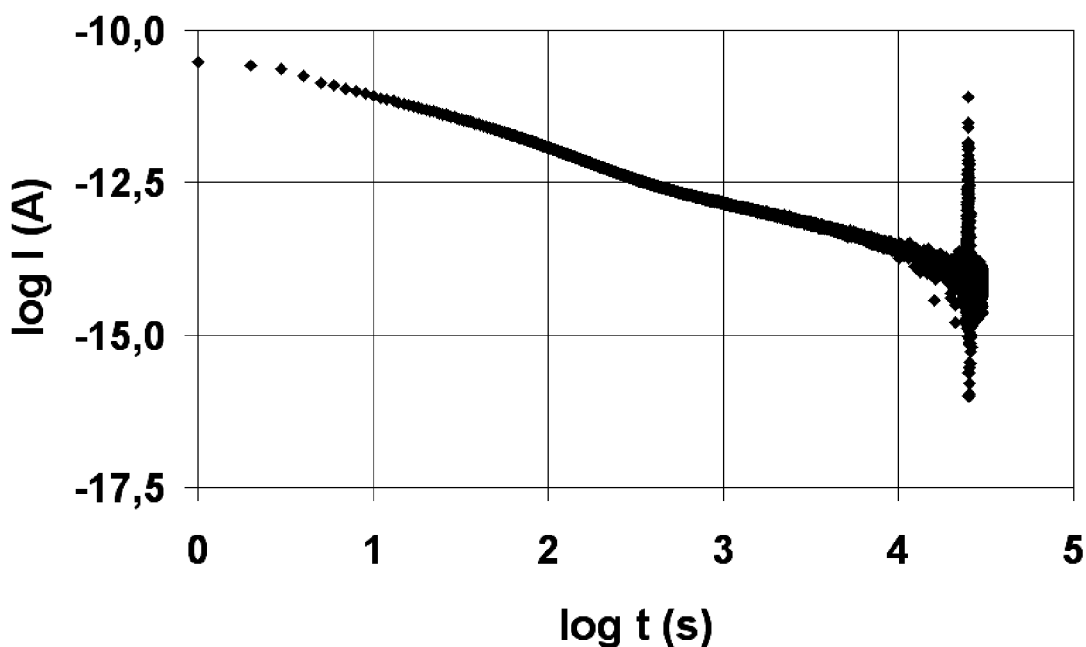
Obr. 5.7 Frekvenční průběh ztrátového čísla (12. – 23. 2. 2008)

Výsledné průběhy složek komplexní permitivity odpovídající průměru pěti opakovaných měření (za přibližně shodných podmínek) vykazují opět prokazatelné relaxační maximum obdobně jako spektrum vypočtené na základě jediného dílčího měření.

### 5.1.2 Výsledky měření aparatury s dvou vodičovým připojením vzorku

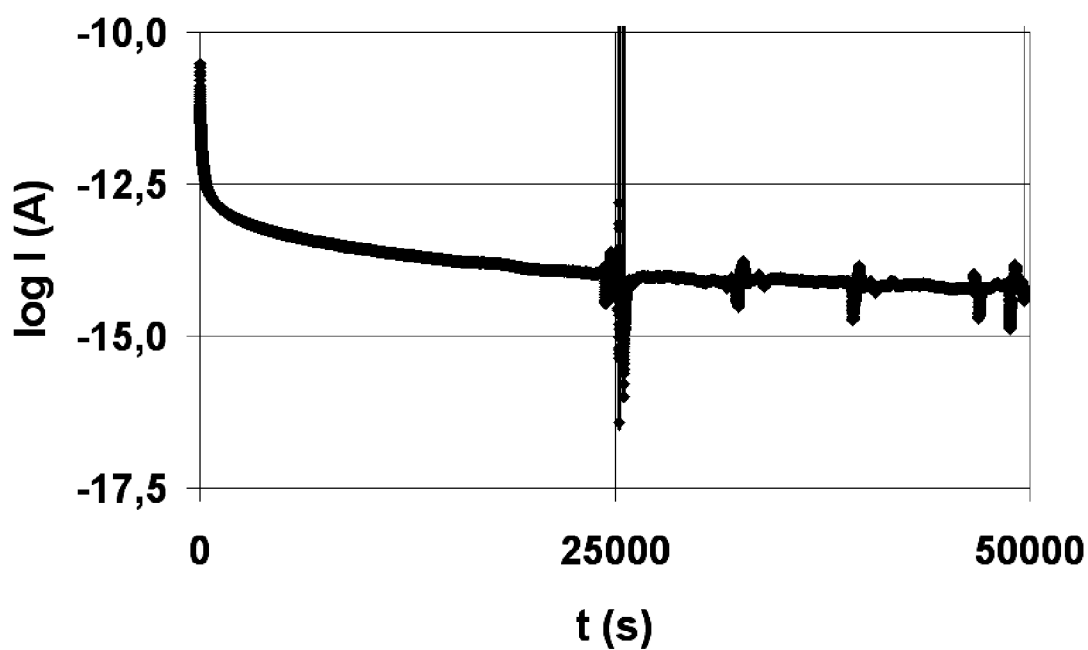
Následující měření byla provedena na vyvinuté aparatuře s dvou vodičovým připojením vzorku dle obr. 4.16. Měřený vzorek KMC již nebyl upevněn v držáku, ale svými vývody byl (přiletováním) připojen na upravené vývody kontaktů jazýčkového relé. Vzorek byl takto ponechán volně v prostoru stíněné skříňky tak, aniž by se jakkoliv dotýkal vnitřních komponentů aparatury či stínění.

#### 5.1.2.1 Výsledky jednoho měření ze dne 7. 4. 2008

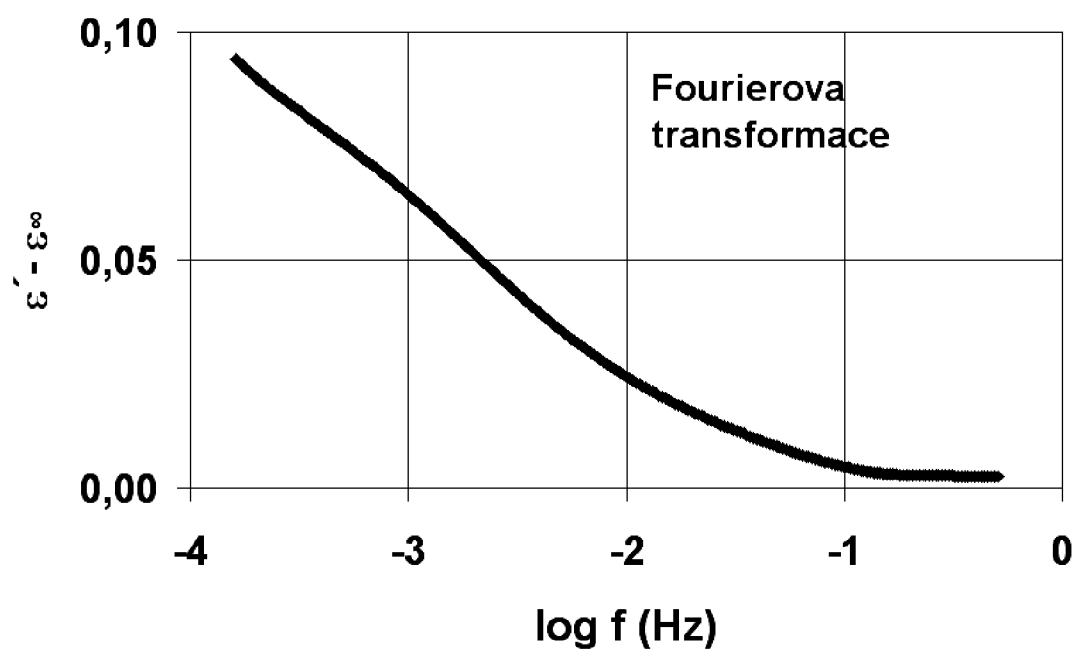


Obr. 5.8 Přímě měřený průběh (7. 4. 2008)

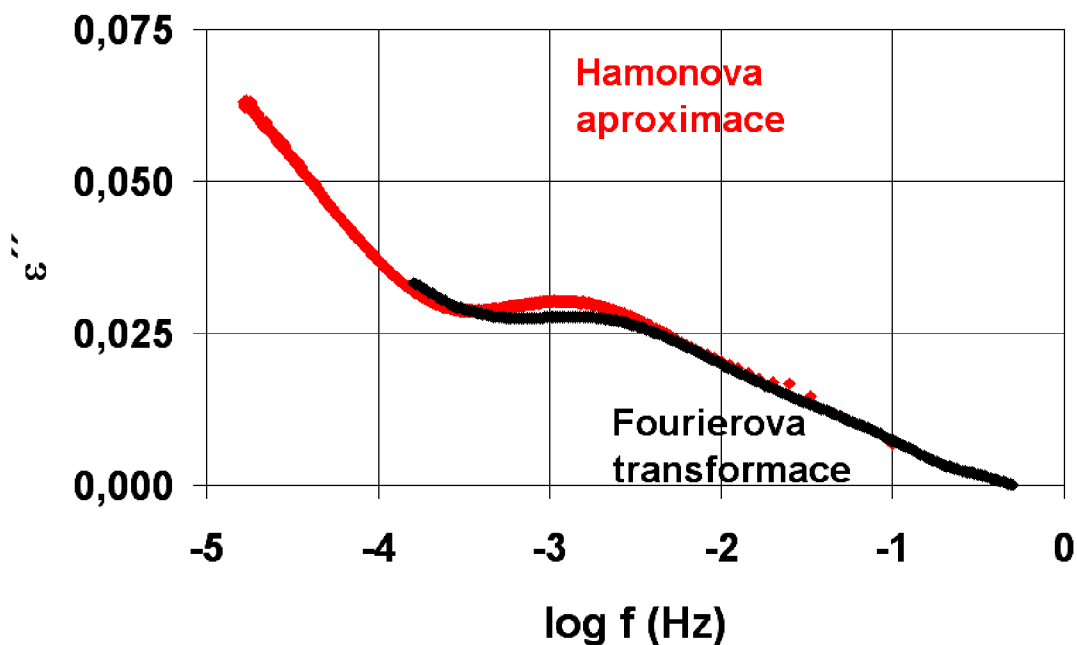
Na následujícím obrázku je pro zajímavost zobrazen detail časového průběhu, v němž lze pozorovat hrubé chyby v naměřených hodnotách, na něž už nedostačovalo matematické zpracování měřeného signálu. Poruchy v upraveném signálu se však nacházejí časem mimo oblast fyzikální platnosti dat (nad 6000 s).



Obr. 5.9 Detail signálu po úpravě v semilogaritmicím zobrazení (7. 4. 2008)



Obr. 5.10 Frekvenční průběh relativní permitivity (7. 4. 2008)

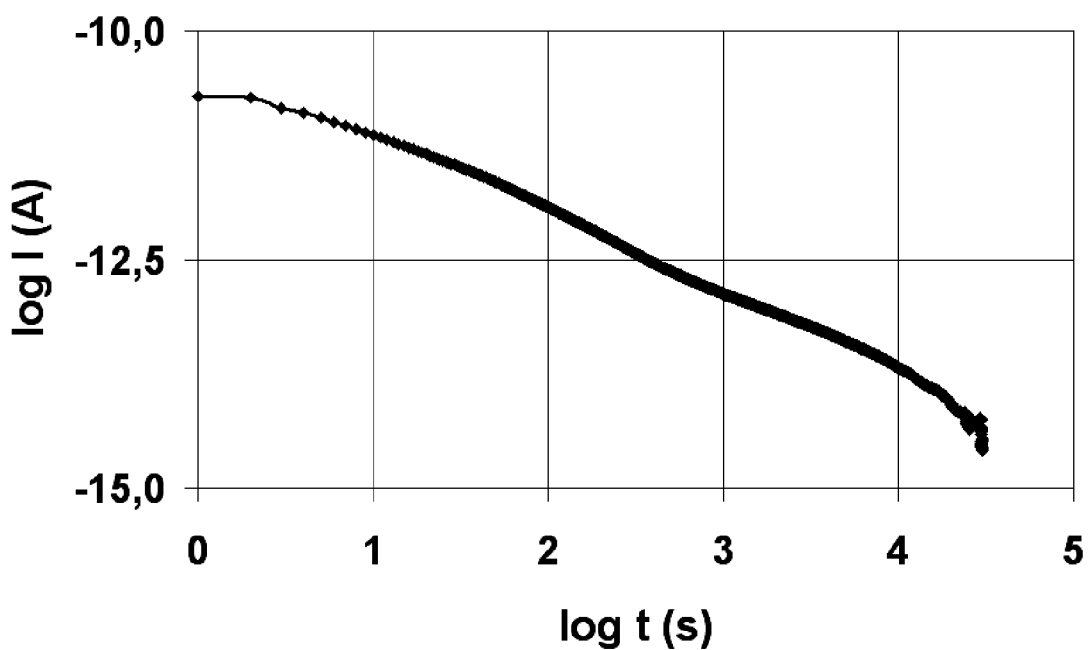


Obr. 5.11 Frekvenční průběh ztrátového čísla (7. 4. 2008)

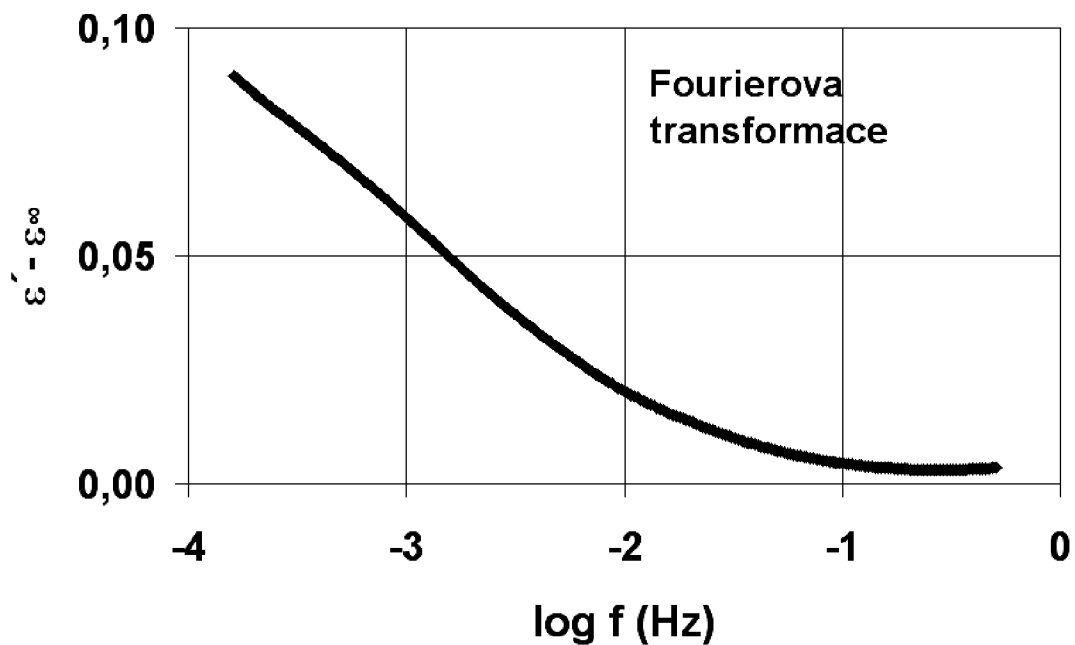
Na základě provedeného dílčího měření téhož vzorku KMC ze dne 7.4.2008 lze shledat, že transformovaný signál v podobě dielektrického spektra opět vykazuje v měřeném rozsahu frekvencí prokazatelné relaxační maximum. V případě nyní použité aparatury s výhodnějším dvou vodičovým připojením vzorku v průběhu měřicí periody však tento kmitočet relaxačního maxima rozpoznáváme nepatrně níže na kmitočtové ose než v případě předchozího typu měřicí aparatury, a to o hodnotě 1,3 mHz.

#### 5.1.2.2 Výsledek opakovaných měření z období 21. 3. – 7. 4. 2008

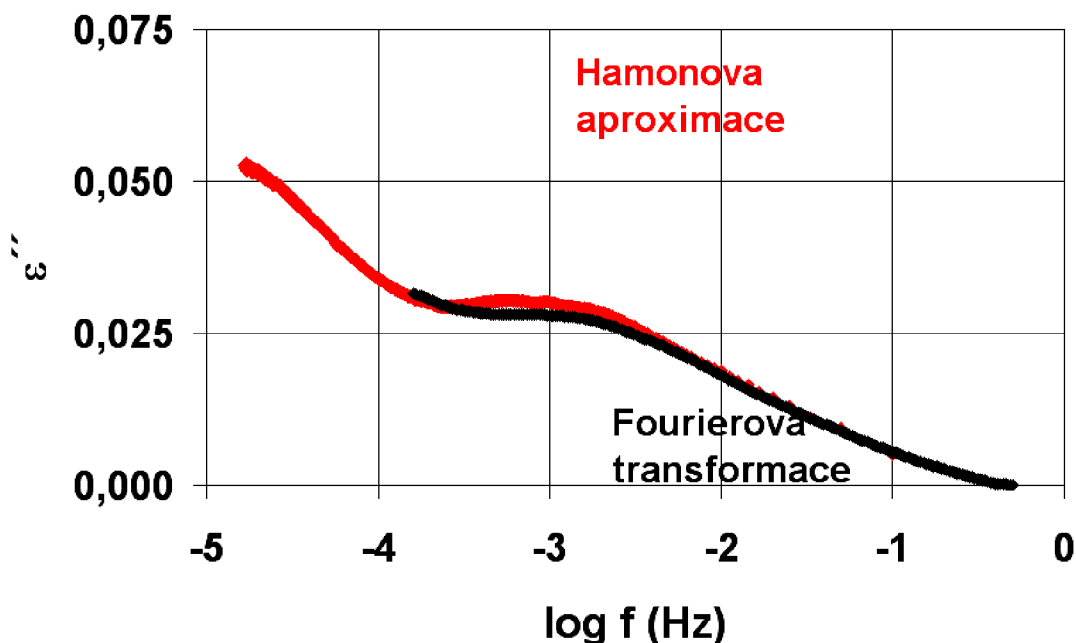
Pro účely srovnání výsledků měření oběma typy aparatur byla vybrána opakovaná měření provedená opět za přibližně shodných podmínek. Díky již prováděné kontrole relativní vlhkosti a teploty na pracovišti bylo vybráno pět průběhů započatých při relativní vlhkosti blízké hodnotě 25 % a zároveň přitom co nejvíce podobných tak, aby se tyto průběhy co nejvíce přibližovaly hodnotami vybíjecího proudu v rámci měřených časů. Jedná se o měření provedená ve dnech 21., 27., 28. 3. 2008, 2., 7. 4. 2008.



Obr. 5.12 Statistický průměr medián měření dle výběru z období 21. 3. – 7. 4. 2008



Obr. 5.13 Frekvenční průběh relativní permitivity (21. 3. – 7. 4. 2008)



Obr. 5.14 Frekvenční průběh ztrátového čísla (21. 3. – 7. 4. 2008)

Provedenými výpočty bylo opět zjištěno relaxační maximum, odpovídající kmitočtu cca 1 mHz.

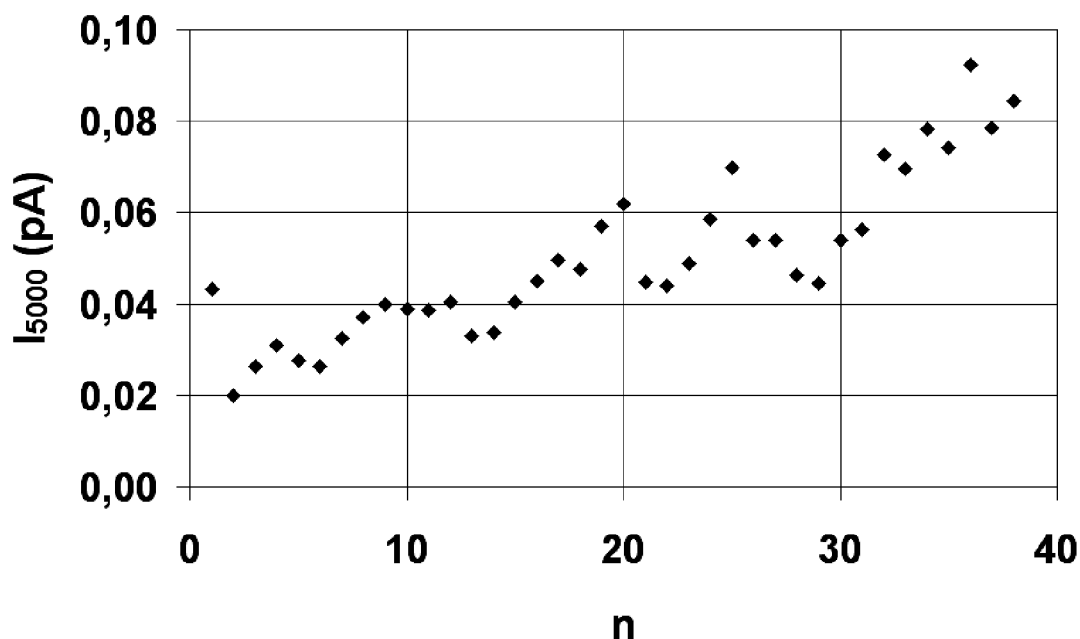
## 5.2 Výsledky opakovaných měření v časové oblasti

Vyvinutou zdokonalenou měřicí aparaturou s dvou vodičovým připojením vzorku bylo provedeno celkem 38 opakovaných měření v období 7. 2. – 13. 5. 2008. V rámci experimentů byla na počátku každého experimentu (tj. počátku fáze definovaného vybití vzorku) kontrolována teplota a relativní vlhkost na měřicím pracovišti. Převážná část naměřených hodnot teplot a relativní vlhkosti bohužel po vyhodnocení nevykazovala žádný dostatečně prokazatelný vztah s hodnotami vybíjecího proudu dielektrika v některých stanovených časech měření. Z důvodu většího počtu naměřených průběhů, které již vykazovaly výraznější vzájemné odchylky, bylo následně stanoveno pro vhodnou selekci průběhů k závěrečnému zpracování následující kritérium. Pro každý naměřený průběh se vypočetla hodnota vybíjecího proudu odpovídající času 5000 s jako aritmetický průměr hodnot celkem 1000 okolních vzorků proudu; okolní hodnoty do průměru byly vzaty z důvodu eliminace malého výsledného šumu, který se vyskytuje v signálu i po provedených matematických úpravách.

Na následujícím obrázku je zobrazena závislost zmíněného vybíjecího proudu pro čas 5000 s v závislosti na čísle měření, přičemž časový rozdíl po sobě uvažovaných měření činící 1 až 3 dny nebyl uvažován. Každé po sobě v čase následující měření má přiřazeno index měření o jednotku vyšší.

### 5.2.1 Výběr naměřených hodnot opakovaných měření aparaturou s dvou vodičovým připojením vzorku

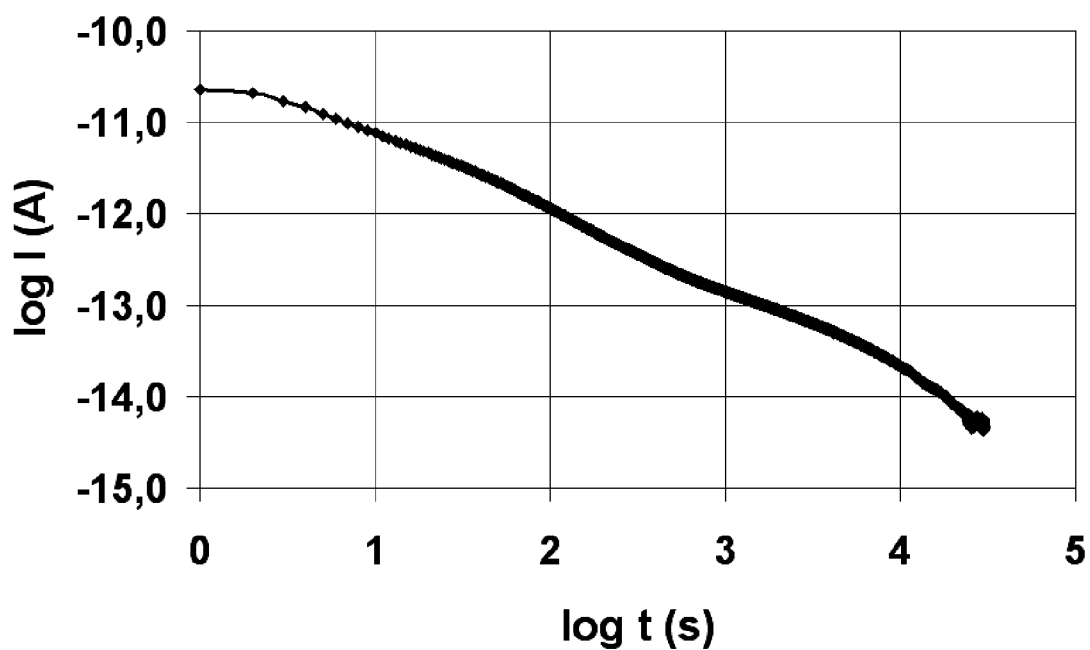
Pro výběr měření provedených za co nejvíce shodných podmínek byla stanovena podmínka, že vybíjecí proud v čase 5000 s musí splňovat podmínku, že se bude pohybovat v určitém intervalu. Interval byl zvolen s ohledem na průměr všech sledovaných proudů v čase 5000 s a jejich rozptyl. Průběh proudu vzorkem v diskutovaný čas po sobě jdoucích měření vykazuje prokazatelně rostoucí závislost (obr. 5.15). Tato závislost může mít více příčin, od proměnných podmínek měření (teploty, relativní vlhkosti) až po procesy spojené s namáháním a tudíž stárnutím vzorku. Z důvodu obav před možnými nevratnými změnami parametrů měřeného vzorku byly vybrány získané průběhy, u nichž zmíněný vybíjecí proud splnil podmínku:  $I_{5000} = I(t = 5000 \text{ s}) \in (0,02; 0,06) \text{ pA}$ .



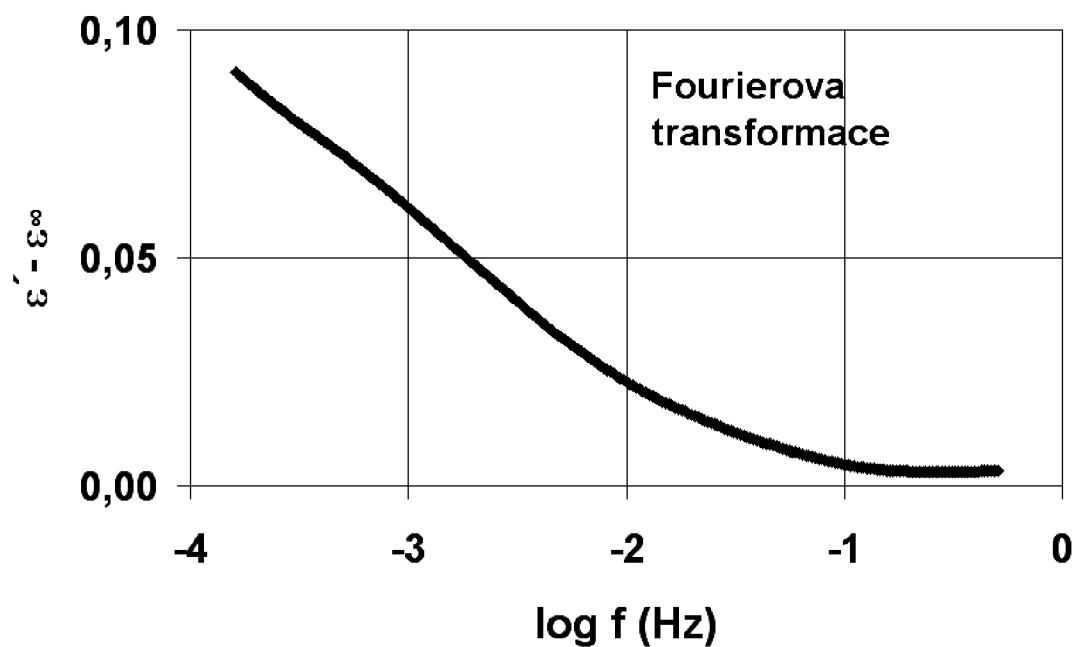
Obr. 5.15 Průběh velikosti proudu  $I_{5000}$  po sobě následujících měření

### 5.2.2 Výsledek výběru opakovaných měření dle stanovené metodiky

Na základě stanovené podmínky pro výběr naměřených průběhů vybíjecího proudu bylo z celkového počtu 38 opakovaných měření vybráno 28 měření, u nichž byl měřený proud ve sledovaných časech měření v užším intervalu hodnot a zároveň nepatřil mezi nejvyšší hodnoty proudů vyskytující se u posledních provedených měření. Z těchto celkem 28 měření byl stanoven statistický průměr (medián) z něhož se vypočetly výsledné závislosti komplexní permitivity.

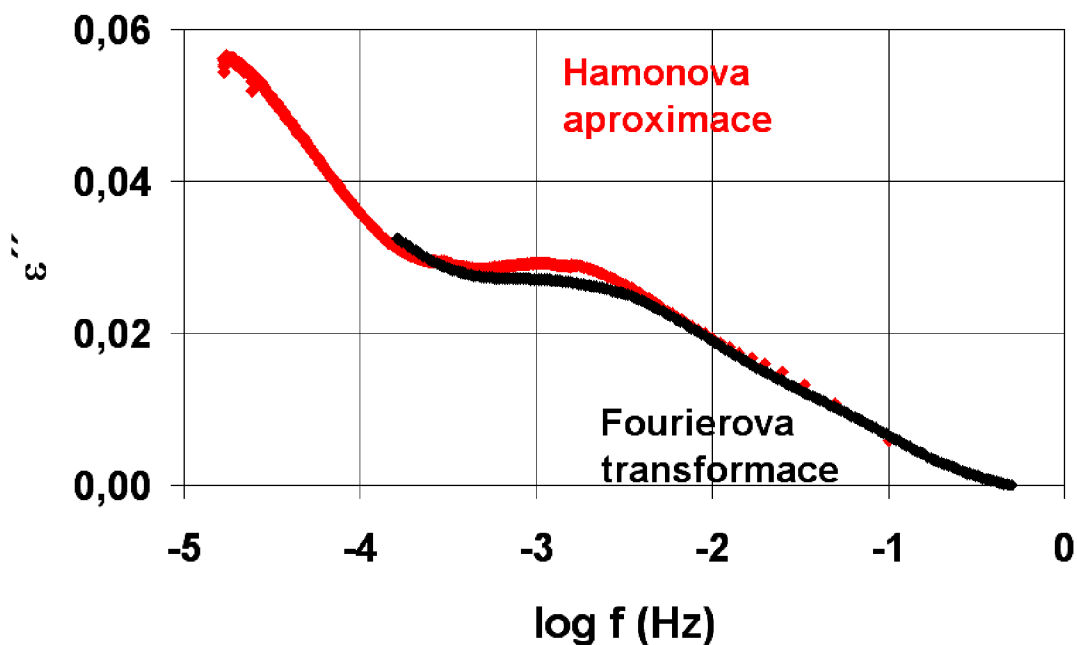


Obr. 5.16 Statistický průměr (medián) celkem 28 vybraných časových průběhů vybíjecího proudu dielektrikem (7. 2. – 13. 5. 2008)



Obr. 5.17 Frekvenční průběh relativní permitivity (7. 2. – 13. 5. 2008)



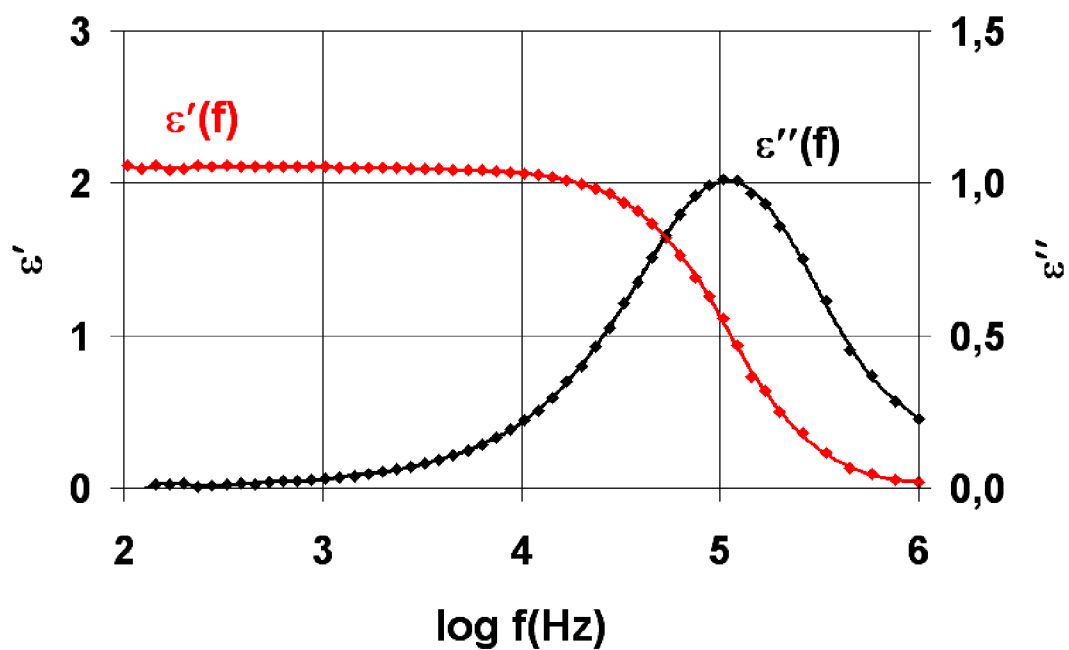


Obr. 5.18 Frekvenční průběh ztrátového čísla (7. 2. – 13. 5. 2008)

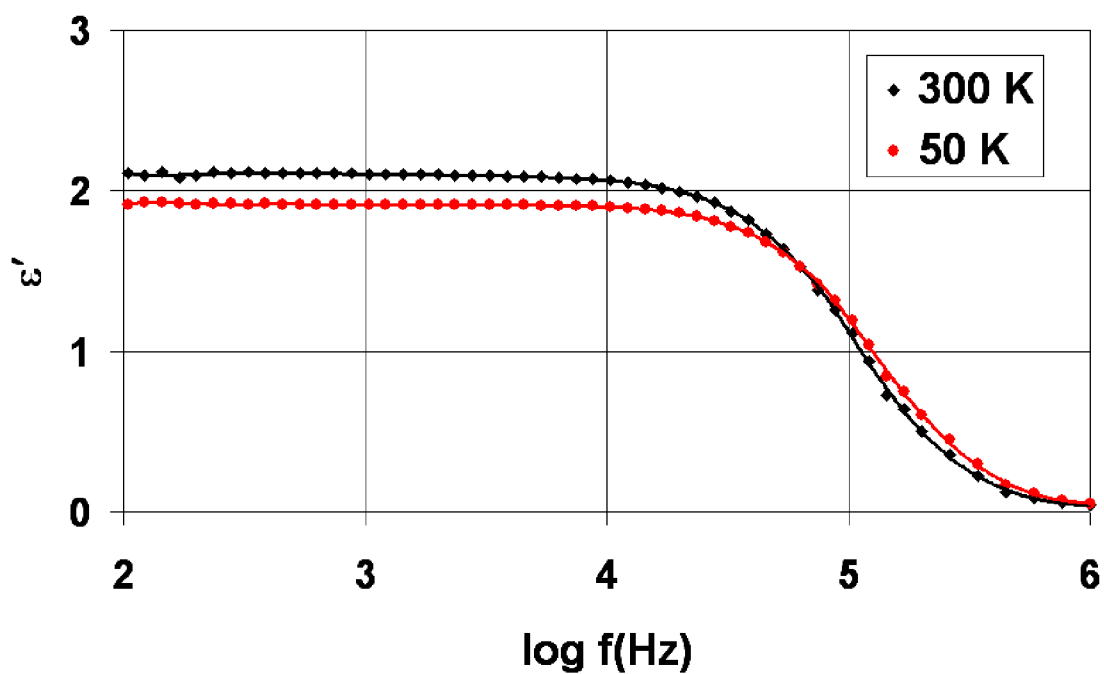
### 5.3 Doplnění výsledků měření o měření ve frekvenční oblasti

#### 5.3.1 Měření frekvenčním analyzátozem HP 4284A

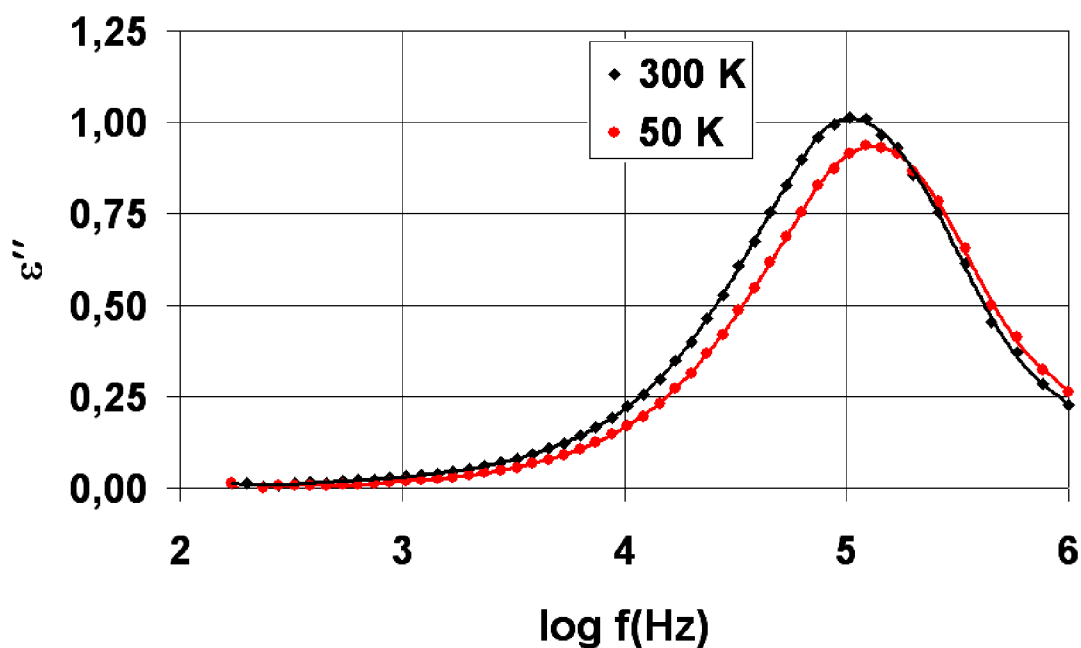
Zkoumaný vzorek dielektrika (KMC) byl pro doplnění výsledků podroben měření ve frekvenční oblasti aparaturou dostupnou na Ústavu fyziky VUT Brno. Vzorek byl umístěn v kryostatickém systému Janis CCS-400-204 a jako akční prvek samotného měření byl použit frekvenční analyzátor HP 4284A. Výsledky měření teplotní závislosti komplexní permitivity testovaného vzorku KMC vykazovaly velmi nízkou závislost parametrů na teplotě, proto je na následujících obrázcích ukázán nejprve samostatně průběh složek komplexní permitivity pro pokojovou teplotu (300 K) a dále pak pro dvě teploty ležící prakticky na okraji proměřovaného teplotního pásma, tj. teploty 50 a 300 K. Celé měření proběhlo dne 6. 8. 2008, vzorek byl nejprve měřen v průběhu ochlazování z pokojové teploty po teplotních krocích 50 K, a po dosažení teploty 10 K měření se v průběhu oteplování měření provedla znovu.



Obr. 5.19 Frekvenční průběh permitivity a ztrátového čísla při teplotě 300 K



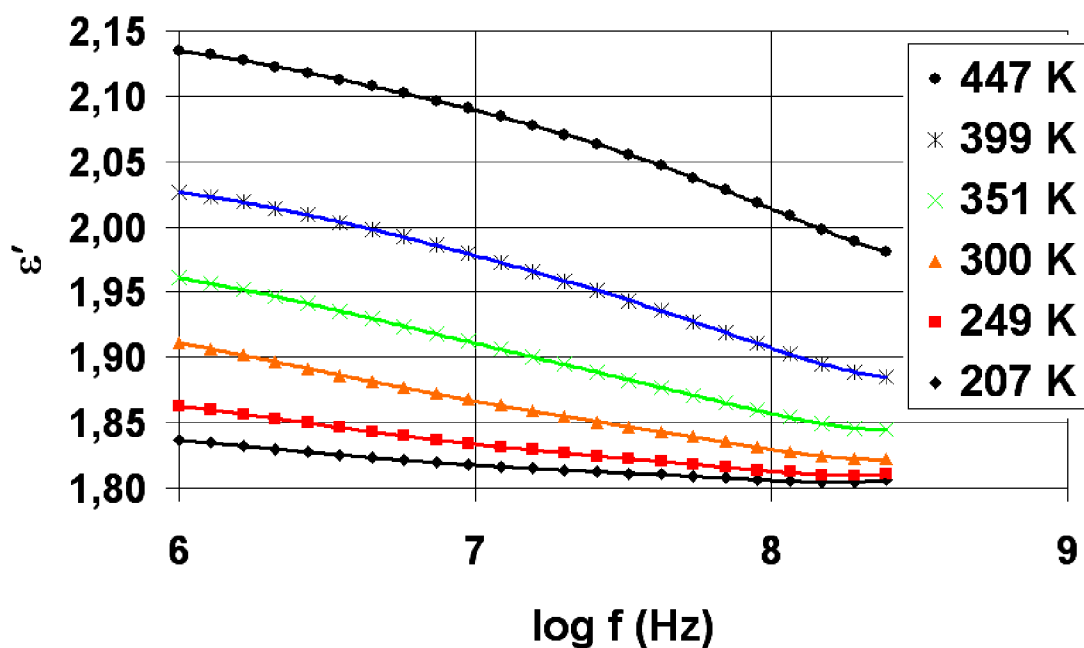
Obr. 5.20 Frekvenční průběh permitivity při teplotách 50 a 300 K



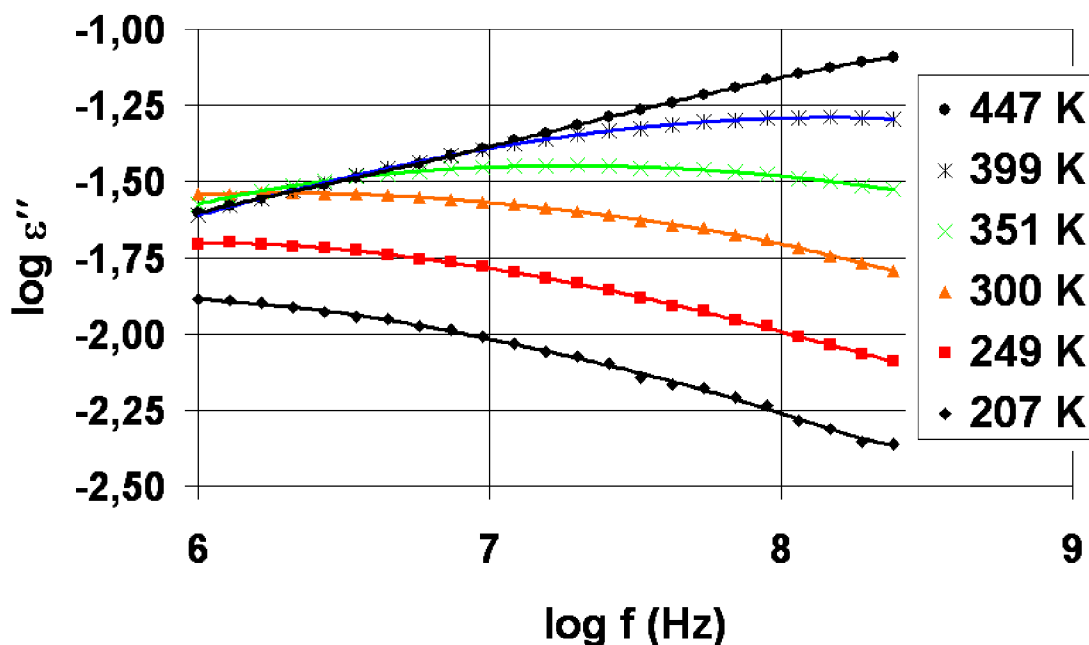
Obr. 5.21 Frekvenční průběh ztrátového čísla při teplotách 50 a 300 K

### 5.3.2 Měření vysokofrekvenčním analyzátozem HP 4291A

Tato měření byla provedena na výzkumném zařízení Univerzity Augsburg. Zkoumaný vzorek byl v širokém rozsahu teplot proměřen na vysokofrekvenčním analyzátozem HP4291A a přitom byl teplotně stabilizován kryostatickým systémem. Vzhledem ke specifickým praktickým důsledkům některých nepříznivých jevů při měření v rámci kmitočtového rozsahu přístroje včetně příslušenství s rozsahem 1-1500 MHz je níže prezentována pouze část naměřených dat, která nevykazuje prokazatelné známky zvýšených chyb měření.



Obr. 5.22 Frekvenční průběh permitivity a její teplotní závislost (1 – 245 MHz)



Obr. 5.23 Frekvenční průběh a teplotní závislost ztrátového čísla (1 – 245 MHz)

## 6. Závěr

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

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

Za přínosy DDP lze považovat především následující:

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

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

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

změřené průběhy vybíjecích proudů dielektrik, tak na soubory dat získaných opakovaným měřením téhož vzorku.

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

## 7. Literatura

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

- [16] Liedermann, K., Lapčík, L.: Dielectric Relaxation Spectroscopy of Some Polysaccharides. In Chem. Papers 50 (4), 1996, p. 218-223.
- [17] Liedermann, K., Lapčík, L., Demeester, J.: Dielectric Spectroscopy of Plasma Modified Polysaccharides for Medical Applications. In 5th International Conference on Properties and Applications of Dielectric Materials. Soul, Korea 1997, p. 541-544.
- [18] Liedermann, K., Lapčík, L.: Dielectric relaxation in hydroxyethyl cellulose. In Carbohydrate Polymers 42 (2000), Elsevier Science Ltd., 2000, p. 369-374.
- [19] Aqualon: Sodium Carboxymethylcellulose, Physical and Chemical Properties, 2000. [cit. 2009-06-19]. Dostupné z www: << [http://www.herc.com/aqualon/product\\_data/aq\\_bro\\_cmc\\_contnts.html](http://www.herc.com/aqualon/product_data/aq_bro_cmc_contnts.html) >>.
- [20] Zhengzhou International Trade Corp.: Carboxyl Methyl Cellulose (Cmc), description and sales information. [cit. 2009-06-19]. Dostupné z www: << [http://www.himfr.com/d-p113349902819936025-Cmc\\_%28Carboxyl\\_Methyl\\_Cellulose%29/](http://www.himfr.com/d-p113349902819936025-Cmc_%28Carboxyl_Methyl_Cellulose%29/) >>.
- [21] Lazarova, T., Vashuk, E.: Features of rheological and electrophysical properties of compositions based on polyvinyl alcohol and carboxymethylcellulose. In Mechanics of Composite Materials, Vol. 31, No. 6, 1995, p. 524-532. ISSN 0191-5665.
- [22] Agilent Technologies, Inc., 815 14 Street SW, Loveland, Colorado 80537, U.S.A.: Agilent 34401A 6 ½ Digit Multimeter, User's Guide. 2007, 242 p.
- [23] GM Electronic spol. s r.o.: Katalogový list, multimetr HC-DT860D. [cit. 2009-02-11]. Dostupné z www: << <http://www.gme.cz/dokumentace/dokumenty/722/722-265/kgm.722-265.1.pdf> >>
- [24] Keithley Instruments, Inc., Cleveland, Ohio, U.S.A.: 428-PROG Programmable Current Amplifier, Data Sheet. 2000, 2 p.
- [25] Svačina, J.: Elektromagnetická kompatibilita. Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií VUT v Brně, 2002, 171 s.
- [26] Keithley Instruments, Inc., Cleveland, Ohio, U.S.A.: Low Level Measurements Handbook, 6th Edition, 2004, 230 p.
- [27] Keithley Instruments, Inc., Cleveland, Ohio, U.S.A.: Model 617 Programmable Electrometer, Instruction Manual. 1984, 183 p.
- [28] Jan, J.: Číslicová filtrace, analýza a restaurace signálů. VUT v Brně, nakl. VUTIUM, 2002, 287 s. ISBN 80-214-1558-4.
- [29] Saeed, V.: Advanced Digital Signal Processing and Noise Reduction. Third Edition. Wiley, England, 2006, 453 p. ISBN 0-470-09494-X.
- [30] Šebesta, V., Biolek, D.: Systémy, procesy a signály 1. Skriptum VUT v Brně, 1993, 116 s.



- [31] Smékal, Z.: Číslicové zpracování signálů. Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií VUT v Brně, 2006, 152 s.
- [32] Smékal, Z., Sysel, P.: Číslicové filtry. Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií VUT v Brně, 2004, 130 s.
- [33] Chmelka, L.: Denoising ECG Signals Using Wavelet Transform. In Student EEICT 2004. FEKT VUT Brno, p. 65-69. ISBN 80-214-2635-7.
- [34] Matz, V., Kreidl, M., Šmíd, R.: Signal-to-Noise Ratio Improvement based on the Discrete Wavelet Transform in Ultrasonic Defectoscopy. Acta Polytechnica, vol. 44, part 4, 2004, p.61-66.
- [35] Lunkenheimer, P., Loidl, A.: Dynamic Processes at the Glass Transition. In Solid State Phys. 41, 2001, p.405-417.
- [36] IMASS Inc.: TDDS-1 Time Domain Dielectric Spectrometer. [cit. 2009-03-03]. Dostupné z www: << <http://www.imass.com/IMASS%20Line%20Sheet%205.pdf> >>.
- [37] Feldman, Y.: Time domain dielectric spectroscopy, advantages and disadvantages. In Dielectric Materials, Measurements and Applications, Seventh International Conference on (Conf. Publ. No. 430), 1996, p. 38-41, ISSN 0537-9989.
- [38] Werelius, P.: Development and Application of High Voltage Dielectric Spectroscopy for Diagnosis of Medium Voltage XLPE Cables. Department of Electrical Engineering Division of Electrotechnical Design Royal Institute of Technology (KTH) Stockholm, Sweden. 2001, 212 p, ISSN 1650-674x.
- [39] Kremer, F., Schonhals, A.: Broadband Dielectric Spectroscopy. Berlin, Springer, 2003, 721 p., ISBN 3540434070.
- [40] Farahani, M., Borsi, H., Gockenbach, E.: Dielectric Response Studies on Insulating System of High Voltage Rotating Machines. In IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 13, No. 1, 2006, p. 383-393.
- [41] Mopsik, F.I.: Precision time-domain dielectric spectrometer. Rev. Sci. Instrum. 55 (1), 1984, p. 79.
- [42] Stráník, R.: Analýza dielektrických spekter glycerolu. [Disertační práce]. VUT Brno, 2007.
- [43] Rozsivalová, Z., Křivák, P., Vaněk, J.: Materiály a technická dokumentace, Laboratorní cvičení. Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií VUT v Brně, 67 s.
- [44] Agilent technologies: VEE Pro User's Guide, November 2005. [cit. 2008-12-10]. Dostupné z www: << <http://www.agilent.com> >>
- [45] Steinbauer, M. Osobní sdělení. Ústav teoretické a experimentální elektrotechniky FEKT VUT Brno, 23.7.2008.

- [46] Moudoud, M., Megherbi, M., Mekious, M., Lamrous, O.: Thermal aging effect on charging and discharging currents in polymers under DC stress. In IEEE INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON ELECTRICAL INSULATION, Vancouver, Canada, 2008, p. 506-509. ISBN: 978-1-4244-2092-6.
- [47] Boček V., Voborník A.: Pracoviště pro měření absorpčních a resorpčních proudů. In Diagnostika 07, Západočeská univerzita v Plzni, 2007, p. 17-18, ISBN 978-80-7043-557-1.
- [48] Ďurman, V., Olach, O.: Porovnanie niektorých metód transformácie dielektrických veličín z časovej do frekvenčnej oblasti. In Elektroizolačná kabelová technika 1999, č. 3, s. 67 – 72.
- [49] Mopsik, F.I.: The Transformation of Time-Domain Relaxation Data into The Frequency Domain. In IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. EI-20 No.6, 1985, p. 957-964.
- [50] National instruments: NI 4071 Specifications, August 2005. [cit. 2009-04-27]. Dostupné z www: << <http://www.ni.com/pdf/manuals/371371d.pdf> >>.

## **Curriculum Vitae**

Jméno: Tomáš Palai-Dany

Narozen: March 10<sup>th</sup> 1981 in Brno

Kontakt: [xpalai00@stud.feec.vutbr.cz](mailto:xpalai00@stud.feec.vutbr.cz)

## **Vzdělání**

1995 – 1999 Střední průmyslová škola elektrotechnická Kounicova 16, Brno

1999 – 2005 Magisterské studium na FEKT VUT v Brně, obor sdělovací technika, specializace přístrojová elektronika. Diplomová práce byla vypracována na téma „Defibrilátor“.

2005 – 2009 Doktorské studium na Ústavu Fyziky FEKT VUT v Brně, obor teleinformatika.

## **Jazyky**

English

## **Grantové projekty**

FRVŠ 1162/2008/G1 Modernizace vybavení laboratoře spektroskopických měřicích metod.