



# VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

## FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION

## ÚSTAV AUTOMATIZACE A MĚŘICÍ TECHNIKY

DEPARTMENT OF CONTROL AND INSTRUMENTATION

## MĚŘICÍ SYSTÉM PRO STANOVENÍ PIEZOELEKTRICKÉHO NÁBOJOVÉHO KOEFICIENTU

MEASUREMENT SYSTEM FOR DETERMINATION OF THE PIEZOELECTRIC CHARGE COEFFICIENT

### DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

### AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Ondřej Kašpárek

### VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Jiří Fialka, Ph.D.

BRNO 2022

# Diplomová práce

magisterský navazující studijní program **Kybernetika, automatizace a měření**

Ústav automatizace a měřicí techniky

**Student:** Bc. Ondřej Kašpárek

**ID:** 203245

**Ročník:** 2

**Akademický rok:** 2021/22

**NÁZEV TÉMATU:**

## Měřicí systém pro stanovení piezoelektrického nábojového koeficientu

### POKyny PRO VYPRACOVÁNÍ:

Cílem práce je teoretické nastudování a praktické ověření metod pro měření materiálových koeficientů piezoelektrických materiálů, s podrobnějším zaměřením na přímé metody měření jednotlivých koeficientů jako je např. nábojový koeficient. Práce je zaměřena na přímé stanovení piezoelektrického nábojového koeficientu pomocí přímých metod měření náboje a působící síly na vzorek.

Zadání je rozděleno do následujících částí:

- 1) Provést literární průzkum v oblasti charakterizace piezoelektrických materiálů se zaměřením na měření jejich základních parametrů, které je důležité znát pro výpočet materiálových koeficientů.
- 2) Teoreticky nastudovat a dle dostupného laboratorního vybavení prakticky ověřit přímé metody měření piezoelektrického nábojového koeficientu.
- 3) Vytvořte aplikace v prostředí LabVIEW pro měření nábojového koeficientu pomocí přímých metod, založených na skokové změně působící síly a na periodickém působení síly na testovaných vzorcích.
- 4) Obě varianty metod pro stanovení nábojového koeficientu ověřte pomocí laboratorního vybavení na sadě vzorků z piezoelektrické keramiky. Identifikujte vlivy okolních podmínek na měření s ohledem na sestavené pracoviště.
- 5) Zhodnoťte výsledky měření a formulujte doporučení pro zlepšení přesnosti měřicích metod.

### DOPORUČENÁ LITERATURA:

INTERNATIONAL STANDARD, CEI/IEC 60483: 1976, Guide to dynamic measurements of piezoelectric ceramics with high electromechanical coupling, IEE Central Office Geneva Switzerland, Geneva, 1997, ICS 31.140.

**Termín zadání:** 7.2.2022

**Termín odevzdání:** 18.5.2022

**Vedoucí práce:** Ing. Jiří Fialka, Ph.D.

**Konzultant:** Ing. Jan Kunz

**doc. Ing. Petr Fiedler, Ph.D.**  
předseda rady studijního programu

### UPOZORNĚNÍ:

Autor diplomové práce nesmí při vytváření diplomové práce porušit autorská práva třetích osob, zejména nesmí zasahovat nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a musí si být plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č.40/2009 Sb.

## **Abstrakt**

Diplomová práce se zabývá měřením materiálových koeficientů piezoelektrických materiálů se zaměřením na metody přímého stanovení piezoelektrického nábojového koeficientu.

První kapitoly práce jsou zaměřeny na teorii piezoelektrického jevu, popisu piezoelektrických materiálových koeficientů a dále na teorii přímých metod měření piezoelektrického nábojového koeficientu, kdy je měřen generovaný náboj odpovídající mechanickému namáhání.

Další část práce je zaměřena na návrh a realizaci pokročilého měřicího systému založeného na kvazistatické metodě, kdy je měřena elektrická odezva materiálu při skokové změně působící síly nebo při působení harmonického signálu síly na testovaný vzorek.

V poslední části jsou pomocí vytvořených systémů měření zkoumány vlivy na výsledky měření, například použití stínění.

## **Klíčová slova**

piezoelektrický jev, piezoelektrická keramika, piezoelektrické koeficienty, metody pro měření piezoelektrických koeficientů, piezoelektrická nábojová konstanta, kvazistatická metoda

## **Abstract**

The master's thesis deals with methods of measuring material coefficients of piezoelectric materials with a focus on direct methods of measuring piezoelectric charge constant.

The first chapters of this paper focus on the theory of the piezoelectric effect, the description of piezoelectric material coefficients, and the theory of direct measurements of piezoelectric charge constant, where is the generated charge, which corresponds to the mechanical load, measured.

The next part of this thesis deals with designing and creating advanced measuring systems based on the quasi-static method, which are measuring the electrical response of the material to a step-change in force or a harmonic force signal straining the testing sample.

In the last part, the influences on the measurement results, such as the use of electromagnetic shielding, are investigated using the created measurement systems.

## **Keywords**

piezoelectric effects, piezoelectric ceramics, piezoelectric coefficients, methods for measuring piezoelectric coefficients, piezoelectric charge constant, quasistatic method

## **Bibliografická citace**

KAŠPÁREK, Ondřej. Měřicí systém pro stanovení piezoelektrického nábojového koeficientu. Brno, 2022. Dostupné také z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/142625>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, Ústav automatizace a měřicí techniky. Vedoucí práce Jiří Fialka.

# Prohlášení autora o původnosti díla

**Jméno a příjmení studenta:** *Ondřej Kašpárek*

**VUT ID studenta:** *203245*

**Typ práce:** *Diplomová práce*

**Akademický rok:** *2021/22*

**Téma závěrečné práce:** *Měřicí systém pro stanovení  
piezoelektrického nábojového koeficientu*

Prohlašuji, že svou závěrečnou práci jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucí/ho závěrečné práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

Jako autor uvedené závěrečné práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této závěrečné práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č. 40/2009 Sb.

V Brně dne: 15. května 2022

-----  
podpis autora

## **Poděkování**

Děkuji vedoucímu diplomové práce Ing. Jiřímu Fialkovi, Ph.D. za odbornou a ochotnou pomoc a za další cenné rady při zpracování mé diplomové práce.

V Brně dne: 15. května 2022

-----  
podpis autora

# Obsah

SEZNAM OBRÁZKŮ .....	9
SEZNAM TABULEK.....	10
<b>1. ÚVOD.....</b>	<b>11</b>
<b>2. PIEZOELEKTRICKÝ JEV .....</b>	<b>13</b>
2.1 VLASTNOSTI PIEZOELEKTRICKÝCH MATERIÁLŮ .....	13
2.2 PIEZOELEKTRICKÉ MATERIÁLY .....	14
2.3 PIEZOELEKTRICKÉ KOEFICIENTY .....	15
2.3.1 <i>Elasto-piezo-dielektrická matice</i> .....	16
2.3.2 <i>Elastický koeficient <math>s_{ij}</math></i> .....	16
2.3.3 <i>Piezoelektrický nábojový koeficient <math>d_{ij}</math></i> .....	17
2.3.4 <i>Piezoelektrický napěťový koeficient <math>q_{ij}</math></i> .....	17
2.3.5 <i>Permitivita <math>\epsilon_{ij}</math></i> .....	17
<b>3. MĚŘENÍ PIEZOELEKTRICKÝCH KOEFICIENTŮ .....</b>	<b>19</b>
3.1 MĚŘENÍ NÁBOJE VYVOLANÉHO MECHANICKÝM NAMÁHÁNÍM.....	20
3.1.1 <i>Podmínky měření ovlivňující nábojový koeficient</i> .....	22
3.1.2 <i><math>D_{33}</math> metr</i> .....	23
3.2 MĚŘENÍ VÝCHYLKY VYVOLANÉ PŘILOŽENÝM NAPĚTÍM.....	27
<b>4. SYSTÉM MĚŘENÍ S DYNAMICKÝM SIGNÁLEM SÍLY.....</b>	<b>30</b>
4.1 ČÁST SYSTÉMU GENERUJÍCÍ SIGNÁL SÍLY .....	30
4.1.1 <i>Programové ochrany</i> .....	32
4.1.2 <i>Regulátor signálu síly</i> .....	33
4.2 MĚŘENÍ VÝSTUPNÍHO NÁBOJE NA PIEZOELEMENTU.....	33
4.2.1 <i>Výpočet nábojového koeficientu</i> .....	34
<b>5. SYSTÉM MĚŘENÍ SE SKOKOVOU ZMĚNOU SÍLY.....</b>	<b>36</b>
5.1 KONSTRUKCE PRO SYSTÉM MĚŘENÍ SE SKOKOVOU ZMĚNOU SÍLY .....	36
5.2 SOFTWARE PRO OVLÁDÁNÍ SYSTÉMU .....	39
5.2.1 <i>Program v prostředí LabVIEW</i> .....	40
5.2.2 <i>Program v prostředí Arduino</i> .....	42
5.2.3 <i>Komunikace mezi programy</i> .....	44
5.3 VÝPOČET NÁBOJOVÉHO KOEFICIENTU .....	44
5.3.1 <i>Zdroje šumu v měřeném signálu síly</i> .....	46
<b>6. MĚŘENÍ NA SADĚ TESTOVACÍCH VZORKŮ .....</b>	<b>49</b>
6.1 OPAKOVATELNOST MĚŘENÍ SYSTÉMU S DYNAMICKÝM BUZENÍM.....	50
6.2 VLIV ORIENTACE VZORKU A UZEMNĚNÍ ELEKTROD U SYSTÉMU S DYNAMICKÝM BUZENÍM.....	51
6.3 VLIV UMÍSTĚNÍ MĚŘÍCIHO BODU U SYSTÉMU S DYNAMICKÝM BUZENÍM .....	53
6.4 VLIV VYOSENÍ MĚŘÍCIHO BODU U SYSTÉMU S DYNAMICKÝM BUZENÍM.....	54
6.5 VLIV STÍNĚNÍ U SYSTÉMU S DYNAMICKÝM BUZENÍM .....	56
6.6 MĚŘENÍ MALÉHO NÁBOJOVÉHO KOEFICIENTU SYSTÉMEM S DYNAMICKÝM BUZENÍM .....	57
6.7 MĚŘENÍ SYSTÉMEM S DYNAMICKÝM BUZENÍM S CITLIVĚJŠÍM SNÍMAČEM SÍLY .....	58
6.8 OPAKOVATELNOST MĚŘENÍ SYSTÉMU SE SKOKOVOU ZMĚNOU SÍLY .....	61

6.9	VLIV ORIENTACE VZORKU U SYSTÉMU SE SKOKOVOU ZMĚNOU SÍLY .....	62
6.10	VLIV TVARU HROTU U SYSTÉMU SE SKOKOVOU ZMĚNOU SÍLY .....	63
6.11	ZHODNOCENÍ VYTVOŘENÝCH SYSTÉMŮ .....	65
<b>7.</b>	<b>ZÁVĚR.....</b>	<b>67</b>
	<b>LITERATURA.....</b>	<b>68</b>
	<b>SEZNAM PŘÍLOH.....</b>	<b>70</b>

# SEZNAM OBRÁZKŮ

2.1	Změny v krystalické mřížce materiálu vlivem působení síly [1].....	13
2.2	Struktura piezoelektrické keramiky nad a pod Curieho teplotou [1].....	14
2.3	Souřadnicový systém sil ovlivňující piezoelektrický element [1] .....	15
3.1	Závislost impedance vzorku na frekvenci budící síly [1] .....	19
3.2	Obecné schéma měření náboje vyvolaného mechanickým namáháním [2] .....	21
3.3	Schéma $d_{33}$ metru [15].....	24
3.4	Schéma měření dvoupaprskovým interferometrem [8] .....	28
4.1	Schéma regulační části systému .....	31
4.2	Schéma měřicí části systému.....	34
5.1	Schéma systému měření se skokovou změnou síly .....	36
5.2	Konstrukce pro generaci silového skoku.....	37
5.3	Princip nadzvedávání zatěžovacího tělesa pomocí vačky .....	38
5.4	Startovní pozice vačky na začátku měření .....	38
5.5	Nanesené vrstvy sloužící jako izolace a elektrody .....	39
5.6	Schéma propojení programů LabVIEW a Arduino .....	40
5.7	Stavový diagram programu v prostředí LabVIEW.....	40
5.8	Vybíjení nábojového zesilovače po silovém skoku.....	42
5.9	Schéma činnosti programu Arduino .....	43
5.10	Nastavení kanálů pro krokování motoru .....	43
5.11	Vzorový průběh zprůměrovaných signálů síly a náboje při skoku zatížení .....	46
5.12	Vzorový průběh signálu síly při skokovém zatěžování .....	47
5.13	Šum signálu síly při otáčení krokového motoru .....	47
6.1	Umístění a indexy bodů na vzorcích pro vícebodová měření.....	53
6.2	Typy vyosení měřicího bodu.....	55
6.3	Konstrukce pro stínění okolního rušení.....	56
6.4	Amplitudové spektrum nestíněného měření nitridu hliníku systémem s dynamickým buzením .....	58
6.5	Piezoelektrický snímač síly KISTLER Type 9205.....	59
6.6	Tvary hrotů a jejich indexy .....	64

# SEZNAM TABULEK

3.1	Přehled definic metody měření náboje vyvolaného mechanickým namáháním podle zdrojů.....	21
3.2	Měřicí rozsahy, rozlišení a přesnosti $d_{33}$ metrů .....	25
3.3	Budící signály síly, dodatečné měřené koeficienty a hodnoty $d_{33}$ metrů.....	26
5.1	Přibližný naměřený čas skoku síly od začátku měření .....	45
6.1	Přehled vzorků v testovací sadě .....	49
6.2	Výsledky měření systému s dynamickým buzením s ohledem na opakovatelnost.....	51
6.3	Výsledky měření systému s dynamickým buzením s ohledem na orientaci vzorku a uzemnění elektrod.....	52
6.4	Výsledky měření systému s dynamickým buzením s ohledem na umístění měřícího bodu .....	54
6.5	Vliv vyosení na hodnotu $d_{33}$ NCE41 válce o rozměrech $\varnothing 8,5 \times 18,3$ mm.....	55
6.6	Měření $d_{33}$ s korektním a nedokonalým stíněním.....	56
6.7	Měření $d_{33}$ nitridu hliníku systémem s dynamickým buzením .....	57
6.8	Porovnání výsledků měření při použití různých snímačů síly v systému s dynamickým buzením ...	60
6.9	Výsledky měření systému se skokovou změnou síly s ohledem na opakovatelnost vzorků menších než elektroda .....	61
6.10	Výsledky měření systému se skokovou změnou síly s ohledem na opakovatelnost vzorků větších než elektroda .....	62
6.11	Výsledky měření systému s dynamickým buzením s ohledem na orientaci vzorku.....	63
6.12	Výsledky měření systému s dynamickým buzením s různými hroty na zatěžovacím tělese .....	64
6.13	Srovnání vytvořených systémů měření .....	65

# 1. ÚVOD

Zjišťování parametrů piezoelektrických materiálů je nedílnou součástí návrhů aplikací využívajících tyto materiály. Jednak je třeba znát přesné vlastnosti chování použitých piezoelektrických elementů v daném systému, a navíc každá aplikace může klást jiné požadavky na využitý piezoelektrický materiál. V této práci zkoumaný piezoelektrický nábojový koeficient je důležitým parametrem v případě, že je využívána generace náboje vlivem mechanického zatěžování vnější silou.

V rámci přímých metod měření piezoelektrického nábojového koeficientu je možné buďto měření pomocí dedikovaných přístrojů pro měření nábojových koeficientů,  $d_{33}$  metrů, nebo vytvoření vlastního systému měření na základě odpovídajících norem EN 50324-2 a IEEE Std 176-1987. V těchto normách jsou rozebrány možné experimentální metody určené pro stanovení materiálových koeficientů piezoelektrických materiálů, ovšem veškeré metodiky měření či výpočtu obsahují spíše principiální návod a nijak přesně nekonkretizují parametry a podmínky metod měření.

Cílem této práce je literární průzkum možných způsobů měření piezoelektrických nábojových koeficientů se zaměřením na přímé metody měření piezoelektrického nábojového koeficientu a dále vytvoření dvou systémů měření na základě kvazistatické, též známé jako dynamické nebo Berlincourtovy, metody. Tato metoda je založena na přímém piezoelektrickém jevu, kdy je měřen náboj vyvolaný působením mechanického namáhání piezoelektrického materiálu. Vytvořené systémy měření se od sebe odlišují způsobem mechanického namáhání. Principem prvního systému je namáhání piezoelektrického materiálu dynamickým signálem síly s harmonickým průběhem a druhý systém je založen na jednorázovém odlehčení testovaného vzorku.

V rámci literární rešerše je proveden průzkum trhu  $d_{33}$  metrů od několika výrobců, kdy jsou sledovány jejich měřicí rozsahy, rozlišení, přesnosti, možnosti nastavování budící síly, možnost adaptérů pro měření nábojového koeficientu i v jiných směrech a možnost měření dalších parametrů piezoelektrického materiálu.

Nedílnou součástí literárního průzkumu přímých metod je zjištění podmínek měření ovlivňující hodnoty nábojového koeficientu, které v rámci testovacích měření nejsou zkoumány, příkladem je vliv teploty či vliv velikosti mechanického zatížení.

Funkčnost obou systémů je ověřena na sadě vzorků z měkké i tvrdé piezoelektrické keramiky o různých tvarech a rozměrech, přičemž na daných vzorcích jsou pomocí vytvořených systémů definovány vlivy podmínek měření. Pro kontrolu hodnot piezoelektrického nábojového koeficientu určených systémy měření jsou výsledky porovnávány s referenčními hodnotami. Referenční hodnoty jsou získány pomocí frekvenční metody, kdy je nábojový koeficient vypočten z naměřených hodnot kapacity, rozměrů, rezonanční a antirezonanční frekvence.

Na základě výsledků měření jsou formulovány doporučení pro případná budoucí měření s těmito systémy a jsou rozebrány jevy, které mají zanedbatelný vliv na výsledky

měření a není nutné je tedy v určitých případech uvažovat. Závěrem jsou oba měřicí systémy, tedy systém měření založený na dynamickém zatěžování vnější silou a systém měření založený na jednorázové změně zatěžovací vnější síly, vzájemně srovnány a jsou rozebrány jejich vzájemné výhody či nevýhody.

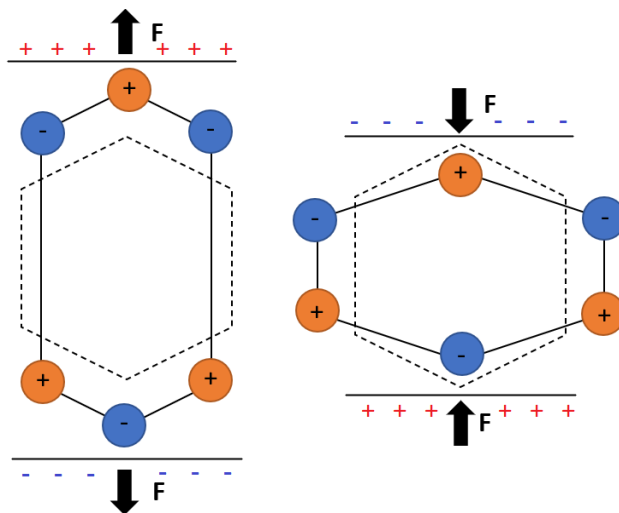
## 2. PIEZOELEKTRICKÝ JEV

Ke konci devatenáctého století francouzští vědci Jacques a Pierre Curie zjistili specifické chování některých krystalických materiálů, kdy se krystaly elektricky polarizovaly vlivem působení mechanické síly. Stejně tak bylo jimi později zjištěno, že tyto krystaly vlivem působení elektrického pole mění své rozměry úměrně směru a intenzitě pole. Tyto jevy byly označeny jako přímý a nepřímý piezoelektrický jev. Název těchto jevů vychází z řeckého slova *piezein*, které znamená zmáčknutí / stlačení [1].

Díky vlastnostem piezoelektrických materiálů popsaných v následujících kapitolách jsou piezoelektrické materiály nedílnou součástí mnoha aplikací jako elektromechanické převodníky, kdy jsou použity jako generátory, sonické a ultrazvukové převodníky, senzory nebo aktuátory [2].

### 2.1 Vlastnosti piezoelektrických materiálů

Jak již bylo zmíněno, piezoelektrické vlastnosti materiálu zapříčiňují vznik přímého a nepřímého piezoelektrického jevu. Přímý piezoelektrický jev umožňuje přeměnu mechanické energie na elektrickou, což je využito zejména v sensorové technice. Naopak nepřímý piezoelektrický jev umožňuje přeměnu elektrické energie na energii mechanickou, čehož využívají piezoelektrické aktuátory [3]. Tyto jevy vychází z molekulární struktury materiálu, která je znázorněna na následujícím obrázku 2.1.



Obrázek 2.1 Změny v krystalické mřížce materiálu vlivem působení síly [1]

Oranžové kruhy v obrázku znázorňují pozitivně nabitě atomy a modré kruhy negativně nabitě atomy. Čárkovaný šestiúhelník znázorňuje původní uspořádání, kdy na krystal nepůsobí žádná vnější síla nebo elektrické pole a těžiště negativního a pozitivního náboje jsou v originální pozici. Vlivem vnější síly dochází k deformaci krystalické mřížky, která způsobuje změnu distribuce náboje a těžiště pozitivního a negativního

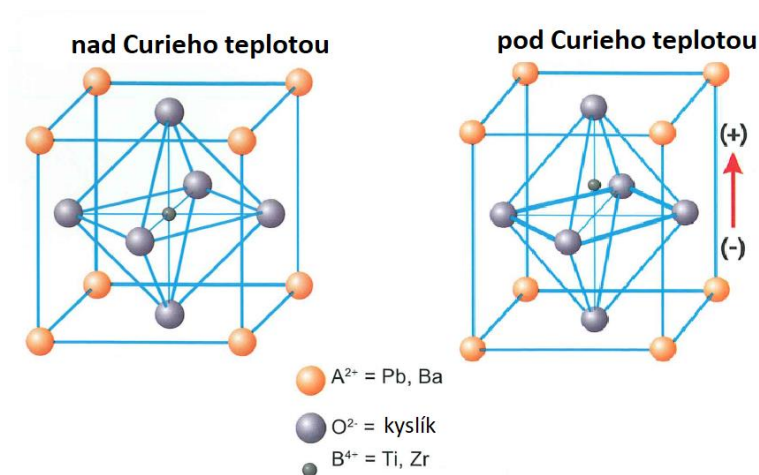
náboje se od sebe oddálí a vzniká dipólový moment. Díky tomu lze měřit náboj na protějších stranách krystalu. Principem nepřímého piezoelektrického jevu je otočení procesu vzniku přímého piezoelektrického jevu [3].

Velikosti generovaných nábojů, sil či změn rozměrů jsou ovšem malé a často tedy vyžadují zesílení. Změny v rozměrech u nepřímého piezoelektrického jevu mohou být příkladem ve zlomkách milimetru a většinou nepřesahují víc než tisícinu velikosti samotného materiálu [3] [1].

## 2.2 Piezoelektrické materiály

Piezoelektrický jev se projevuje u řady přírodních krystalických materiálů, jako je křemen, turmalín nebo vinan sodno-draselný (Seignettova sůl), které byly mnoho let využívány pro elektromechanické převodníky. Aby krystal projevoval piezoelektrický jev, jeho struktura nesmí mít střed symetrie [2]. Od druhé poloviny dvacátého století byly tyto materiály nahrazeny uměle vytvořenými piezoelektrickými materiály z oxidů kovů, takzvanou piezoelektrickou keramikou [1].

Jako piezoelektrická keramika jsou určeny polykrystalické ferroelektrické materiály se čtyřúhelníkovou nebo kosočtvercovou strukturou, kdy má krystal dipólový moment. Nutno podotknout že tyto materiály mají požadovanou strukturu pouze pod hraniční teplotou, takzvanou Curierovou teplotou [1]. Nad touto hraniční teplotou krystal nabývá krychlovou strukturu, ztrácí dipólový moment, a tedy přestává vykazovat piezoelektrické vlastnosti.



Obrázek 2.2 Struktura piezoelektrické keramiky nad a pod Curieho teplotou [1]

První piezoelektrické keramiky byly vytvořeny na bázi barya a titanu, ovšem rychle byla objevena nová složení keramik, které dosahují vyšších hodnot materiálových koeficientů i Curieovy teploty. Například titaničitan barnatý byl u většiny aplikací nahrazen PZT keramikou na bázi olova, zirkonu a titanu. Hlavní výhodou piezoelektrických keramik je možnost uzpůsobení poměrů jednotlivých prvků při výrobě,

a tedy ovlivnění samotných piezoelektrických vlastností. Díky tomu mohou být piezoelektrické keramiky uzpůsobeny konkrétním požadavkům v rámci použití. Dalšími výhodami je jejich odolnost a mnohonásobně vyšší citlivost oproti přírodním materiálům vykazujícím piezoelektrický jev [1].

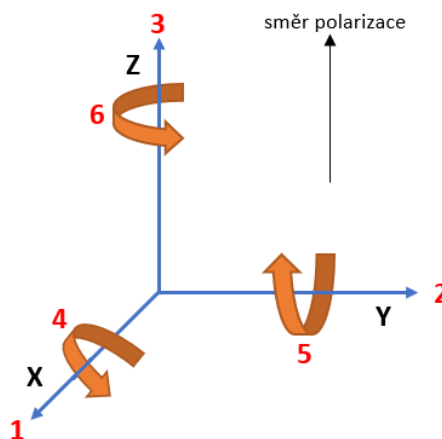
Piezoelektrickou keramiku můžeme rozdělit do následujících tří skupin:

1. Měkká PZT keramika
2. Tvrdá PZT keramika
3. Bezolovnatá keramika

Měkká PZT keramika se vyznačuje vysokými piezoelektrickými a dielektrickými koeficienty, vysokou permitivitou, velkými dielektrickými ztrátami, velkým elektromechanickým vazebním faktorem, špatnou linearitou a vyšší Curieovou teplotou. Tvrdá PZT keramika se vyznačuje malými piezoelektrickými a dielektrickými koeficienty, nízkou permitivitou, nízkými dielektrickými ztrátami, malým elektromechanickým vazebním faktorem, dobrou linearitou a nižší Curieovou teplotou. Bezolovnatá keramika na bázi titanu a barya nabízí oproti PZT keramice zejména výhodu absence toxického olova. Dále se tato bezolovnatá keramika vyznačuje nižšími hodnotami koeficientů, nízkou Curieovou teplotou a nízkou opakovatelností při výrobě [3] [4].

## 2.3 Piezoelektrické koeficienty

Jelikož se piezoelektrické materiály vyznačují anizotropním chováním, tedy vlastnosti materiálu jsou v různých směrech jiné, je potřeba vztáhnout všechny piezoelektrické koeficienty ke směru buzení a směru reakce materiálu. Obvykle je směr pozitivní polarizace souhlasný s osou Z souřadnicového systému. Indexy 1, 2 a 3 odpovídají souřadnicovým osám X, Y a Z. Dále indexy 4, 5 a 6 odpovídají řezu okolo jedné z os. Koeficienty podléhající anizotropnímu chování jsou tedy zapisovány ve formátu  $x_{ij}$ , kdy index  $i$  charakterizuje směr buzení a index  $j$  charakterizuje směr odezvy [1].



Obrázek 2.3 Souřadnicový systém sil ovlivňující piezoelektrický element [1]

### 2.3.1 Elasto-piezo-dielektrická matice

V případě lineární piezoelektrické teorie, kdy jsou zanedbány vlivy nelineárního chování jako hystereze, vliv teploty či magneto-mechanicko-elektrické interakce, elastické, piezoelektrické a dielektrické vlastnosti piezoelektrického materiálu je možné popsat následujícími rovnicemi [5]:

$$S_{ij} = s^E_{ijkl} \cdot T_{kl} + d_{kij} \cdot E_k \quad (2.1)$$

a

$$D_i = d_{ikl} \cdot T_{kl} + \varepsilon^T_{ik} \cdot E_k \quad (2.2)$$

, kde  $S$  je mechanické namáhání,  $s^E$  je elastický koeficient při konstantním elektrickém poli,  $T$  je mechanické napětí,  $d$  je piezoelektrický nábojový koeficient,  $E$  je intenzita elektrického pole,  $D$  je elektrická indukce a  $\varepsilon^T$  je permitivita materiálu při konstantním mechanickém napětí.

Rovnice obecně udávají 21 nezávislých elastických koeficientů, 18 nezávislých piezoelektrických koeficientů a 6 nezávislých dielektrických koeficientů, které jsou zapsány do elasto-piezo-dielektrické matice [5] [6].

$$\begin{bmatrix} S \\ D \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} s^E & d^{trans} \\ d & \varepsilon^T \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} T \\ E \end{bmatrix} \quad (2.3)$$

Výše uvedené počty nezávislých koeficientů platí pouze obecně, jelikož jejich počet závisí na symetrii piezoelektrického krystalu. Piezoelektrické keramicky spadají do krystalografické třídy  $6mm$  hexagonálního krystalického systému. Počet nezávislých koeficientů je u těchto materiálů snížen na 10, a to 5 nezávislých elastických koeficientů, 3 nezávislé piezoelektrické koeficienty a 2 nezávislé dielektrické koeficienty [6].

$$\begin{bmatrix} S_1 \\ S_2 \\ S_3 \\ S_4 \\ S_5 \\ S_6 \\ D_1 \\ D_2 \\ D_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} s_{11}^E & s_{12}^E & s_{13}^E & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & d_{31} \\ s_{12}^E & s_{11}^E & s_{13}^E & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & d_{31} \\ s_{13}^E & s_{13}^E & s_{33}^E & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & d_{33} \\ 0 & 0 & 0 & s_{55}^E & 0 & 0 & 0 & 0 & d_{15} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & s_{55}^E & 0 & d_{15} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2(s_{11}^E - s_{12}^E) & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & d_{15} & 0 & \varepsilon_{11}^T & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & d_{15} & 0 & 0 & 0 & \varepsilon_{11}^T & 0 \\ d_{31} & d_{31} & d_{33} & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \varepsilon_{33}^T \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} T_1 \\ T_2 \\ T_3 \\ T_4 \\ T_5 \\ T_6 \\ E_1 \\ E_2 \\ E_3 \end{bmatrix} \quad (2.4)$$

### 2.3.2 Elastický koeficient $s_{ij}$

Elastický koeficient  $s_{ij}$  popisuje mechanickou deformaci materiálu na jednotku vyvinutého mechanického napětí. Konstanta je uváděna v jednotkách  $[m^2 \cdot N^{-1}]$ . Elastické koeficienty ve směru 11 a 33 jsou inverzní hodnotou Youngova modulu. Speciálními případy je elastický koeficient  $s^D$ , který uvádí elastický koeficient materiálu při konstantní elektrické indukci a elastický koeficient  $s^E$ , která uvádí elastický koeficient materiálu při

konstantním elektrickém poli [1].

### 2.3.3 Piezoelektrický nábojový koeficient $d_{ij}$

Piezoelektrický nábojový koeficient  $d_{ij}$  popisuje dvě závislosti. Buď popisuje vygenerovanou polarizaci (náboj) na jednotku aplikovaného mechanického napětí, anebo popisuje mechanickou deformaci materiálu na jednotku aplikovaného vnějšího elektrického pole [1].

V návaznosti na dualitu popisu, koeficient může být zapsán pomocí jednotek  $[C \cdot N^{-1}]$  nebo  $[m \cdot V^{-1}]$  [7].

$$d = k \sqrt{s^E \varepsilon^T} [C \cdot N^{-1}], [m \cdot V^{-1}] \quad (2.5)$$

,kdy  $d$  je piezoelektrický nábojový koeficient,  $k$  je elektromechanický vazební faktor [-],  $s^E$  je elastický koeficient při konstantním elektrickém poli  $[m^2 \cdot N^{-1}]$ ,  $\varepsilon^T$  je permitivita materiálu při konstantním mechanickém napětí  $[F \cdot m^{-1}]$ ,  $E$  je intenzita elektrického pole a  $T$  je mechanické napětí [1].

Tento koeficient je důležitý pro posouzení, zda je daný piezoelektrický materiál vhodný k použití jako aktuátor [1].

### 2.3.4 Piezoelektrický napěťový koeficient $q_{ij}$

Piezoelektrický napěťový koeficient  $q_{ij}$  popisuje dvě závislosti. Buď vyjadřuje elektrického pole generované materiálem na jednotku mechanického napětí zatěžující materiál, anebo mechanickou deformaci materiálu na jednotku aplikované vnější elektrické indukce [1]. V návaznosti na dualitu popisu, koeficient může být zapsán pomocí jednotek  $[m^2 \cdot C^{-1}]$  nebo  $[Vm \cdot N^{-1}]$  [7].

$$g = \frac{d}{\varepsilon^T} [m^2 \cdot C^{-1}], [V \cdot m \cdot N^{-1}] \quad (2.6)$$

,kdy  $g$  je piezoelektrický napěťový koeficient,  $d$  je piezoelektrický nábojový koeficient  $[C \cdot N^{-1}]$  nebo  $[m \cdot V^{-1}]$ ,  $\varepsilon^T$  je permitivita materiálu při konstantním mechanickém napětí  $[F \cdot m^{-1}]$  a  $T$  je mechanické napětí [1].

Tento koeficient je důležitý pro posouzení, zda je daný piezoelektrický materiál vhodný pro senzorické aplikace.

### 2.3.5 Permittivita $\varepsilon_{ij}$

Permittivita, též zvaná dielektrický koeficient,  $\varepsilon_{ij}$  popisuje závislost mezi elektrickou indukcí a jednotkou vnějšího elektrického pole. Koeficient je uváděn v  $[F \cdot m^{-1}]$ . Ke stejnému popisu materiálových vlastností může být použit relativní dielektrický koeficient  $K$ , který je definován jako poměr dielektrického koeficientu  $\varepsilon$  a absolutního dielektrického koeficientu  $\varepsilon_0$ . Jinými slovy se jedná o poměr náboje, který je schopen uložit element, a náboje, který je možný uložit totožnými elektrodami oddělenými

vakuem při stejném přiloženém napětí [1].

$$K = \frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} [-] \quad (2.7)$$

, kdy  $K$  je relativní dielektrický koeficient [-],  $\varepsilon$  je permitivita materiálu [ $\text{F}\cdot\text{m}^{-1}$ ] a  $\varepsilon_0$  je absolutní dielektrická konstanta, která je rovna  $8,85\cdot 10^{-12}$  [ $\text{F}\cdot\text{m}^{-1}$ ].

Speciálními případy je dielektrický koeficient  $\varepsilon^T$  a  $\varepsilon^S$ . Koeficient  $\varepsilon^T$  udává hodnotu dielektrického koeficientu materiálu při konstantním mechanickém napětí. Koeficient  $\varepsilon^S$  vyjadřuje hodnotu dielektrického koeficientu materiálu při konstantní mechanické deformaci [1].

### 3. MĚŘENÍ PIEZOELEKTRICKÝCH KOEFICIENTŮ

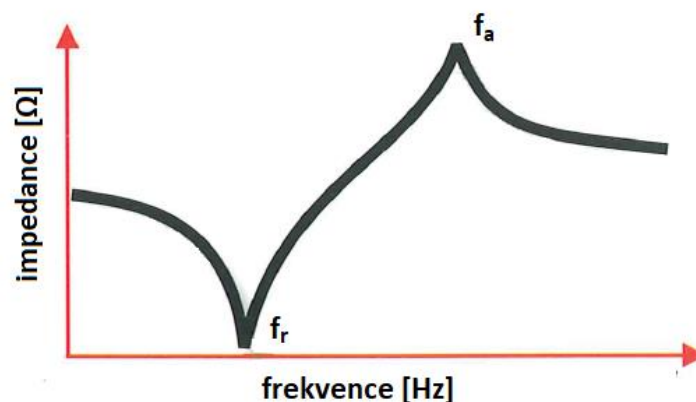
Pro určení piezoelektrických koeficientů není stanovena pouze jedna metoda měření, nýbrž existuje celá řada různých experimentálních metod. Při výběru metody musí být brány v potaz různé faktory jako velikost a tvar vzorku, dostupné laboratorní vybavení a další [5].

Piezoelektrické koeficienty mohou být určeny pomocí jedné z následujících metod [8]:

- Měření náboje vyvolaného mechanickým namáháním
- Měření výchylky vyvolané přiloženým napětím
- Frekvenční metoda

Při zhodnocování výsledků měření je dále důležité si uvědomit, zda metoda využívá přímý nebo nepřímý piezoelektrický jev. Výsledné hodnoty piezoelektrických koeficientů získaných na základě přímého nebo nepřímého jevu totiž jsou velmi podobné, nikoliv ale stejné. Navíc závislost mezi takto získanými koeficienty není známá a je různá u odlišných vzorků [8].

Piezoelektrické koeficienty je možné použitím frekvenční metody vypočítat z jiných parametrů, kompletní parametrizace piezoelektrických materiálů dle normy EN50324-2 vychází z naměřených charakteristických frekvencí, kapacity, hustoty a rozměrů, ze kterých jsou následně určeny veškeré parametry. Výpočet je založený na měření impedance vzorku v závislosti na frekvenci budící síly [9]. Toto měření je většinou prováděno pomocí impedančního analyzátoru z důvodu vysoké přesnosti měření, jelikož výsledné vypočtené hodnoty silně závisí na přesnosti určení rezonančních frekvencí a dále na přesnosti měření hodnot dalších parametrů potřebných k výpočtu [10].



Obrázek 3.1 Závislost impedance vzorku na frekvenci budící síly [1]

Impedance měřeného vzorku dosahuje minima při dosažení rezonanční frekvence  $f_r$ , která je přibližně rovna rezonanční frekvenci náhradního sériového obvodu. Impedance naopak dosahuje maxima při dosažení antirezonanční frekvence  $f_a$ , která má přibližnou hodnotu rezonanční frekvence náhradního paralelního obvodu [1].

Tímto způsobem určit pouze piezoelektrické koeficienty je ale jednak neefektivní, a navíc norma doporučuje provést měření piezoelektrického koeficientu  $d_{33}$  pomocí přímého měření [7]. Tato metoda je proto využívána zejména tehdy, pokud je potřeba sestavení kompletní matice materiálových koeficientů [10].

Pro výpočet kompletní matice koeficientů je ale potřeba vytvořit komplexní sadu vzorků stejného materiálu a šarže obsahující vzorky o tvaru disku, plátku a válce. Komplexní sada vzorků jednoho piezoelektrického materiálu je třeba, jelikož výpočty jednotlivých materiálových koeficientů vychází z různých módů kmitání. Pro určení nábojového koeficientu ve směru 33 je třeba tloušťkových podélných kmitů na vzorku o tvaru válce. Výpočty z naměřených hodnot probíhají systematicky dle jednotného postupu, který lze nalézt v normách EN50324-2 nebo IEEE Std 176-1987 [5] [7] [10].

### **3.1 Měření náboje vyvolaného mechanickým namáháním**

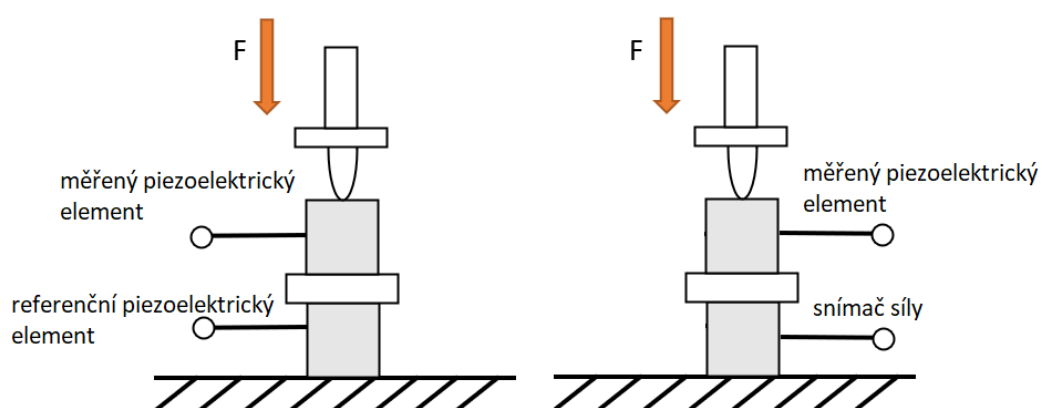
Měření náboje vyvolaného mechanickým namáháním neboli takzvaná Berlincourtova/kvazistatická/dynamická metoda je výrobcí nejvyužívanější metoda pro měření polarity a piezoelektrického nábojového koeficientu  $d_{33}$  [7]. Měření nábojového koeficientu tedy probíhá přes měření elektrické odezvy materiálu při působení jednorázového nebo dynamického zatížení vnější silou. Evropské a americké normy zabývajícími se měřicími metodami pro určení koeficientů piezoelektrických materiálů, konkrétně EN50324-2 a IEEE Std 176-1987, popisují tuto metodu obecně. V těchto normách není přesně určeno, jakým konkrétním způsobem probíhá měření. Určení nábojového koeficientu tedy může probíhat dvojím způsobem. Buď přes porovnání generovaného náboje se signálem síly, který namáhá měřený piezoelektrický element, nebo přes porovnání generovaného náboje s nábojem, který generuje piezoelektrický element se známými parametry při stejném zatěžovacím signálu síly [7] [2].

Z různých možností průběhu zatěžovací síly a způsobů výpočtu na základě použitého referenčního signálu se odvíjí problematika této metody, kdy je v různých normách, knihách a vědeckých pracích definovaná jinak. V následující tabulce 3.1 je přehled použitých zdrojů, které byly využity v práci pro nastudování této metody, a k nim odpovídající způsob definice metody měření.

Tabulka 3.1 Přehled definic metody měření náboje vyvolaného mechanickým namáháním podle zdrojů

zdroj	název metody	průběh zatěžovací síly	způsob výpočtu
kniha Piezoelectric Ceramics: Properties and Applications [2]	dynamická/Berlincourtova metoda	harmonický	srovnání s referenčním piezoelementem
	kvazistatická metoda	impulzní	srovnání s referenčním piezoelementem
norma IEEE Std 176-1987 Standard on Piezoelectricity [5]	kvazistatická metoda	neuveďeno	neuveďeno
Norma EN 50324-2 [7]	kvazistatická metoda	harmonický	neuveďeno
článek Comparative Measurements of Piezoelectric Coefficient of PZT Films [8]	Berlincourtova metoda	harmonický	neuveďeno

Na následujícím obrázku 3.2 jsou znázorněna obecná schémata měření pomocí této metody.



Obrázek 3.2 Obecné schéma měření náboje vyvolaného mechanickým namáháním [2]

Výpočet nábojového koeficientu  $d_{33}$  při měření s referenčním piezoelektrickým elementem [7]:

$$d_{33} = d_r \cdot \frac{Q_3}{Q_r} [C \cdot N^{-1}], [m \cdot V^{-1}] \quad (3.1)$$

, kdy  $d_r$  je piezoelektrický nábojový koeficient referenčního piezoelektrického elementu  $[C \cdot N^{-1}]$  nebo  $[m \cdot V^{-1}]$ ,  $Q_3$  je generovaný náboj měřeného elementu v souřadnicovém směru 3 [C] a  $Q_r$  je generovaný náboj referenčního elementu v souřadnicovém směru 3 [C].

Výpočet nábojového koeficientu  $d_{33}$  při měření s měřením síly [7]:

$$d_{33} = \frac{Q_3}{F_3} [C \cdot N^{-1}], [m \cdot V^{-1}] \quad (3.2)$$

, kdy  $Q_3$  je generovaný náboj měřeného elementu v souřadnicovém směru 3 [C] a  $F_3$  je velikost zatěžovací síly v souřadnicovém směru 3 [N].

V rámci rovnic a popisu metody je zmiňován nábojový koeficient  $d_{33}$ , ovšem metoda není omezena pouze na tento směr. Kvazistatickou metodou je možné měřit nábojové koeficienty i v jiných směrech, příkladem  $d_{13}$ ,  $d_{31}$ , a  $d_{15}$ . Jedinými modifikacemi měření v takovýchto případech je změna usazení vzorku a dále přidání měřících elektrod na jiné odpovídající strany zkoumaného materiálu. Důležitým omezením je geometrie vzorku, která může znemožňovat měření nábojových koeficientů v určitých směrech.

Velkou výhodou této metody jsou vysoká přesnost měření a nižší nároky na laboratorní vybavení v kontrastu s výpočtem piezoelektrických nábojových koeficientů z naměřených hodnot v rámci frekvenční metody. Přesto má tato metoda několik výrazných omezení, viz následující kapitola 3.1.1.

### 3.1.1 Podmínky měření ovlivňující nábojový koeficient

Z podstaty měření kvazistatickou metodou, na velikost určeného piezoelektrického nábojového koeficientu mají zásadní vliv teplota okolí při měření, velikost mechanického namáhání a frekvence silového zatěžování.

Ve vědeckých člancích využitých v této práci [11] [12] zabývající se problematikou vlivu teploty na nábojový koeficient byl zjištěn primárně rostoucí průběh piezoelektrického nábojového koeficientu  $d_{33}$  v závislosti na teplotě. Příkladem ve vědecké práci *Temperature- and dc bias field- dependent piezoelectric effect of soft and hard lead zirconate titanate ceramics* [12] došlo k nárůstu koeficientu  $d_{33}$  o 36 % u piezoelektrické keramiky PZT5 (z  $420 \text{ pC} \cdot \text{N}^{-1}$  na  $577 \text{ pC} \cdot \text{N}^{-1}$ ) a o 55% u piezoelektrické keramiky PZT8 (z  $220 \text{ pC} \cdot \text{N}^{-1}$  na  $340 \text{ pC} \cdot \text{N}^{-1}$ ). Tyto hodnoty byly naměřeny v rozsahu od  $25 \text{ }^\circ\text{C}$  do Curieho teploty daného materiálu, konkrétně  $260 \text{ }^\circ\text{C}$  pro PZT 5 a  $280 \text{ }^\circ\text{C}$  pro PZT8 [12].

Ze zmíněných změn hodnot nábojového koeficientu vlivem teploty je zřejmé, že při stanovení nábojového koeficientu stačí určení pouze přibližné teploty okolí při měření,

nikoliv určení její přesné hodnoty. Pokud také probíhají vícenásobná měření v přibližně stejných teplotách, kdy jsou rozdíly teplot například v jednotkách stupňů celsia, je možné vliv teploty zanedbat, jelikož změny piezoelektrických koeficientů se pohybují řádově níž, než jsou samotné přesnosti dedikovaných přístrojů, viz tabulka 3.2.

Z pohledu velikosti mechanického namáhání metoda závisí na platnosti lineárních vztahů mezi mechanickými a elektrickými vlastnostmi materiálu, které platí pro dostatečně malé hodnoty mechanického napětí ( $T < 0,1 \text{ MPa}$ ) [7]. Kvůli těmto omezením metoda nepodává dostatečné informace pro určení chování piezoelektrického elementu při zatěžování vyššími silami [2]. Návod pro vhodné měření piezoelektrického nábojového koeficientu pomocí kvazistatické metody *Measurement Good Practice Guide No. 44* [13] doporučuje mechanickou zátěž o amplitudě  $0,1 N_{\text{RMS}}$  při zatěžování harmonickým signálem síly.

V ohledu velikosti mechanického namáhání metoda naráží na značné komplikace v případě použití na charakterizaci tenkovrstvých piezoelektrických materiálů. U tenkých vrstev je totiž značně sníženo výstupní napětí / náboj při zatížení signálem síly, čímž klesá poměr signálu a šumu. Zvýšení tohoto poměru je možné zvýšením zatěžovací síly, která ale může být destruktivní pro piezoelektrický materiál, jelikož u velmi tenkých vrstev materiálu může dojít k mechanickému průrazu. Při harmonickém silovém buzení je dále potřeba se zvyšující se amplitudou signálu síly zvýšit předpětí síly, které může poškodit tenkovrstvý piezoelektrický materiál před začátkem samotného měření [14].

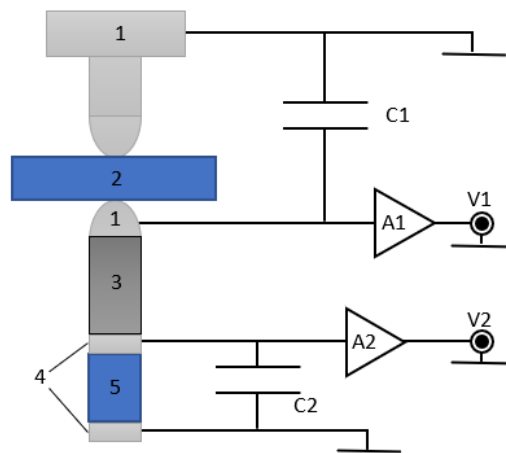
Z pohledu vlivu frekvence na velikost nábojového koeficientu je třeba zajistit, aby v případě zatěžování harmonickými signály byla jejich frekvence mnohem nižší než rezonanční frekvence měřeného piezoelektrického elementu a zároveň vyšší než mezní frekvence náhradního RC obvodu. Normou EN50324-2 je doporučeno použití frekvencí v rozsahu 20 až 1000 Hz [7] [14]. Právě zatížení harmonickými signály je doporučeno normou IEEE Std 176-1987, tento způsob zatížení eliminuje vliv pyroelektrického jevu na měření [5].

Z důvodu jednoduchosti této metody mnohdy dochází k tomu, že systém měření není stíněn, a do měřených nábojových reakcí materiálů vstupuje elektrický šum okolí, tedy zejména signál 50 Hz a jeho násobky. Z těchto důvodů je doporučováno nepoužívat zatěžovací signál síly o frekvenci, která je násobkem 50 Hz, ale o frekvenci v blízkém okolí [13]. V rámci této práce je příkladem zvolena frekvence 110 Hz.

### 3.1.2 $D_{33}$ metr

Jak již bylo zmíněno, metoda výpočtu piezoelektrických koeficientů přes měření náboje vyvolaného mechanickým namáháním je výrobcí často využívaná metoda pro měření polarity a piezoelektrického nábojového koeficientu  $d_{33}$ . Přístroje, které jsou přímo určeny k tomuto měření, se nazývají  $d_{33}$  metry a nabízejí rychlé měření piezoelektrického nábojového koeficientu.  $D_{33}$  metry pro měření využívají kvazistatickou metodu popsanou výše. Měřený materiál je konkrétně v rámci přístroje zatížen harmonickým signálem síly

a reakce materiálu je srovnána s referenčním piezoelektrickým materiálem, viz následující obrázek 3.3 zobrazující vnitřní elektrické schéma  $d_{33}$  metru.



Obrázek 3.3 Schéma  $d_{33}$  metru [15]

- 1 – sondy  $d_{33}$  metru
- 2 – měřený piezoelektrický element
- 3 – izolační tyč
- 4 – elektrody referenčního piezoelektrického elementu
- 5 – referenční piezoelektrický element
- A1, A2 – předzesilovače
- C1, C2 – kondenzátory
- V1, V2 – výstupní napětí

I když jsou tyto přístroje efektivní, jejich přesnost má určitá omezení. Velkým zdrojem chyb může být uchycení měřeného elementu v kleštích přístroje. Uchycení měřeného elementu na jeho okrajích může způsobit velké rozdíly v naměřených hodnotách, jelikož okrajové podmínky většinou nejsou definovány. Dále u válcovitých piezoelektrických elementů může docházet ke klouzání uchycovacích elektrod po elementu. Dalším problémem u válcovitých elementů je špatná homogenita rozložení mechanického napětí [16].

V následujících tabulkách jsou shrnuty parametry a vlastnosti  $d_{33}$  metrů od několika výrobců, konkrétně od výrobců APC International, Omega piezo, Piezotest, Sinoceramics a MC Materials. V tabulce 3.2 jsou uvedeny rozsahy a přesnosti měření a v tabulce 3.3 jsou uvedeny budicí signály a další možné měřené koeficienty.

Tabulka 3.2 Měřicí rozsahy, rozlišení a přesnosti  $d_{33}$  metrů

výrobce	model	měřicí rozsah $d_{33}$ [ $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ ]	rozlišení [ $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ ]	přesnost	
APC International	YE2730A	1 - 200	0,1	$\pm 5\%$ (1 - 20 $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ ), $\pm 2\%$ (10 - 200 $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ )	
		10 - 2 000	1	$\pm 5\%$ (10 - 200 $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ ), $\pm 2\%$ (100 - 2000 $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ )	
Omega piezo	-	1 - 200	0,1	$\pm 5\%$ (1 - 20 $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ ), $\pm 2\%$ (10 - 200 $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ )	
		1 - 2 000	1	$\pm 5\%$ (10 - 200 $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ ), $\pm 2\%$ (100 - 2000 $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ )	
Piezotest	PM100	1 - 100	0,1	$\pm 2\% \pm 0,1 \text{ pC}\cdot\text{N}^{-1}$	
		10 - 1 000	1	$\pm 2\% \pm 1 \text{ pC}\cdot\text{N}^{-1}$	
	PM200	0 - 10	0,01	$\pm 2\% \pm 0,01 \text{ pC}\cdot\text{N}^{-1}$	
		1 - 100	0,1	$\pm 2\% \pm 0,1 \text{ pC}\cdot\text{N}^{-1}$	
		10 - 1 000	1	$\pm 2\% \pm 1 \text{ pC}\cdot\text{N}^{-1}$	
		100 - 10 000	10	$\pm 2\% \pm 1 \text{ pC}\cdot\text{N}^{-1}$	
	PM300	0 - 10	0,01	$\pm 2\% \pm 0,01 \text{ pC}\cdot\text{N}^{-1}$	
		1 - 100	0,1	$\pm 2\% \pm 0,1 \text{ pC}\cdot\text{N}^{-1}$	
		10 - 1 000	1	$\pm 2\% \pm 1 \text{ pC}\cdot\text{N}^{-1}$	
		100 - 10 000	10	$\pm 2\% \pm 1 \text{ pC}\cdot\text{N}^{-1}$	
	Sinoceramics	YE2730	1 - 200	0,1	$\pm 5\%$ (1 - 20 $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ ), $\pm 2\%$ (10 - 200 $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ )
			10 - 2 000	1	$\pm 5\%$ (10 - 200 $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ ), $\pm 2\%$ (100 - 2000 $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ )
MC Materials	ZJ-4B	2 - 400	0,1	$\pm 5\% \pm 1\text{d}$ (2 - 40 $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ ), $\pm 2\% \pm 1\text{d}$ (40 - 400 $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ )	
		40 - 4000	1	$\pm 5\% \pm 1\text{d}$ (40 - 400 $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ ), $\pm 2\% \pm 1\text{d}$ (400 - 4000 $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ )	
	ZJ-6B	2 - 200	0,1	$\pm 5\% \pm 3\text{d}$ (2 - 200 $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ ), $\pm 2\% \pm 3\text{d}$ (20 - 200 $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ )	
		20 - 4000	1	$\pm 5\% \pm 3\text{d}$ (20 - 200 $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ ), $\pm 2\% \pm 3\text{d}$ (200 - 4000 $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ )	

Tabulka 3.3 Budící signály síly, dodatečné měřené koeficienty a hodnoty  $d_{33}$  metrů

výrobce	model	budící síla [N]	frekvence [Hz]	$d_{31}$ (adaptér)	$d_{15}$ (adaptér)	kapacita	$\tan \delta$
APC International	YE2730A	0,25	110	ne	ne	ne	ne
Omega piezo	-	0,25	110	ne	ne	ne	ne
Piezotest	PM100	0,25	30-300	ne	ano	ne	ne
	PM200	0,05-0,5	30-300	ano	ano	ne	ne
	PM300	0,05-0,5	30-300	ano	ano	ano	ano
SinoCeramics	YE2730	0,25	110	ne	ne	ne	ne
HC Materials	ZJ-4B	neuvedeno	neuvedeno	ano	ne	ne	ne
	ZJ-6B	neuvedeno	neuvedeno	ano	ne	ne	ne

Při zhodnocení všech parametrů a vlastností nalezených  $d_{33}$  metrů je možné dojít k závěru, že velká část výrobců nabízí pouze základní  $d_{33}$  metry, které měří pouze nábojový koeficient  $d_{33}$  v rámci stejných rozsahů, stejných přesností a stejných rozlišení. Tito zmiňovaní výrobci, tedy APC International, Omega piezo a SinoCeramics, ani dále nenabízejí dodatečné adaptéry pro měření nábojových koeficientů v jiných směrech. Výrobce APC International pouze nabízí postup modifikace měření tak, aby měřená hodnota  $d_{33}$  odpovídala nábojovému koeficientu ve směru 31. Při bližším zkoumání těchto tří výrobců bylo dosaženo názoru, že ačkoliv se jedná o samostatné firmy, pravděpodobně spolupracovaly při návrhu jednoho  $d_{33}$  metru, který dále prodávají samostatně. Tento názor vychází z toho, že  $d_{33}$  metry od těchto výrobců mají nejen stejné vlastnosti, ale dále sdílí totožný front a back panel. Firmy SinoCeramics a Omega piezo se navíc obě nachází u Pensylvánské státní univerzity a firma APC International se od nich nachází v přibližné vzdálenosti 45 km.

V rámci výrobců  $d_{33}$  metrů tedy vystupují Piezotest a HC Materials.  $D_{33}$  metry od HC Materials ovšem vystupují spíše svou odlišností od přístrojů předcházejících výrobců než lepšími parametry a vlastnostmi. Modely ZJ-4B a ZJ-6B činí zajímavé pouze fakt, že výrobce nabízí adapter pro měření piezoelektrického nábojového koeficientu  $d_{31}$ .

Nejzajímavějším se jeví Piezotest s modely PM100, PM200 a PM300, kdy i jeho nejzákladnější model PM100 nabízí oproti předcházejícím výrobcům volitelnou frekvenci budícího signálu síly a adaptér na měření nábojového koeficientu  $d_{15}$ . Ze všech zmíněných  $d_{33}$  metrů je nejzajímavějším model PM300, jelikož nabízí největší měřící rozsah, volitelnou amplitudu a frekvenci budícího signálu síly, adaptéry pro měření nábojového koeficientu ve směru 31 a 15 a navíc měření kapacity a tangenty ztrátového činitele.

### 3.2 Měření výchylky vyvolané přiloženým napětím

U metody měření nábojového koeficientu přes výchylku vyvolanou přiloženým napětím se v podstatě jedná o otočení logiky předcházející metody, kdy je určení koeficientu provedeno přes měření náboje vyvolaného mechanickým namáháním. Nábojový koeficient je tedy určen přes měření mechanické odezvy materiálu na přiložené napětí [14]. Nábojový koeficient je určen pomocí vzorce:

$$d_{33} = \frac{\Delta L}{U} [C \cdot N^{-1}], [m \cdot V^{-1}] \quad (3.3)$$

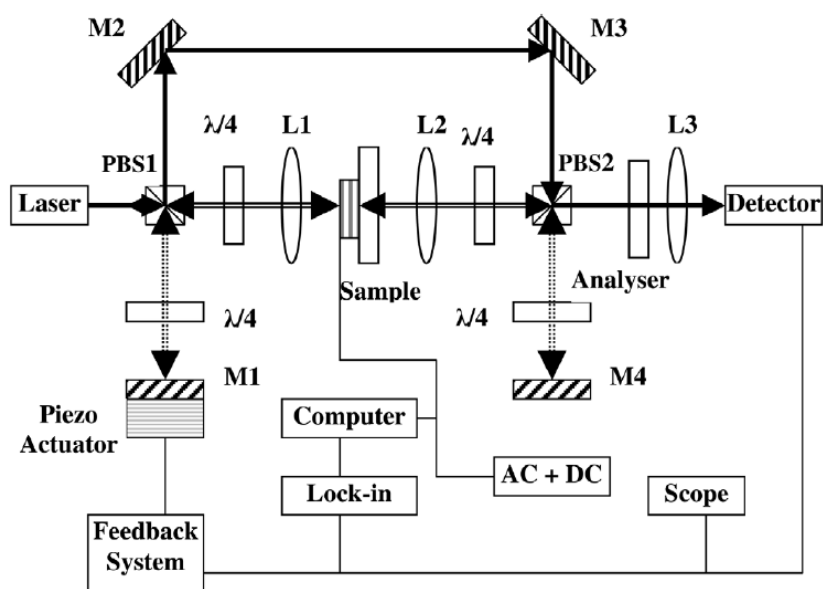
, kdy  $\Delta L$  je změna tloušťky materiálu [m] a  $U$  je přiložené napětí [V].

Přiložené napětí může být střídavé, nebo stejnosměrné, ovšem normou IEEE Std 176–1987 je doporučeno použití střídavého napětí, jelikož to eliminuje vliv pyroelektrického jevu [5]. U střídavého průběhu napětí je důležitá frekvence, která nemůže být libovolná, norma EN50324-2 uvádí rozsah mezi 20 Hz a 1000 Hz ze stejných důvodů, jak bylo vysvětleno v kapitole 3.1.1 [7].

Využitím nepřímého piezoelektrického jevu je obecně možné dosáhnout přesnějších výsledků než použitím jevu přímého, na kterém je založena metoda měření popsaná v předešlé kapitole 3.1. Hlavní nevýhoda této metody ovšem vychází právě z chování piezoelektrických materiálů při nepřímém jevu, kdy i rozumně velké budící elektrické pole vyvolá pouze malé mechanické deformace neboli změny rozměrů materiálu. Metoda tedy vyvíjí značné nároky na přesnost a citlivost laboratorní techniky, která se značně promítá do jejich ceny [2] [5].

Stejně jako tomu bylo u metody popsané v přecházející kapitole 3.1, normy popisující měření materiálových koeficientů piezoelektrických materiálů popisují pouze obecně způsob měření, nijak nespécifikují typ ani požadavky na laboratorní techniku. Článek *Comparative Measurements of Piezoelectric Coefficient of PZT Films by Berlincourt, Interferometer, and Vibrometer Methods* [8] zmiňuje několik typů přístrojů pro měření výchylky, konkrétně laserové interferometry a skenovací laserové vibrometry (laserové Dopplerovy vibrometry).

Měření pomocí laserových interferometrů obecně umožňuje dosáhnout velmi přesných měření nábojového koeficientu v případě odstranění dalších zdrojů nejistot měření [8]. Jednou z těchto nejistot je vliv substrátu na výsledky měření, kdy u tenkovrstvých piezoelektrických materiálů může ohyb substrátu dosáhnout vyšších hodnot než samotná změna rozměrů tenkovrstvého filmu. Tento problém nastává zejména při použití jednopaprskové interferometrie. Vliv substrátu na výsledky měření je možné odstranit použitím dvoupraskové interferometrie [8] [14]. V případě dvoupraskové interferometrie je tedy paprsek měřící změny rozměrů materiálu doplněn o další paprsek, který je použit jako referenční a směřuje na substrát [8].



Obrázek 3.4 Schéma měření dvoupraskovým interferometrem [8]

Dále do měření vstupují změny podmínek měření, jako je tepelný drift materiálu a změny indexu lomu vzduchu po optické cestě laserového paprsku. Tyto vlivy lze minimalizovat měřením ve stabilním prostředí [8]. Dalším problémem u laserové interferometrie je vliv povrchu piezoelektrického materiálu, který by měl být naleštěný, nebo se zrcadlovou vrstvou. V případě piezoelektrických materiálů, které nemohou být naleštěny, je tento problém vyřešen nanesením tenké vrstvy s vysokou odrazivostí na materiál [14].

Metoda s měřením výchylky vyvolané přiloženým napětím podléhá stejným omezením jako metoda s měřením náboje vyvolaného mechanickým namáháním, konkrétně závislostí na lineárních vztazích mezi mechanickými a elektrickými vlastnostmi materiálu, které v tomto případě platí pro dostatečně malé hodnoty elektrického pole ( $E < 10 \text{ V} \cdot \text{mm}^{-1}$ ) [4]. Stejně jako u předcházející metody tedy kvůli těmto omezením metoda nepodává dostatečné informace pro určení chování piezoelektrického elementu při zatěžování vyššími elektrickými poli [6].

## 4. SYSTÉM MĚŘENÍ S DYNAMICKÝM SIGNÁLEM SÍLY

V této kapitole je popsán navržený systém měření piezoelektrického nábojového koeficientu pomocí kvazistatické metody, která je popsána v kapitole 3.1, kdy konkrétně piezoelektrický materiál je zatížen dynamickým signálem. Pro větší přehlednost je popis systému rozdělen do dvou částí, první popisující část systému zajišťující generování mechanického zatížení a druhou popisující část systému zajišťující měření. Tomuto rozdělení odpovídá i fakt, že systém se skládá ze dvou oddělených programů v prostředí LabVIEW, které spojují společné proměnné. Společné proměnné jsou použity pro podávání zprávy mezi systémy o ustálení amplitudy regulovaného dynamického signálu síly a dále pro předávání parametrů systému měření, například převodních konstant nábojových zesilovačů, aby nebylo třeba duplicitní zadávání stejné hodnoty v obou systémech zvlášť.

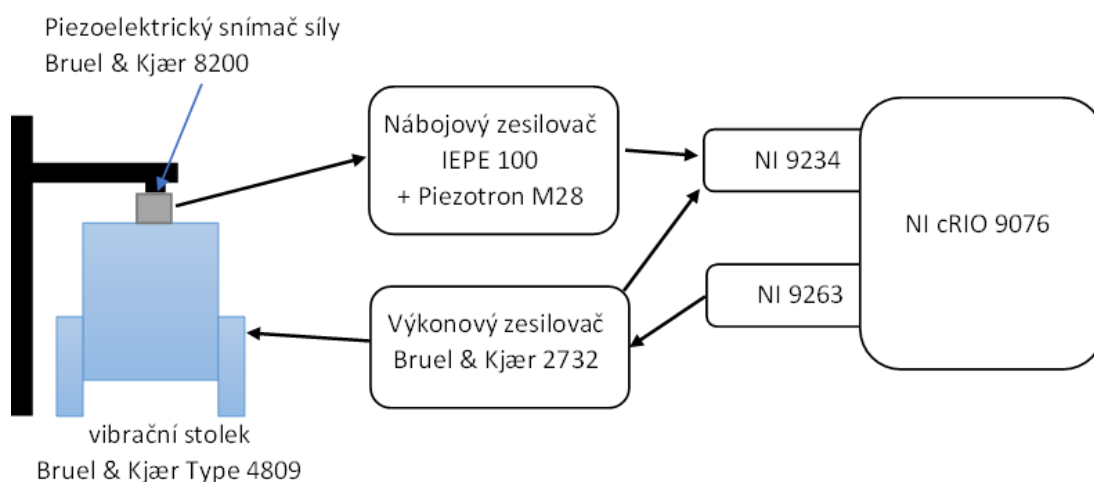
V rámci popisu systému je rozebrána realizace tohoto systému měření a není nijak popsáno jeho konkrétní uživatelské ovládání. Popis ovládání systému je možné nalézt v elektronických přílohách v uživatelském manuálu, kde jsou rozebrány i nejčastější chybové stavy či problémy systému měření a postupy, jak tyto problémy odstranit. Z důvodu náročnosti požadavků systému na nainstalovaný software daný použitím integrovaného kontroléru NI cRIO je v přílohách k nalezení návod instalace s postupem pro přenesení ovládacích programů na nové zařízení.

### 4.1 Část systému generující signál síly

Dynamický signál síly v rámci systému měření vzniká působením vibrující armatury vibračního stolku na konstrukci zajišťující předepnutí síly. Mezi vibrující armaturou a konstrukcí je připojen jednak měřený piezoelektrický element a dále snímač síly, který zajišťuje zpětnou vazbu pro program regulující vibrace a dále je určen pro zaznamenávání průběhu síly při měření pro výpočet nábojového koeficientu, viz kapitola 4.2.1.

Program vytvořený ve vývojovém prostředí LabVIEW zajišťující regulaci probíhá v integrovaném kontroléru NI cRIO-9076, aby byla zajištěna neustálá regulace a její nezávislost na systémových zdrojích počítače, ze kterého je spouštěno měření.

Na následujícím obrázku 4.1 je vyobrazeno schéma řízení vibračního stolku.



Obrázek 4.1 Schéma regulační části systému

Akčním členem regulační části je měřicí karta NI 9263 s analogovým napěťovým výstupním kanálem, který vstupuje do výkonového zesilovače, konkrétně Bruel & Kjær 2732. Výstup výkonového zesilovače budí vibrační stůl a zároveň podává přes měřicí kartu NI 9234 informaci o proudovém výstupu z důvodu ochrany před přebuzením, viz kapitola 4.1.1. Generovaný signál síly je měřen piezoelektrickým snímačem Bruel & Kjær 8200 s převodní konstantou  $4 \text{ pC}\cdot\text{N}^{-1}$ , jehož výstup je veden do nábojového zesilovače IEPE 100 s převodem  $10 \text{ mV/pC}$  a dále vstupuje do měřicí karty NI 9234.

Softwarové řešení vychází z předcházejících vědeckých prací, kdy program řešil regulaci vibrací o požadované amplitudě pro řadu frekvencí v rámci jednoho měření. Původní program byl použit příkladem v rámci článku *A New Method to Perform Direct Efficiency Measurement and Power Flow Analysis in Vibration Energy Harvesters* [17]. Hlavní změny provedené ve zmíněném programu lze shrnout do dvou bodů:

1. Změna podstaty generace sinusového signálu napětí
2. Přidání dodatečných ochran

V původním programu byl signál napětí vytvářen ve vedlejší smyčce hlavního programu, přičemž hodnoty signálu byly posílány do FPGA pole pomocí fronty. Toto řešení bylo patrně nutné kvůli měnícím se frekvencím, ovšem pro generaci signálu o konstantní frekvenci je toto řešení neefektivní, jelikož využívá právě systémově náročných prvků jako jsou fronty. Generace signálu napětí byla proto převedena přímo do hradlového pole, kde je před během hlavní smyčky v poli vytvořena jedna perioda sinusového průběhu o přibližné frekvenci 110 Hz. Hlavní program poté může měnit pouze amplitudu této periody. Z důvodu pouze určitých vzorkovacích frekvencí měřicí karty NI 9263 nemá generovaný signál přesně frekvenci 110 Hz, nýbrž nejbližší možnou, konkrétně 109,87 Hz. Frekvence v okolí 110 Hz byla zvolena z důvodů popsanych v kapitole 3.1.1.

V následujícím vzorci je pro lepší pochopení důvodu použití frekvence 109,87 Hz uveden výpočet počtu vzorků na 1 periodu signálu.

$$n = \frac{f_{vz}}{f_{110 \text{ Hz}}} = \frac{25600 [\text{Hz}]}{110 [\text{Hz}]} = 232,7\overline{2}[-] \quad (4.1)$$

, kdy  $f_{vz}$  je zvolená vzorkovací frekvence karty NI 9263 a  $f_{110 \text{ Hz}}$  je požadovaná frekvence signálu 110 Hz. Z výsledku je jasné, že není možné vytvořit jednu periodu signálu tak, aby výstupem z karty NI 9263 byl signál o frekvenci 110 Hz. Nejbližší možný signál tomuto signálu je takový, který má 233 vzorků na jednu periodu signálu a tedy přibližnou frekvenci 109,87 Hz.

Jelikož integrovanému kontroléru NI cRIO 9076 byla ze strany výrobce ukončena podpora z důvodu změny kompilačního nástroje z Xilinx na Vivaldo, kompilace kódu do FPGA pole není možné provést na počítačích s operačním systémem novějším než Windows 7. Kompilace byla nutná provádět přes virtuální stroj s odpovídajícím operačním systémem a starým kompilačním nástrojem Xilinx.

Další změny, tedy dodatečné ochrany jsou rozvedeny v následující kapitole.

#### 4.1.1 Programové ochrany

Původní program byl rozšířen o několik programových ochran, které mají zejména chránit hardware před poškozením. Jedná se zejména o ochranu před přebuzením vibračního stolku a dále ochranu při poškození snímače síly nebo obecně ochranu před poškozením při nesprávné generaci signálu síly.

První zmíněná kontrola, tedy ochrana před přebuzením vibračního stolku, je prováděna sledováním proudového výstupu výkonového zesilovače. V případě, že proudový výstup vibračního stolku přesáhne nastavený maximální povolený proudový výstup, generování signálu je ukončeno a vibrační stolek je bezpečně zastaven. Bezpečné zastavení je provedeno přes postupné snižování amplitudy budícího signálu, tedy signálu z karty NI 9263, jelikož v případě náhlého úplného vypnutí napájení vibračního stolku by mohlo dojít k jeho poškození.

Druhá zmíněná ochrana je zajištěna sledováním dominantní spektrální složky signálu síly. Tato dominantní složka by se měla pohybovat okolo 110 Hz a v případě že zjištěná dominantní složka je mimo uživatelem nastavenou toleranci, dojde opět k bezpečnému ukončení vibrací. Tento případ může nastat například pokud je snímač síly poškozený, nedochází vůbec k měření síly nebo vibrující armatura stolku není předeprnutá. Tato ochrana je ale zapnuta pouze po překročení definované amplitudy generovaného signálu napětí z měřicí karty, jelikož signál napětí má při spuštění nulovou amplitudu, tedy na začátku měření má zjištěná dominantní frekvence náhodnou hodnotu.

Další ochranou v rámci programu je kontrola, zda hlavní program stíhá běh programu v hradlovém poli. Timeout v rámci hradlového pole indikuje zaplnění bufferu s naměřenými hodnotami signálu síly, tedy že hlavní program nestíhá zpracovávat

naměřená data. Dochází tedy ke zkrácení naměřeného signálu síly od jeho skutečného průběhu.

V rámci programu je dále řešena kontrola, zda je generován neořezaný sinusový signál, tedy požadovaná amplituda signálu napětí je menší nebo rovna maximálnímu napěťovému výstupu karty NI 9263 10 V. Při překročení této hodnoty je požadovaný zásah větší, než je karta schopna vytvořit a vibrace jsou opět bezpečně zastaveny.

#### **4.1.2 Regulátor signálu síly**

Jak již bylo zmíněno, v systému je obsažen regulátor nastavující amplitudu generovaného sinusového průběhu napětí. Požadavkem na použitý regulátor je, aby nebyl signál síly agresivní a s překmitem, čímž by mohlo dojít k poškození vibračního stolku. V případě měření ve větším rozsahu frekvencí by byl výběr vhodného regulátoru značně problematický z důvodu frekvenční závislosti chování vibračního stolku. U této práce je ovšem možné tento fakt zanedbat, jelikož měření je prováděno na pouze jedné konstantní frekvenci.

Dalším aspektem je potřeba identifikace systému složeného z výkonového zesilovače a vibračního stolku, jelikož vibrační stolek není napájen přímo a vstup do výkonového zesilovače není totožný s jeho výstupem. V případě identifikace pouze vibračního stolku by došlo k nesprávnému určení parametrů systému. V rámci identifikace systému byl tedy na vstup výkonového zesilovače připojen funkční generátor HEWLETT PACKARD 33120A a byl měřen průběh síly v závislosti na budícím sinusovém signálu o frekvenci 110 Hz s měnící se amplitudou.

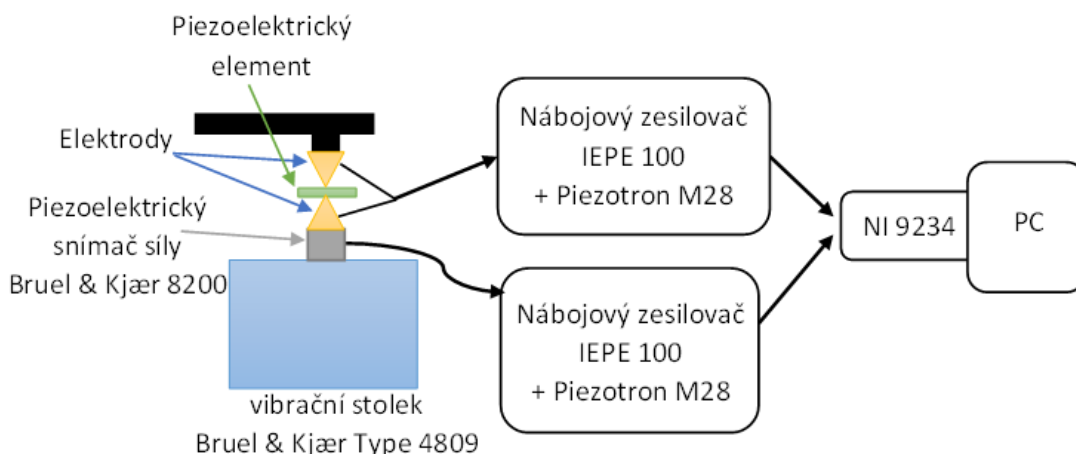
Z naměřeného průběhu byl systém identifikován v prostředí Matlab pomocí toolboxu *System Identification*, pro který byl dále navrhnout PI regulátor pomocí toolboxu *PID Tuner*.

Problémem u navrženého regulátoru je fakt, že výkonový zesilovač obsahuje nastavitelné zesílení, které je při každém zapnutí zařízení potřeba nastavit na nulovou hodnotu, aby byl vypnut stav *Interlock*, což vede ke změně nastaveného zesílení po každém zapnutí. Kvůli tomu tedy není dosaženo jednotného a stálého chování systému výkonový zesilovač – vibrační stolek v rámci měření, které ovšem není požadováno, jelikož jediným požadavkem je právě zajištění co nejmenšího překmitu a pomalého náběhu. Z tohoto důvodu jsou navržené konstanty regulátoru pouze orientační pro další nastavení.

## **4.2 Měření výstupního náboje na piezoelementu**

Jakmile dojde v průběhu měření k ustálení efektivní hodnoty signálu síly na uživatelem zadané hodnotě, integrovaný kontrolér NI cRIO 9076 popsáný v předcházející kapitole 4.1 předává informaci o ustálení měřicí části systému, která je popsána v této kapitole.

Na následujícím obrázku 4.2 je vyobrazeno schéma zapojení této části systému.



Obrázek 4.2 Schéma měřicí části systému

Měřicí část systému zajišťuje sběr signálu ze snímače síly a signálu z měřeného piezoelektrického elementu. Jelikož u obou signálů je měřen nábojový výstup, před měřením kartou NI 9234 prochází nábojovými zesilovači IEPE 100. Tyto dva signály jsou dále změřeny a zapsány do TDMS souboru pomocí programu vytvořeného v prostředí LabVIEW, který k měření využívá měřicí kartu NI 9234. V rámci jednoho měření je do TDMS souboru zapsáno deset desetisekundových průběhů signálů. Více provedených měření má za cíl alespoň částečné odstranění náhodných chyb měření. Čas deseti sekund byl dále zvolen pro dostatečné frekvenční rozlišení při spektrální analýze. Jelikož očekávané průběhy měřených signálů mají frekvenci 109,87 Hz, je potřeba delších časových úseků pro přesnější určení jejich amplitud. Zvolený čas 10 sekund nabízí frekvenční rozlišení 0,1 Hz, které je kompromisem mezi časem měření a rozlišením pro co nejpřesnější určení amplitud.

Průběh signálu síly je měřen, jelikož jeho amplituda dle vzorce (3.2) vstupuje do výpočtu piezoelektrického nábojového koeficientu. Amplituda signálu síly je sice uživatelem nastavena, v průběhu regulace se ale signál neustaluje na její přesné hodnotě a měření je povoleno ve chvíli, kdy se amplituda signálu síly pohybuje v určitém uživatelem nastaveném tolerančním pásmu. Z toho důvodu je pro přesné výpočty nutné určit skutečnou amplitudu síly.

#### 4.2.1 Výpočet nábojového koeficientu

Výpočet nábojového koeficientu je prováděn v samostatném programu v prostředí LabVIEW. Z naměřených průběhů signálu síly a náboje z testovaného piezoelektrického elementu, které jsou uloženy v příslušném TDMS souboru, jsou určena amplitudová spektra pro získání amplitudy frekvenční složky 109,9 Hz. Díky použití rychlé Fourierovy transformace, a tedy spektrálního měření, není výpočet zatížen chybou kvůli přítomnosti harmonické složky 50 Hz a jejích násobků, které do měření vnikají z elektrické sítě. Díky tomu není před výpočtem nutné žádné předzpracování naměřených

průběhů, čímž je zamezeno možnému zkreslení naměřených dat například v případě použití filtru na odstranění síťového rušení.

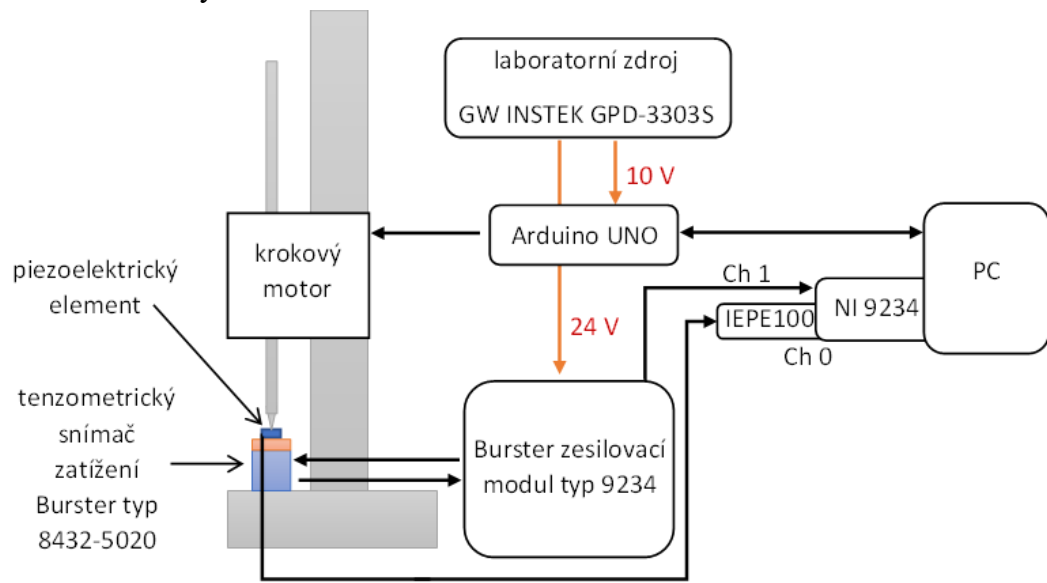
Pro co nejpřesnější určení amplitudy požadované složky bylo při výpočtu rychlé Fourierovy transformace využito vlastností oken, konkrétně okna Flat top, které je optimální pro co nejpřesnější výpočet amplitud harmonických složek signálů. Díky využití oken je také zabráněno spektrálnímu úniku, tedy vzniku neexistujících frekvenčních složek signálu ve spektru.

Nábojový koeficient je vypočten pomocí vzorce (3.2), kdy do výpočtu vstupují amplitudy zmíněné harmonické složky 109,9 Hz ze signálu z piezoelektrického elementu a ze snímače síly. Jelikož je při každém měření zapsáno 10 průběhů, z naměřených průběhů je vypočteno deset hodnot nábojového koeficientu a dále jeho průměr, který udává přesnější hodnotu díky částečné eliminaci náhodných chyb.

## 5. SYSTÉM MĚŘENÍ SE SKOKOVOU ZMĚNOU SÍLY

V této kapitole je rozebrán navržený systém měření piezoelektrického nábojového koeficientu pomocí kvazistatické metody, která je popsána v kapitole 3.1, kdy konkrétně na piezoelektrický materiál působí skoková změna zatěžovací síly.

Na následujícím obrázku 5.1 je zobrazeno schéma zapojení systému měření se skokovou změnou síly.



Obrázek 5.1 Schéma systému měření se skokovou změnou síly

Popis konstrukce a principu generace změny silového zatížení je k nalezení v následující kapitole 5.1.

Pro tenzometrický snímač zatížení použitý pro snímání průběhu signálu síly byl určen následující převod pro určení síly z výstupního napětí zesilovacího modulu typ 9234.

$$F = \frac{U_{\text{výstup}} - 53,465 \text{ mV}}{503,13 \text{ mV}} [N] \quad (5.1)$$

Převod byl získán pomocí měření napěťového výstupu tenzometrického snímače multimetrem AGILENT 34410A při pokládání různých závaží o známé velikosti na snímač.

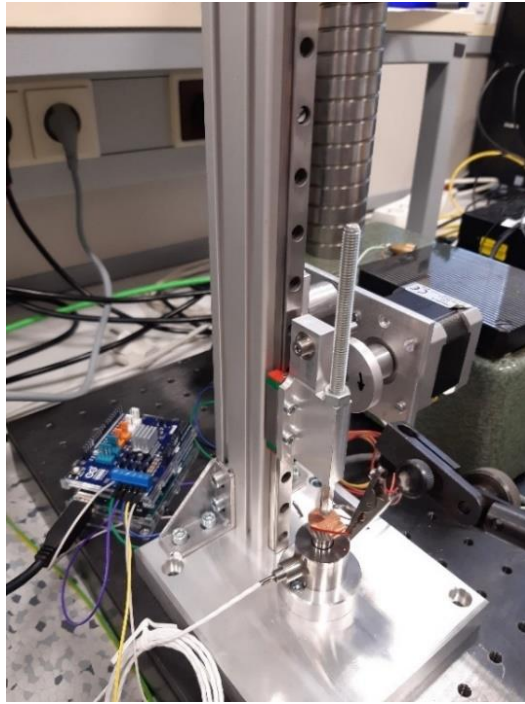
Stejně jako tomu bylo u systému měření s dynamickým zatěžováním, konkrétní popis ovládání systému je možné nalézt v elektronických přílohách v uživatelském manuálu.

### 5.1 Konstrukce pro systém měření se skokovou změnou síly

Skokovou změnu zatěžovací síly je možné obecně generovat dvěma způsoby. Buď dochází ke skokovému zatížení měřeného vzorku známým závažím, nebo dochází ke skokovému odlehčení, tedy nadzvednutí známého závaží. Pro co nejpřesnější měření byla vybrána možnost druhá z následujících důvodů. Hodnota piezoelektrického nábojového

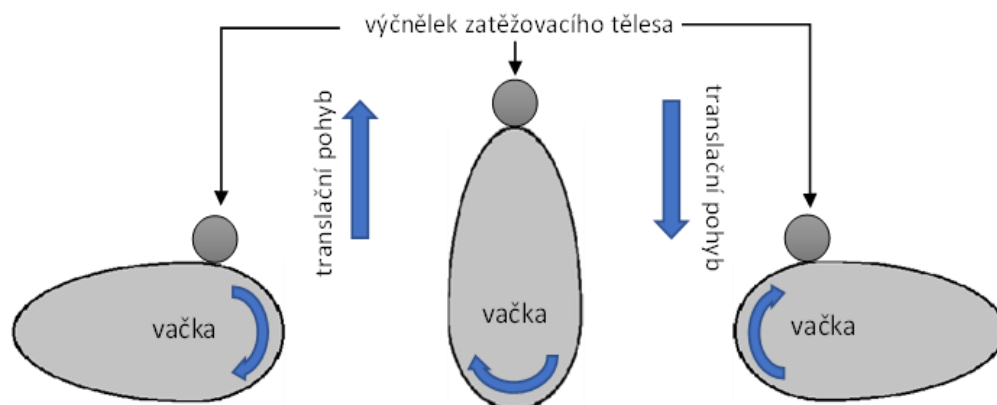
koeficientu jednak zůstává neměnná při odlehčení a zatížení vzorku, piezoelektrický materiál pouze generuje náboj opačné polarity. U jednorázového odlehčení je možné přesně určit velikost silového skoku, což není vždy možné u jednorázového zatížení například z důvodu odrazů, kdy dojde k několikanásobnému zatížení vzorku.

Pro generaci silového skoku byla vytvořena konstrukce vyobrazena na obrázku 5.2, jejíž princip spočívá v nadzvednutí zatěžovacího tělesa, které před začátkem měření působí celou svou vahou na měřený piezoelektrický element.



Obrázek 5.2 Konstrukce pro generaci silového skoku

Zatěžovací těleso je ke konstrukci připojeno pomocí kolejničky lineárního vedení s vozíkem, díky které při nadzvedávání nedochází k vyosení tělesa, které se tedy může pohybovat pouze ve směru nahoru/dolů. Konkrétně se jedná o miniaturní vozíky MGN 09H Z0H a miniaturní kolejničky MGNR09-0300-10/10. Nadzvedávání je řízeno pomocí krokového motoru ST4118M1804-A na jehož hřídel je připevněna vačka, která přenáší rotační pohyb hřídele krokového motoru na translační pohyb zatěžovacího tělesa. Vyrobená vačka není symetrická z důvodu požadavku rychlého náběhu a pomalého doběhu.



Obrázek 5.3 Princip nadzvedávání zatěžovacího tělesa pomocí vačky

Principiálně na takovouto generaci silového skoku nemá vliv směr otáčení krokového motoru, pokud by došlo k plnému otočení o 360°. V takovém případě by došlo k rozporu mezi dvěma protichůdnými požadavky. Prvním požadavkem je co největší rychlost při nadzvedávání tělesa pro vytvoření signálu co nejvíce podobnému skoku. Druhým požadavkem je co nejmenší rychlost při pokládání tělesa zpět na měřený piezoelektrický element, aby nedošlo k mechanickému poškození vzorku.

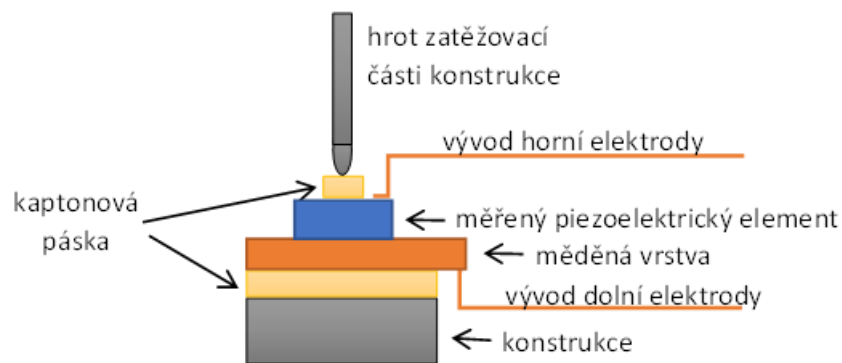
Z tohoto důvodu byla zvolena startovní pozice vačky před začátkem měření, která je znázorněna na následujícím obrázku 5.4.



Obrázek 5.4 Startovní pozice vačky na začátku měření

Při měření tedy dochází k negativnímu směru otáčení vačky a pohyb je rozdělen do dvou částí. V první části dojde k otočení o čtvrtinu plné otáčky motoru vyšší rychlostí. V druhé části dojde k otočení o tři čtvrtiny plné otáčky motoru pomalejší rychlostí, kdy na konci pohybu se vačka vrátí zpět do úvodní pozice.

Z důvodu vodivé kovové konstrukce je nutné od ní měřený piezoelektrický element odizolovat. Izolace byla provedena pomocí kaptonové pásky, což je polenoid s dobrými dielektrickými vlastnostmi užívaný pro izolaci vinutí elektrických strojů [18]. Na tuto kaptonovou pásku je poté přilepena tenká měděná vrstva, která slouží jako zemní elektroda. Na následujícím obrázku jsou ukázány vrstvy nanesené na konstrukci.



Obrázek 5.5 Nanesené vrstvy sloužící jako izolace a elektrody

Měděná vrstva sloužící jako spodní elektroda lehce přesahuje kaptonovou pásku a vyčnívá mimo konstrukci. Její vývod je umístěn na spodní straně tohoto výčnělku, aby nedošlo k omezení velikosti měřených piezoelektrických elementů. Kaptonová páska je umístěna i na měřený element v bodě dotyku hrotu zatěžovacího tělesa konstrukce. Horní elektroda je provedena pouze formou kontaktu odizolovaného vodiče s horní stranou měřeného elementu.

Nástavec na konstrukci určený pro usazení měřícího vzorku zobrazený na obrázku 5.5 byl vytvořen univerzálně pro měření vzorků všech tvarů a rozměrů, jejichž výsledky lze nalézt v kapitole 6. Jedná se ale pouze o provizorní řešení určené k testování systému měření či zkoumání různých vlivů. Nejvhodnějším řešením usazení vzorků do měřícího systému je vytvoření unikátních držáků pro každý typ tvaru případně i velikostí, které by zamezovaly pohybu vzorku při měření.

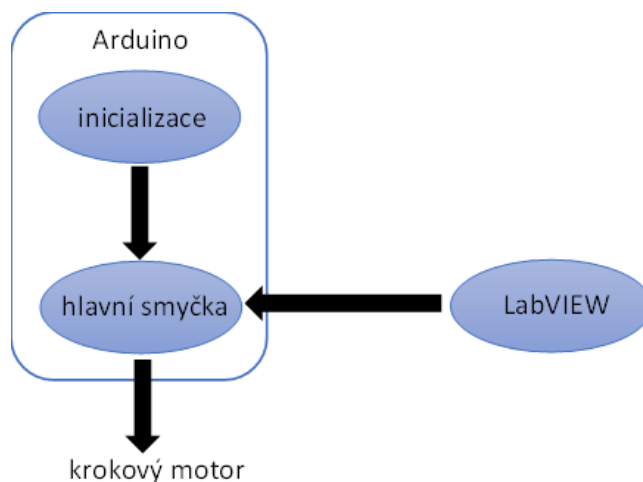
## 5.2 Software pro ovládání systému

Software pro ovládání systému se skládá ze dvou paralelních programů, kdy jeden je vytvořen ve vývojovém prostředí LabVIEW od National Instruments a druhý je vytvořen ve vývojovém prostředí Arduino.

Program v prostředí LabVIEW zajišťuje rozhraní člověk-stroj, tedy umožňuje uživateli zasahovat do měření a který dále ovládá druhý zmíněný program v prostředí Arduino, který slouží k zajištění chodu krokového motoru.

Obecně by bylo možné přeskočit funkcionalitu programu pro mikrokontrolérovou desku Arduino UNO a činnost krokového motoru ovládat přímo programem v LabVIEW pomocí speciálních driverů. Vyrobená konstrukce je ovšem zkušebním prototypem, a proto bylo zvoleno ovládání krokového motoru pomocí desky Arduino, jelikož se jedná o jednoduchou, rychlou a levnou variantu.

Na následujícím obrázku 5.6 je znázorněno komunikační propojení mezi programy v prostředí Arduino a v prostředí LabVIEW. Přesnější popis činnosti programu v prostředí Arduino na základě příkazů z prostředí LabVIEW je k nalezení v kapitole 5.2.2 a popis komunikace je k nalezení v kapitole 5.2.3.

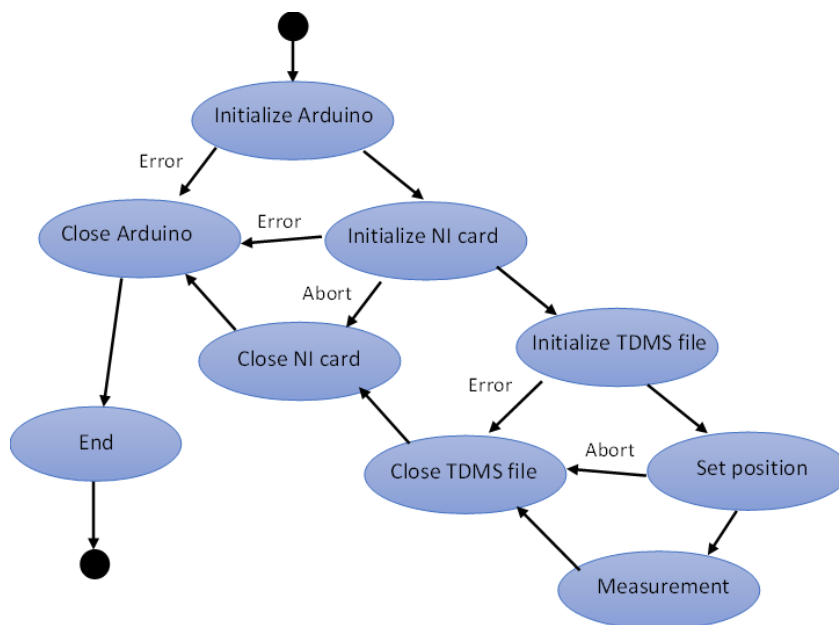


Obrázek 5.6 Schéma propojení programů LabVIEW a Arduino

### 5.2.1 Program v prostředí LabVIEW

Program v prostředí LabVIEW zajišťuje rozhraní člověk – stroj a dále řídí činnost celého systému měření generovaného náboje při skokové změně silového zatížení piezoelektrického materiálu. Dále také zajišťuje ovládání krokového motoru přes mikrokontrolérovou desku Arduino pomocí příkazů přes sériovou linku, viz kapitoly 5.2.2 a 5.2.3.

Program je řešen jako konečný stavový automat a na následujícím obrázku 5.7 jsou vyobrazeny jednotlivé stavy a přechody mezi nimi popisující celkovou činnost programu.



Obrázek 5.7 Stavový diagram programu v prostředí LabVIEW

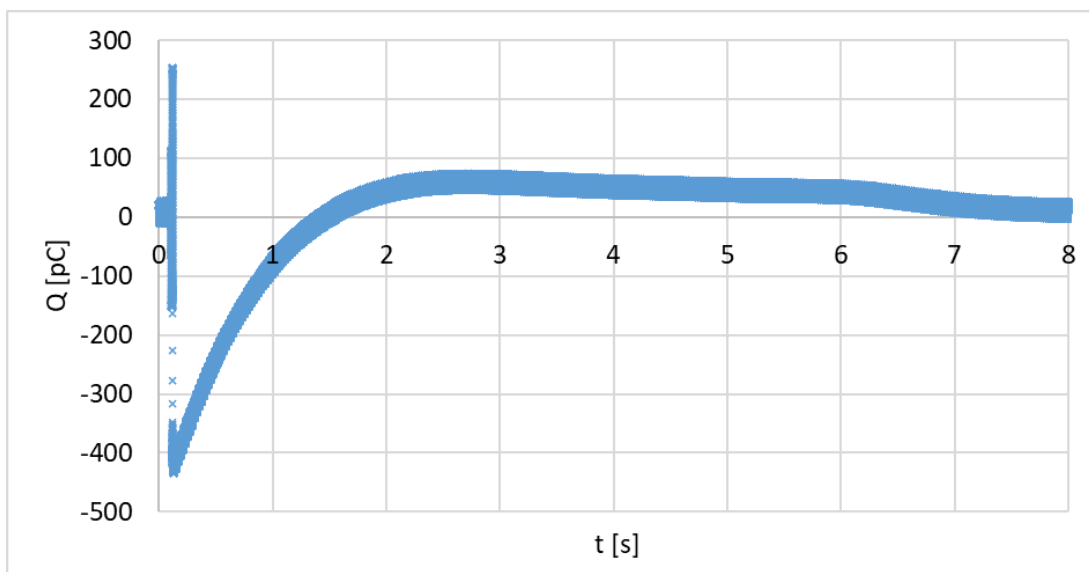
Ze stavů vyobrazených na předcházejícím obrázku 5.7 jsou pro celkovou činnost systému měření nejdůležitější stavy *Initialize NI card*, *Initialize TDMS file*, *Setup position* a *Measure*.

Ve stavu *Initialize NI card* dochází k inicializaci měřicí karty NI 9234 a dále v něm dochází k nastavení parametrů zdroje referenčního signálu. Ten může mít formu piezoelektrického elementu se známým koeficientem  $d_{33}$  nebo to může být snímač síly. Podle vybraného typu zdroje referenčního signálu nastaveného před spuštěním programu dojde k objevení příslušného dialogového okna.

V rámci stavu *Initialize TDMS file* dochází k automatickému založení unikátního TDMS souboru dle uživatelem zadaného názvu měřeného piezoelektrického elementu. Při založení souboru jsou do něj dále zapsány informace indikující, zda má referenční signál formu náboje ze známého piezoelektrického elementu nebo formu měřené síly. Díky tomu při zpracovávání naměřených dat není třeba žádného jiného vstupu než vybraného TDMS souboru pro zpracování. Způsob zpracování naměřených dat je dále popsán v kapitole 5.3.

V rámci stavu *Setup position* dochází k uživatelem nastavování pozice otočení krokového motoru do té doby, než je krokový motor nastavený v optimální pozici. Optimální pozice natočení krokového motoru je taková, která umožňuje vytvoření skokové změny zatížení měřeného piezoelektrického materiálu při otáčení v negativním směru při spuštění měření, viz kapitola 5.1.

V rámci stavu *Measure* je provedeno měření generovaného náboje piezoelektrickým materiálem při skokové změně silového zatížení. Před samotným začátkem měření uživatel v dialogovém okně může zadat, zda se jedná o jedno měření, či je požadován vícenásobný počet. Jak bylo popsáno v kapitole 5.1, pohyb krokového motoru je rozdělen do dvou částí. V první části motor urazí čtvrtinu otáčky plnou rychlostí, v druhé motor urazí zbytek otáčky pomalejší rychlostí a vrátí se zpět do startovní pozice. Před zahájením prvního pohybu je spuštěno měření karty NI 9234 a program dále vyčkává 200 ms. Doba čekání je pouze přibližná, vždy záleží na konkrétním běhu programu. Toto zpoždění má za cíl, aby nebyl zahájen pohyb krokového motoru před spuštěním měření. Po návratu krokového motoru do původní pozice je dále vyčkáváno 8 sekund. Doba čekání je ovlivněna dobou vybíjení nábojového zesilovače, viz následující obrázek 5.8.



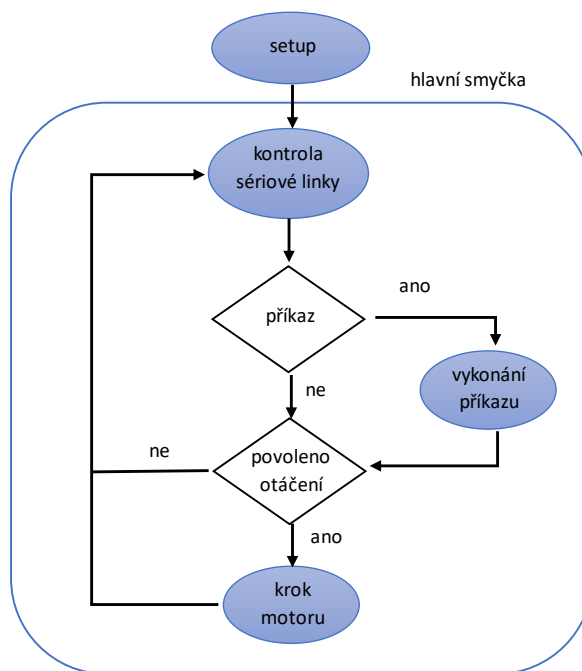
Obrázek 5.8 Vybíjení nábojového zesilovače po silovém skoku

Jak je vidět na přecházejícím obrázku 5.8, použitému nábojovému zesilovači IEPE 100 trvá přibližně 7 sekund než odintegruje měřený náboj. V případě spuštění dalšího měření před touto dobou by mohlo dojít k ovlivnění měření měřením předcházejícím.

### 5.2.2 Program v prostředí Arduino

Program v prostředí Arduino řídí mikrokontrolérovou desku Arduino UNO a přes ni činnost krokového motoru zajišťující nadzvedávání závaží. Propojení mezi deskou Arduino UNO a krokovým motorem je zařízeno přes Arduino Motor Shield Rev 3, který umožňuje řízení až dvou DC motorů nebo jednoho krokového motoru.

Činnost programu je řízena pomocí příkazů z prostředí LabVIEW, který komunikuje s programem Arduino přes sériovou linku, konkrétně přes USB sběrnici spojující počítač, na kterém je spuštěn program v LabVIEW, a desku Arduino UNO. Na následujícím obrázku 5.9 je vyobrazeno schéma popisující činnost programu běžícího na mikrokontrolérové desce.



Obrázek 5.9 Schéma činnosti programu Arduino

Popisy jednotlivých příkazů jsou uvedeny v následující kapitole 5.2.3.

Řízení krokového motoru je prováděno v hlavní smyčce programu, kdy je kontrolováno, zda je otáčení povoleno, či ne. Při povolení kroku je dále proveden kód podle směru otáčení a dále podle indexu kroku, který má být proveden. Krok motoru je totiž řízen spuštěním jednoho kanálu A nebo B a jejich uvedení do stavu LOW nebo HIGH, čímž jsou vytvořeny 4 možné kombinace nastavení kanálů. Kombinace nastavení jsou uvedeny v následujícím obrázku.

směr 1		směr 2	
kanál A	kanál B	kanál A	kanál B
HIGH	-	HIGH	-
-	LOW	-	HIGH
LOW	-	LOW	-
-	HIGH	-	LOW

Obrázek 5.10 Nastavení kanálů pro krokování motoru

Z obrázku 5.10 lze tedy poznat, že krok motoru není možné řídit jedním neměnným nastavením, a proto musí být uložena informace indikující číslo nastavení nynějšího kroku. Index nastavení je získáván jako zbytek po dělení nynějšího kroku číslem 4.

Řízení krokového motoru bylo umístěno do hlavní smyčky z důvodu způsobu komunikace mezi programy LabVIEW a Arduino pomocí funkce *custom command*. V případě odeslání příkazu z programu LabVIEW je příkaz poslán přes sériovou linku a funkční blok v prostředí LabVIEW zajišťující odeslání příkazu čeká, dokud nedojde k

poslání návratové hodnoty zpět přes sériovou linku z desky Arduino. V případě umístění řízení otáčení krokového motoru přímo do zpracování příkazu program v prostředí LabVIEW čeká na dokončení otáčení a až poté může vykonávat své další funkce.

### 5.2.3 Komunikace mezi programy

Komunikace mezi programy v prostředí Arduino a LabVIEW je zajištěna přes sériovou linku, která je ovládána funkčními bloky z knihovny LINX, což je otevřený softwarový doplněk pro prostředí LabVIEW zajišťující komunikaci s embedded platformami, jako je právě Arduino. Pro tuto komunikaci bylo definováno několik příkazů jak v prostředí LabVIEW, tak v prostředí Arduino:

1. Command 0 – *setSpeed*
2. Command 1 – *setDirection*
3. Command 2 – *runStepper*
4. Command 3 – *safetyStop*
5. Command 4 – *setNSteps*

Z prostředí LabVIEW tedy přes sériovou linku do prostředí Arduino přichází pakety obsahující číslo příkazu a jeho parametry, načtež funkční blok v prostředí LabVIEW čeká na příchod paketů obsahující návratové hodnoty indikující dokončení příkazu v prostředí Arduino.

Příkaz *setSpeed* zajišťuje nastavení rychlosti otáčení. Nastavován je konkrétně čas, po který program čeká po vykonání jednoho kroku.

Příkaz *setDirection* zajišťuje nastavení požadovaného směru otáčení motoru.

Příkaz *runStepper* zajišťuje povolení otáčení krokového motoru.

Příkaz *safetyStopStepper* zajišťuje ukončení otáčení krokového motoru i v případě, že nedošlo ke všem uživatelem nastaveným požadovaným krokům.

Příkaz *setNSteps* zajišťuje nastavení požadovaného počtu kroků.

Z důvodu problematiky různých nastavení kanálů A a B pro krokování motoru vysvětlené v kapitole 5.2.2 je počáteční a finální krok upraven podle posledního provedeného kroku. Například pokud má poslední provedený krok index 2, číslo počátečního kroku je nastaveno na hodnotu 3 a o stejnou hodnotu je zvýšen počet požadovaných kroků.

## 5.3 Výpočet nábojového koeficientu

Výpočet nábojového koeficientu je prováděn v samostatném programu v prostředí LabVIEW. Z naměřených průběhů referenčního signálu a náboje z testovaného piezoelektrického elementu, které jsou uloženy v příslušném TDMS souboru, jsou určeny velikosti skoků. V případě, že měření probíhá přes srovnání vygenerovaného náboje z měřeného piezoelementu s nábojem, který vygeneroval piezoelektrický materiál se známými koeficienty, určené velikosti skoků vstupují do vzorce (3.1). Pokud měření probíhá přes srovnání vygenerovaného náboje s průběhem signálu síly, určené velikosti

skoků vstupují do vzorce (3.2). Rozhodnutí o použitém vzorci probíhá automaticky na základě dat uložených ve zpracovávaném TDMS souboru.

Jelikož piezoelektrické elementy v rámci systému měření nejsou stíněny, signály náboje jsou ovlivněny síťovým rušením. Složka 50 Hz je z naměřených signálů potlačena pomocí spektrálního filtru snižujícího hodnotu této frekvenční složky o 60 dB.

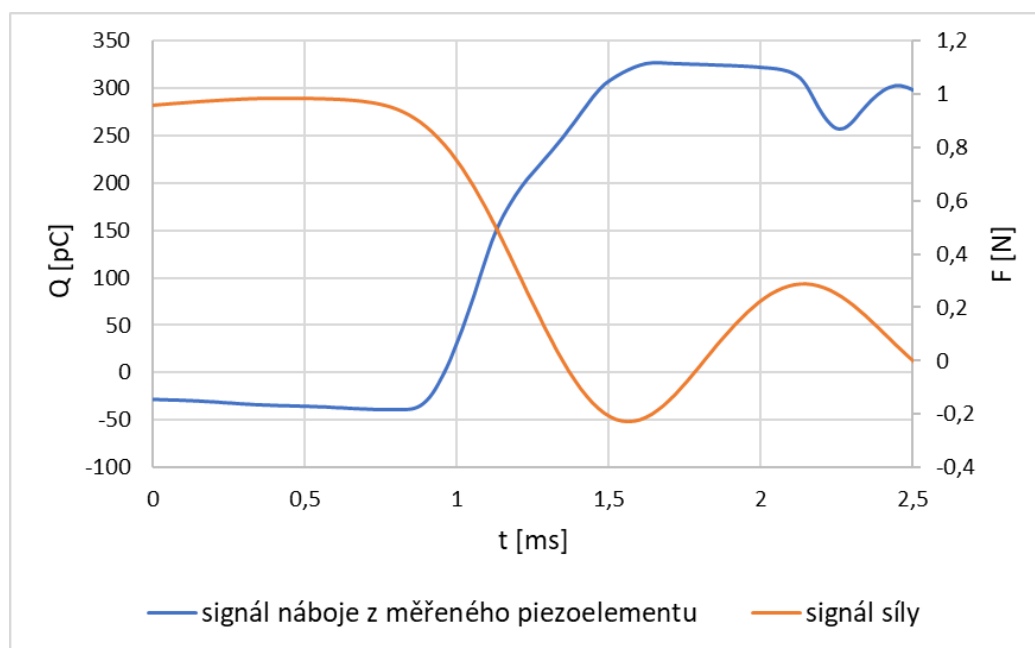
Z důvodu zašumění signálů náboje i síly, viz kapitola 5.3.1, naměřené průběhy náboje a signálu jsou zprůměrovány ze všech provedených měření. Průměrovány nejsou celé průběhy, nýbrž krátké časové úseky začínající krátce před skokem v referenčním signálu a končící krátce po jeho skončení. Konkrétní čas vytvořeného skoku totiž od spuštění měření není konstantní a vždy záleží na konkrétním běhu programu. V následující tabulce jsou uvedeny časy vygenerovaného silového skoku od spuštění měření zaokrouhleny na milisekundy.

Tabulka 5.1 Přibližný naměřený čas skoku síly od začátku měření

index měření	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
čas [ms]	171	162	136	162	162	150	172	171	175	164

V případě zprůměrování celých naměřených signálů by tedy došlo ke zkreslení naměřených dat a k výpočtu nekorektních hodnot nábojového koeficientu.

Čas skokové změny zatížení je hledán v referenčním signálu pomocí hodnot derivace, kdy se skok v měřené hodnotě projevuje její největší absolutní hodnotou. Na následujícím obrázku 5.11 jsou vyobrazeny zprůměrované průběhy síly a náboje v čase skoku z 10 měření. Zvolený počet měření je zvolen experimentálně na základě porovnávání zprůměrovaných průběhů síly a náboje v závislosti na počtu měření. S narůstajícím počtem měření logicky dochází k většímu potlačení vlivu šumu signálu síly na měření, ovšem zároveň je prodlužována doba průběhu měření. Na základě tohoto zkoumání je zvolen počet deseti měření jako nejmenší počet, při kterém dochází k uspokojivému potlačení vlivu šumu.



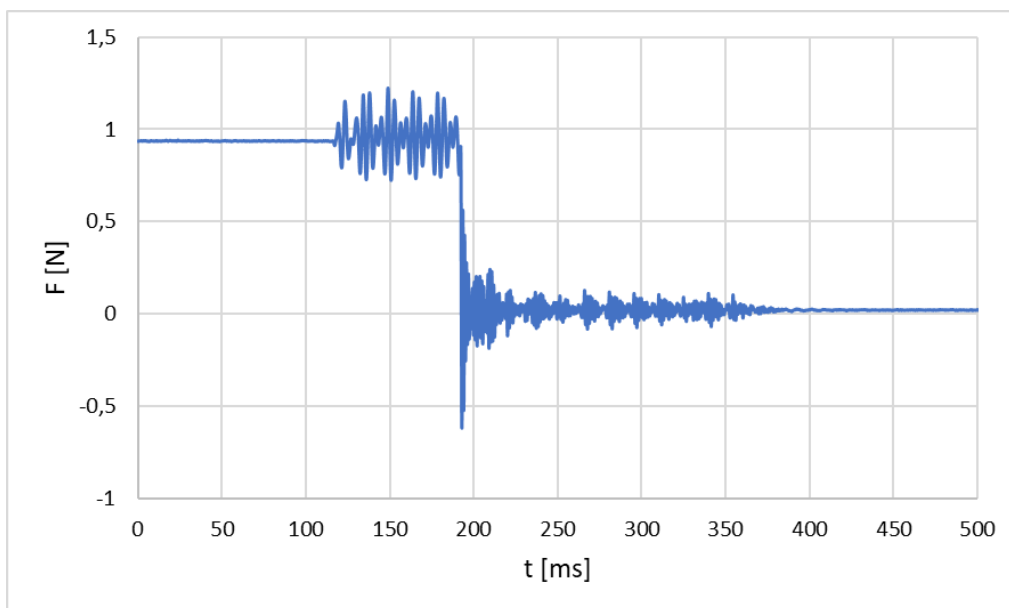
Obrázek 5.11 Vzorový průběh zprůměrovaných signálů síly a náboje při skoku zatížení

Velikost skoku v signálu náboje je určena jako rozdíl mezi největší a nejmenší naměřenou hodnotou v rámci zpracovávaného signálu. Tento výpočet je možný i pro signál síly, ovšem pro co nejpřesnější určení změny zatížení je velikost určena jako rozdíl mezi maximální měřenou hodnotou a ustálenou hodnotou síly na konci měření.

### 5.3.1 Zdroje šumu v měřeném signálu síly

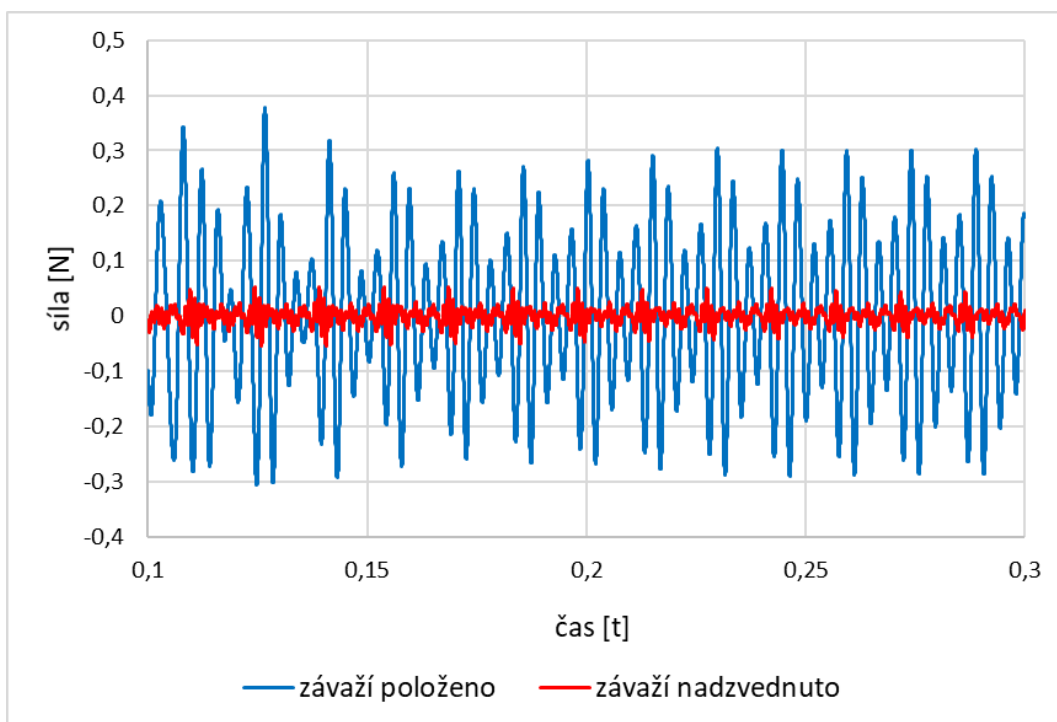
Při měření bylo zjištěno zašumění generovaného signálu síly, které výrazně zkresluje signál síly v okolí vygenerovaného skokového zatížení. Na následujícím obrázku 5.12 je zobrazen vzorový naměřený průběh signálu síly při nadzvedávání zatěžovacího tělesa. V naměřeném průběhu lze určit tři oblasti z pohledu přítomnosti a velikosti šumu.

V oblasti začátku a konce měření je šum zcela nepřítomný, což jsou oblasti, kdy nedochází k otáčení krokového motoru. Největší šum je přítomen v signálu síly v čase otáčení krokového motoru před nadzvednutím zatěžovacího tělesa. V poslední oblasti, kdy je otáčeno krokovým motorem, ale zatěžovací těleso již nedoléhá na měřený piezoelektrický element, je šum přítomný, ovšem nedosahuje velikosti jako v předcházející oblasti.



Obrázek 5.12 Vzorový průběh signálu síly při skokovém zatěžování

Na následujícím obrázku 5.13 jsou vyobrazeny dva signály, které pro lepší porovnání neobsahují stejnosměrnou složku. První signál byl získán při otáčení krokového motoru, kdy závaží bylo celou dobu položeno na snímači síly a nebylo nadzvedáváno vlivem otáčení vačky. Druhý signál byl získán při otáčení krokového motoru, kdy závaží bylo nadzvednuto a nijak svou vahou nepůsobilo na snímač síly.



Obrázek 5.13 Šum signálu síly při otáčení krokového motoru

Z obrázku 5.13 je patrné, že při otáčení motoru dochází k přenášení vibrací přes celou konstrukci na snímač síly, který zaznamenává slabý signál dynamické síly. Zásadním zdrojem šumu je ovšem rozechvění zatěžovacího tělesa, kdy toto rozechvění v případě kontaktu závaží a snímače síly výrazně ovlivňuje měřené zatížení.

Vzniklý šum signálu síly vlivem vibrací při otáčení krokového motoru je možné minimalizovat pomocí zpomalení otáčení, čímž by byla negativně ovlivněna strmost skoku zatěžovacího signálu síly. Z tohoto důvodu je potlačení vlivu šumu řešeno ve zpracování naměřených signálů pomocí průměrování měření, a ne mechanickými změnami konstrukce.

## 6. MĚŘENÍ NA SADĚ TESTOVACÍCH VZORKŮ

V této kapitole jsou uvedeny a rozebrány výsledky měření provedených pomocí obou vytvořených systémů, přičemž jsou zkoumány opakovatelnosti měření a dále vlivy okolních podmínek a vlivy umístění materiálu. Pro větší přehlednost jsou výsledky měření rozděleny do kapitol odpovídající použitému měřicímu systému a zkoumanému vlivu.

Použitá sada vzorků z piezoelektrických keramik se skládá z 17 vzorků. V následující tabulce je uveden přehled použitých vzorků s jejich rozměry.

Tabulka 6.1 Přehled vzorků v testovací sadě

index vzorku	materiál	tvar	rozměry [mm]	$d_{33}$ [pC·N <sup>-1</sup> ]
1	NCE41	válec	ø8,5x18,3	248
2	NCE51	válec	ø3,5x14,5	307
3	NCE51	válec	ø3x5,7	388
4	NCE51	válec	ø7x15	365
5	NCE51	disk	ø10x2	-
6	NCE51	disk	ø14x2	-
7	NCE51	disk	ø16x2	-
8	NCE51	disk	ø18x2	-
9	NCE51	disk	ø20x2	-
10	NCE51	tenký plátek	25x5x0,5	-
11	NCE55	válec	ø12x16	673
12	NCE51	disk	ø60x4	-
13	PKM21	disk	ø10x2	-
14	SK892 14	disk	ø6x1	-
15	SK896 26	válec	ø6x4	449
16	SK896 26	válec	ø6x8	-
17	Sonox P502	prstenec	ø21,9-ø14,5x3	-

K některým výše uvedeným materiálům existují datasheety od jejich výrobců stanovující materiálové koeficienty. Tyto hodnoty se ale mohou měnit již při výrobě v závislosti na šarži, tvaru a rozměrech vyrobené piezoelektrické keramiky, které ovlivňují kvalitu polarizace. Velikosti koeficientů jsou dále ovlivněny stářím a opotřebením materiálů. Z těchto důvodů v této práci nejsou měřené hodnoty piezoelektrického nábojového koeficientu porovnávány s hodnotami uvedenými výrobcí.

Jako referenční hodnoty piezoelektrického nábojového koeficientu jednotlivých vzorků byly použity hodnoty získané pomocí frekvenční metody popsané v kapitole 3. Měření bylo provedeno pomocí impedančního analyzátoru Agilent 4294A a vypočteno pomocí následovného vzorce.

$$d_{33} = \sqrt{C^T \frac{h}{\frac{\pi d^2}{4} 4\rho f_a^2 h^2} \frac{1}{1 - \frac{\pi f_r}{2 f_a} \tan\left(\frac{\pi f_a - f_r}{2 f_a}\right)} \frac{\frac{\pi f_r}{2 f_a} \tan\left(\frac{\pi f_a - f_r}{2 f_a}\right)}{[C \cdot N^{-1}]} \quad (6.1)$$

,kdy  $d_{33}$  je piezoelektrický nábojový koeficient ve směru 33 [ $C \cdot N^{-1}$ ],  $f_r$  je rezonanční frekvence [Hz],  $f_a$  je antirezonanční frekvence [Hz],  $C^T$  je kapacita piezoelektrického vzorku při 1 kHz [F],  $h$  je výška vzorku [m],  $d$  je průměr vzorku [m] a  $\rho$  je hustota vzorku [ $kg \cdot m^{-3}$ ].

Tento vzorec je vytažen z vědeckého článku *Comparison of Methods for the Measurement of Piezoelectric Coefficients* [10], jedná se pouze o spojení rovnic pro výpočet různých materiálových koeficientů, které jsou potřeba pro výpočet koeficientu  $d_{33}$ , do jedné rovnice. Jednotlivé dílčí výpočty jsou uvedeny v evropské normě EN50324-2.

Referenční hodnoty z frekvenční metody měření byly určeny pouze pro vzorky o tvaru válce z důvodů popsanych v úvodu kapitoly 3. Pro ostatní vzorky získání těchto hodnot nebylo možné, jelikož se nejednalo o válečky splňující požadavky na poměr výšky a průměru daný normou pro frekvenční metodu

V rámci porovnávání výsledků různých měření stejného vzorku je omezujícím faktorem bodová závislost piezoelektrického nábojového koeficientu, která není konstantní po celé ploše piezoelektrických materiálů. Pro minimalizaci tohoto vlivu byly na vzorky nanášeny značky určující měřicí body. Tyto měřicí body jsou vždy pokud možno umístěny do středu vzorku, jedinou výjimkou je vzorek s indexem 17 ve tvaru prstence. Toto řešení ovšem vliv plně nepotlačuje, jelikož není možné dosáhnout dokonalé shody měřicího bodu napříč měřeními, čímž je značně redukována reprodukovatelnost měření.

## 6.1 Opakovatelnost měření systému s dynamickým buzením

V rámci zkoumání opakovatelnosti měření systému s dynamickým buzením bylo pro každý vzorek provedeno pět samostatných měření. Pro výsledná měření byla dále určena nejistota typu A pomocí následujícího vzorce.

$$u_a(x) = k_s s_{\bar{x}} = k_s \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (6.2)$$

,kde  $k_s$  je koeficient rozšíření, jehož hodnota při pěti měření je 1,4,  $n$  je počet měření a  $\bar{x}$  je aritmetický průměr.

Měření byla prováděna v rychlém časovém sledu bez přemísťování vzorků a bez změn nastavení měření, aby na daný vzorek vždy působily stejné podmínky měření a aby

se v měřeních neprojevíly změny hodnot piezoelektrického nábojového koeficientu v různých bodech piezoelektrické keramiky. Výsledná nejistota typu A nemá za cíl stanovit celkovou chybu systému, nýbrž zda systém měření při stejných podmínkách podává stejné výsledky.

Tabulka 6.2 Výsledky měření systému s dynamickým buzením s ohledem na opakovatelnost

index vzorku	$d_{33}$ [ $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ ]					$u_A(d_{33})$ [ $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ ]
	měření 1	měření 2	měření 3	měření 4	měření 5	
1	261,8	262,0	262,1	262,2	262,4	0,1
2	362,1	359,9	359,5	359,4	359,2	0,7
3	449	446	445	444	444	1
4	397,9	396,9	396,7	396,5	396,3	0,4
5	441,0	439,8	438,7	438,3	438,0	0,8
6	433,5	432,6	432,4	432,4	432,4	0,3
7	432,1	433,5	433,9	434,1	434,2	0,5
8	454,9	456,2	456,4	456,6	456,6	0,4
9	398,5	399,1	399,3	399,4	399,4	0,2
10	444,6	445,0	444,2	443,6	443,1	0,5
11	726,5	725,7	725,2	724,9	724,8	0,4
12	426,0	426,4	426,4	426,4	426,3	0,1
13	242,55	242,63	242,52	242,51	242,42	0,05
14	245,8	244,8	244,3	243,9	243,6	0,5
15	475,4	474,6	474,1	474,2	474,3	0,3
16	379,7	378,6	378,3	378,1	378,0	0,4
17	444,8	443,9	443,4	443,0	442,6	0,5

Z naměřených výsledků a vypočtené nejistoty typu A udávající výběrovou směrodatnou odchylku aritmetického průměru lze určit, že systém měření založený na dynamickém zatěžování piezoelektrických vzorků dosahuje uspokojivých hodnot v rámci opakovatelnosti, kdy maximální nejistota typu A o hodnotě  $1 \text{ pC}\cdot\text{N}^{-1}$  je určena pro válec z materiálu NCE51 o rozměrech  $\varnothing 3 \times 5,7 \text{ mm}$ .

## 6.2 Vliv orientace vzorku a uzemnění elektrod u systému s dynamickým buzením

Následující měření byla provedena s ohledem na zkoumání vlivu orientace vzorku v rámci uchycení, tedy zda směr polarizace vzorku směřuje k horní nebo dolní elektrodě, a s ohledem na způsob uzemnění elektrod.

Spodní elektroda, která je přes snímač síly připojena na vibrující armaturu vibračního stolu, je díky zapojení uzemněna právě přes snímač síly. Výsledky měření s tímto

způsobem uzemnění jsou v tabulce 6.3 označeny popiskem neuzemněná spodní elektroda. Pro teoretické přesnější výsledky byl na spodní elektrodu připájen vodič, který je spojen se stíněním vodiče vedoucí generovaný náboj z měřeného piezoelektrického elementu. V tabulce 6.3 jsou výsledky měření s tímto způsobem uzemnění uvedeny jako měření s uzemněnou spodní elektrodou.

Tabulka 6.3 Výsledky měření systému s dynamickým buzením s ohledem na orientaci vzorku a uzemnění elektrod

index vzorku	$d_{33}$ [pC·N <sup>-1</sup> ]					
	směr otočení 1			směr otočení 2		
	neuzemněná spodní elektroda	uzemněná spodní elektroda	$\Delta_{ABS}$ [pC·N <sup>-1</sup> ]	neuzemněná spodní elektroda	uzemněná spodní elektroda	$\Delta_{ABS}$ [pC·N <sup>-1</sup> ]
1	262	262	0	261	260	1
2	342	339	3	338	339	1
3	437	436	1	440	441	1
4	409	408	1	406	407	1
5	440	435	5	434	441	7
6	438	437	1	436	433	3
7	437	438	1	436	436	0
8	451	452	1	451	451	0
9	398	397	1	400	398	2
10	455	462	7	455	458	3
11	678	676	2	692	692	0
12	429	426	3	430	423	7
13	247	247	0	242	242	0
14	245	244	1	247	248	1
15	465	465	0	473	472	1
16	380	372	8	374	379	5
17	449	448	1	429	429	0

V rámci porovnání všech měření, kdy se vzorkem nebylo nijak pohybováno, pouze došlo ke změně způsobu uzemnění spodní elektrody, byl největší rozdíl naměřen u vzorku s indexem 16, což je válec o rozměrech  $\varnothing 6 \times 8$  mm z materiálu SK896 26. Tento rozdíl činil 8 pC, což je hodnota natolik malá v porovnání s naměřenými piezoelektrickými koeficienty, že není možné určit, zda rozdíl byl způsoben změnou způsobu uzemnění nebo jiným vlivem, zejména možným neúmyslným posunutím vzorku.

Rozdíly naměřených hodnot u všech vzorků při změně způsobu uzemnění jsou v řádu jednotek pC a lze tedy konstatovat, že způsob uzemnění nemá zásadní vliv na naměřeného hodnoty.

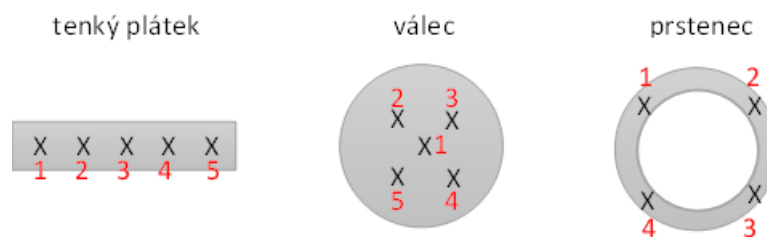
V rámci porovnání všech měření, kdy nebyl změněn způsob uzemnění, ale došlo k otočení vzorku, rozdíly mezi naměřenými nábojovými koeficienty se pohybuje řádově v jednotkách pC vyjma výsledků u dvou vzorků, a to válce z materiálu NCE55 o rozměrech  $\varnothing 12 \times 16$  mm a prstence z materiálu Sonox P502. U těchto dvou vzorků došlo k naměření rozdílů lehce pod 20 pC. Důvod větších rozdílů u těchto vzorků není znám, pouze u válce NCE55 z důvodu rozměrů mohlo v rámci otáčení dojít k nesprávnému upnutí vzorku do měřicí konstrukce, což je jev rozebíraný v kapitole 6.4. Rozdíly u ostatních vzorků v řádu jednotek pC jsou zanedbatelné, kdy nejpravděpodobnější příčinou může být chyba systému měření nebo mírné posunutí měřicího bodu, což je jev popsáný v úvodu kapitoly 6 a dále zkoumaný v kapitole 6.3.

Na základě výsledků lze konstatovat, že orientace vzorku v rámci měření s ohledem na směr jeho polarizace nemá vliv na výsledky měření a není třeba směr polarizace pro měření vůbec uvažovat.

### 6.3 Vliv umístění měřicího bodu u systému s dynamickým buzením

Jak bylo zmíněno v úvodu kapitoly 6, hodnota piezoelektrického nábojového koeficientu není konstantní po celé ploše piezoelektrických materiálů. Následující měření byla provedena z důvodu ověření tohoto jevu, zkoumání velikosti změn naměřených hodnot a zejména z důvodu zkoumání podmínek měření pro vzorky jiných tvarů než disku nebo válce.

Pro měření byly vybrány 3 vzorky, přičemž jeden má tvar tenkého plátku o rozměrech  $25 \times 5 \times 5$  mm, druhý má tvar disku o rozměrech  $\varnothing 20 \times 2$  a třetí má tvar prstence. Na následujícím obrázku 6.1 je znázorněno umístění jednotlivých měřených bodů na vzorcích.



Obrázek 6.1 Umístění a indexy bodů na vzorcích pro vícebodová měření

Výsledky jednotlivých měření jsou uvedeny v následující tabulce 6.4.

Tabulka 6.4 Výsledky měření systému s dynamickým buzením s ohledem na umístění měřícího bodu

index vzorku	tvar vzorku	$d_{33}$ [pC·N <sup>-1</sup> ]				
		bod 1	bod 2	bod 3	bod 4	bod 5
9	disk	416	413	416	422	403
10	plátek	445	460	461	457	456
17	prstenec	464	445	447	453	-

Z naměřených výsledků je možné potvrdit že dochází ke změnám hodnot piezoelektrického nábojového koeficientu v závislosti na měřícím bodu a dochází tedy při měření ke zjištění lokálních hodnot  $d_{33}$ .

V případě měření na vzorku o tvaru disku je rozdíl mezi největší a nejmenší naměřenou hodnotou  $d_{33}$  určen jako 19 pC·N<sup>-1</sup>, u vzorku o tvaru plátku jako 16 pC·N<sup>-1</sup> a u vzorku ve tvaru prstence jako 19 pC·N<sup>-1</sup>.

Důležitým zjištěním je, že u vzorku ve tvaru prstence nejsou zjištěny větší rozdíly hodnot  $d_{33}$  mezi jednotlivými měřícími body, a tedy pro měření piezoelektrického nábojového koeficientu vzorků ve tvaru prstence není nutné zajistit jejich rovnoměrné zatěžování a plně postačuje bodové měření jako u ostatních vzorků.

Tímto měřením ovšem není prokázána možnost libovolného umístění měřícího bodu, jelikož z důvodů rozměrů a váhy vzorku může dojít k negativnímu ovlivnění přesnosti měření. Příkladem u rozměrných, a tedy těžkých vzorků může při přílišném posunutí měřícího bodu od středu vzorku dojít k jeho naklonění. V takovémto případě by výsledky měření byly ovlivněny nábojovými koeficienty i v jiných směrech než 33.

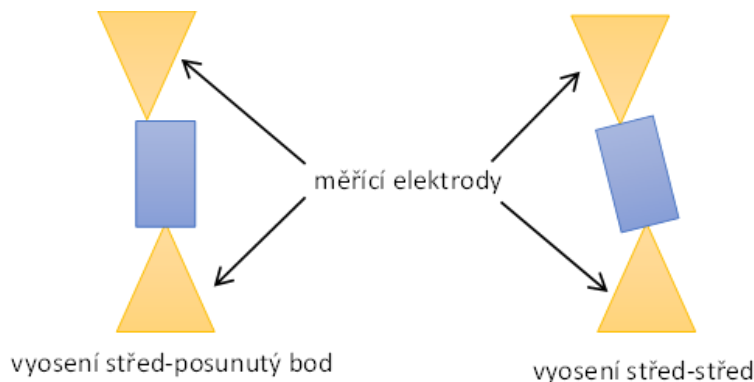
Z výsledků měření lze také vyvodit, že umístění měřícího bodu nemá zásadní vliv na správnost výsledků, ovšem z důvodů měření lokálních hodnot nábojového koeficientu je značně omezena jednak reprodukovatelnost a zejména možnost porovnávání výsledků mezi jednotlivými měřeními. I při mírném posunutí měřícího bodu může dojít ke změně lokální hodnoty  $d_{33}$  čímž může dojít k nárůstu rozdílů mezi různými měřeními. Jedná se tedy o nezanedbatelný fakt, se kterým je třeba vždy počítat v případě porovnávání získaných hodnot, kdy bylo se zkoumaným vzorkem mezi měřeními jakkoliv manipulováno.

## 6.4 Vliv vyosení měřícího bodu u systému s dynamickým buzením

V průběhu předcházejících měření byl identifikován nežádoucí jev ovlivňující výsledky jednotlivých měření, který byl nazván jako vyosení měřícího bodu. Tento jev vychází z konstrukce zajišťující předepnutí síly, kdy posuvné rameno je nejenom posuvné po ose Z, ale může i kolem této osy rotovat. Při usazování měřených vzorků, kdy byla dále upravována výška posuvného ramena, mohlo docházet i k rotaci ramena a měřící

elektrody tedy nebyly v jedné ose.

V rámci následovných měření byly identifikovány dva typy vyosení zobrazené na obrázku 6.2. První bylo nazváno vyosení střed-střed, kdy obě měřící elektrody byly umístěny do středu vzorku a došlo tedy k naklonění měřeného vzorku. Druhé bylo nazváno vyosení střed-posunutý bod, kdy měřený vzorek nebyl nakloněn, a tedy jedna měřící elektroda nebyla umístěna do středu vzorku.



Obrázek 6.2 Typy vyosení měřícího bodu

V následující tabulce 6.5 jsou uvedeny výsledky měření, přičemž měření začínalo na správném uchycení měřeného vzorku a poté s každým dalším měřením docházelo k většímu posunutí elektrod od sebe.

Tabulka 6.5 Vliv vyosení na hodnotu  $d_{33}$  NCE41 válce o rozměrech  $\varnothing 8,5 \times 18,3$  mm

typ vyosení	$d_{33}$ [pC·N <sup>-1</sup> ]			
	střed	bod 1	bod 2	bod 3
střed-střed	686	687	691	694
střed-posunutý bod	686	685	682	676

Z naměřených hodnot lze vypožorovat, že zkoumané vyosení může mít vliv na měření piezoelektrického nábojového koeficientu. U měřeného vzorku docházelo ke stabilnímu růstu anebo poklesu měřených hodnot s rostoucím posunutím v závislosti na typu vyosení. Změny v naměřených hodnotách nejsou ale natolik velké, aby zcela znehodnocovaly výsledky měření, ovšem jedná se o jev negativně ovlivňující jeho přesnost.

Ze zkušeností z průběhů všech měření lze konstatovat, že na tento jev jsou nejvíce náchylné vzorky o větších rozměrech, jelikož s rostoucí výškou mezi elektrodami je obtížnější kontrola, zda jsou elektrody v ose či nikoliv. Tento jev je neodstranitelný v použité konstrukci, jeho potlačení zcela závisí na schopnostech operátora. Pro plné potlačení tohoto vlivu by bylo třeba jiné konstrukce pro předepnutí síly, která by neumožňovala rotaci kolem osy Z.

## 6.5 Vliv stínění u systému s dynamickým buzením

Pro zkoumání vlivu stínění na výsledky měření systému s dynamickým buzením byla vyrobena konstrukce znázorněná na následujícím obrázku 6.3, která zajišťovala ochranu před okolním rušením pomocí uzemněné hliníkové fólie zakrývající piezoelektrický element při měření.



Obrázek 6.3 Konstrukce pro stínění okolního rušení

Tato konstrukce se ukázala jako neefektivní z důvodu složitosti kabeláže ze systému měření a tvaru konstrukce pro generaci dynamického signálu síly. Výsledky měření v následující tabulce 6.6 neobsahují výsledky všech vzorků v testovací sadě, nýbrž pouze vybrané ukázky měření, kdy bylo dosaženo stínění a kdy nikoliv. Výsledky měření jsou porovnány s průměrem výsledků měření uvedených v kapitole 6.1, které jsou v tomto případě brány jako konvenčně pravé a díky vysokému počtu měření, ze kterého jsou vypočteny, se pravděpodobně blíží pravé hodnotě.

Tabulka 6.6 Měření  $d_{33}$  s korektním a nedokonalým stíněním

	index vzorku s korektním stíněním			index vzorku s nedokonalým stíněním	
	13	16	17	4	14
$d_{33}$ [pC·N <sup>-1</sup> ] stínění	243	377	437	407	239
$d_{33}$ [pC·N <sup>-1</sup> ] referenční	243	379	444	397	244
$\delta_f$ [%]	0,0	-0,5	-1,6	2,5	-2,1

Z výsledků měření lze říci, že nebyl zaznamenán žádný zásadní rozdíl mezi hodnotami  $d_{33}$ , kdy byl vzorek stíněn a kdy ne. V případě stínění mají naměřené výsledky menší relativní odchylky od referenčních hodnot než v případech, kdy vzorky nebyly dobře stíněny. Tyto rozdíly mohou být způsobeny vlivem stínění na přesnost měření, ovšem jsou natolik malé, že je možné je vysvětlit i posunutím měřicího bodu. V případě měření materiálů s vyššími hodnotami nábojových koeficientů lze tedy stínění zanedbat pokud měření neprobíhá v prostorech se silným rušením.

## 6.6 Měření malého nábojového koeficientu systémem s dynamickým buzením

Testovací sada použitá pro testování obou systémů se skládá z různých piezoelektrických keramik, jejichž piezoelektrické nábojové koeficienty jsou řádově ve stovkách  $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ . Na těchto vzorcích lze ověřit funkčnost systémů a vliv různých podmínek měření, ovšem nelze zhodnotit schopnost systémů určovat korektní hodnoty malých nábojových koeficientů. Testovací sada byla pouze pro ověření schopnosti měření malých nábojových koeficientů rozšířena o dva vzorky nitridu hliníku, jehož hodnota  $d_{33}$  se pohybuje řádově v jednotkách  $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ . Jako referenční hodnota nábojového koeficientu je použita hodnota  $7 \text{ pC}\cdot\text{N}^{-1}$ , která byla získána pomocí dvoupaprskové interferometrie. V následující tabulce jsou uvedeny výsledky měření, kdy byla zkoumána zejména opakovatelnost měření.

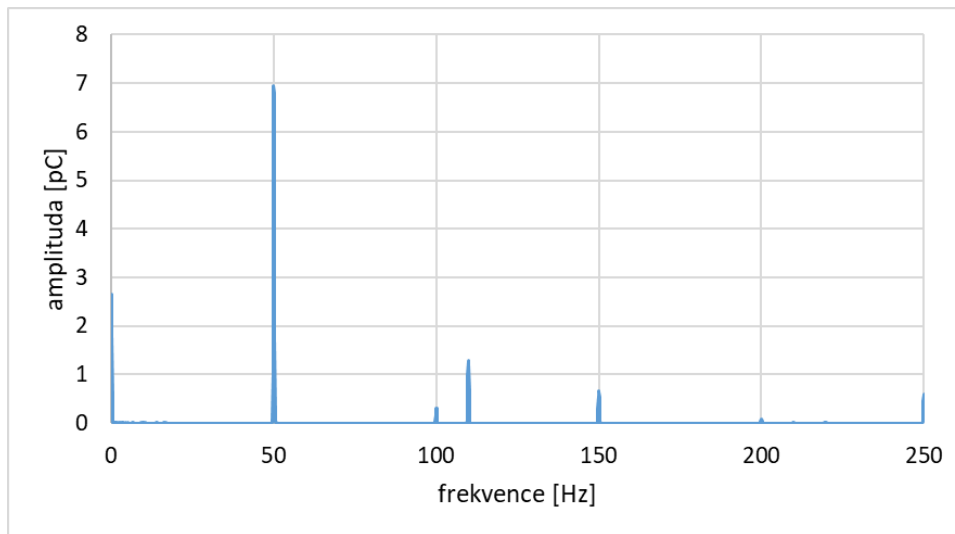
Tabulka 6.7 Měření  $d_{33}$  nitridu hliníku systémem s dynamickým buzením

číslo vzorku	$d_{33} [\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}]$					$u_A(d_{33})$ [ $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ ]
	měření 1	měření 2	měření 3	měření 4	měření 5	
1	5,16	5,06	5,14	5,18	5,01	0,05
2	4,87	4,97	5,00	4,94	4,95	0,03

Uvedená nejistota typu A nepodává informace o celkové nejistotě systému, pouze indikuje míru opakovatelnosti měření.

Z tabulky 6.7 lze vypožorovat, že systém podává stabilní výsledky i pro malé hodnoty piezoelektrického nábojového koeficientu. Určené hodnoty nejistoty typu A se navíc pohybují řádově v desítkách  $\text{fC}\cdot\text{N}^{-1}$ , což jsou hodnoty téměř neměřitelné vytvořeným systémem měření v momentální podobě.

Omezením v případě měření malých hodnot  $d_{33}$  je rušení z okolí, jelikož amplitudy rušivých frekvenčních složek mohou snadno přesáhnout amplitudu frekvenční složky  $109,9 \text{ Hz}$ , která je nositelem informace o velikosti nábojového koeficientu, viz následující obrázek 6.4 vyobrazující amplitudové spektrum jednoho měření.



Obrázek 6.4 Amplitudové spektrum nestíněného měření nitridu hliníku systémem s dynamickým buzením

V případě měření v prostoru i s mírným rušením může dojít k ovlivnění složky 109,9 Hz takovým způsobem, že by došlo k zásadnímu ovlivnění výsledné hodnoty nábojového koeficientu. Při měření materiálů s nízkými hodnotami nábojového koeficientu je tedy nejvhodnější použití stínění pro zabránění znehodnocení naměřených dat.

Z měření je patrné, že ačkoliv naměřené hodnoty nábojového koeficientu mají malé absolutní odchylky  $2 \text{ pC}\cdot\text{N}^{-1}$  od konvenčně pravé hodnoty, jejich relativní odchylky dosahují hodnot řádově v desítkách procent. Vytvořený systém měření s dynamickým silovým buzením tedy podává stabilní výsledky, ovšem nelze je považovat za přesné.

Zlepšení přesnosti měření je možné nejpravděpodobněji dosáhnout stíněním vzorku pro měření, použitím citlivějšího nábojového zesilovače a citlivějšího snímače síly.

## 6.7 Měření systémem s dynamickým buzením s citlivějším snímačem síly

Pro všechna předcházející měření byl signál síly měřen pomocí piezoelektrického snímače síly Bruel & Kjaer 8200 s převodní konstantou  $4 \text{ pC}\cdot\text{N}^{-1}$ , jehož výstup je veden do nábojového zesilovače IEPE 100 s převodem  $10 \text{ mV/pC}$ , přičemž výsledné napětí je měřeno pomocí měřicí karty NI 9234. V této konfiguraci se signál síly o efektivní hodnotě  $0,25 \text{ N}$  projevuje na vstupu měřicí karty jako napěťový signál s efektivní hodnotou  $10 \text{ mV}$ . Pro měření v této kapitole byl snímač síly zaměněn za piezoelektrický snímač síly KISTLER Type 9205 zobrazený na obrázku 6.5, který pro síly v rozsahu  $-0,5 \text{ N}$  až  $0,5 \text{ N}$  má citlivost  $112,2 \text{ pC}\cdot\text{N}^{-1}$ .



Obrázek 6.5 Piezoelektrický snímač síly KISTLER Type 9205

Při použití tohoto snímače se signál síly o efektivní hodnotě 0,25 N projevuje na vstupu měřicí karty jako napěťový signál s efektivní hodnotou 280,5 mV. Díky použití citlivějšího snímače síly by mělo dojít při měření k přesněji určeným hodnotám piezoelektrického nábojového koeficientu. Výsledky měření v této konfiguraci jsou uvedeny v následující tabulce 6.8, kde jsou společně s průměrem výsledků měření uvedených v kapitole 6.1 srovnány s hodnotou nábojového koeficientu získaného pomocí frekvenční metody. Pro určení relativních odchylek je jako konvenčně pravá brána hodnota určená pomocí frekvenční metody. V rámci srovnání by se neměl projevit vliv změn hodnot nábojového koeficientu v různých bodech měření, jelikož vzorky byly uchyceny ideálně v identickém místě na základě značky na povrchu. Možnost ovlivnění výsledků ovšem není zcela vyloučena.

Tabulka 6.8 Porovnání výsledků měření při použití různých snímačů síly v systému s dynamickým buzením

index vzorku	$d_{33}$ [ $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ ]			$\delta_r$ [%]	
	KISTLER Type 9205	Bruel & Kjaer 8200	frekvenční metoda	KISTLER Type 9205	Bruel & Kjaer 8200
1	260	262	248	4,6	5,3
2	350	360	307	12,3	14,7
3	438	446	388	11,4	13,0
4	391	397	365	6,6	8,1
5	427	439	-	-	-
6	424	433	-	-	-
7	425	434	-	-	-
8	438	456	-	-	-
9	396	399	-	-	-
10	435	444	-	-	-
11	691	725	673	2,6	7,2
12	402	426	-	-	-
13	240	243	-	-	-
14	245	244	-	-	-
15	471	475	449	4,7	5,5
16	365	379	-	-	-
17	424	444	-	-	-

V tabulce 6.8 lze při sledování výsledných nábojových koeficientů zjistit, že při použití citlivějšího snímače síly KISTLER Type 9205 došlo u všech vzorků kromě vzorku 14 ke zmenšení určené hodnoty nábojového koeficientu. Rozdíly mezi naměřenými hodnotami sice nejsou natolik velké, aby nemohly být vysvětleny jako důsledek vlivu posunutí měřicího bodu, ovšem při použití snímače KISTLER Type 9205 došlo ke zpřesnění určení nábojového koeficientu všech vzorků, které je možné srovnat s frekvenční metodou. Lze tedy dojít k závěru, že použitím citlivějšího snímače je možné zpřesnit měření vytvořeným systémem s dynamickým buzením.

I když snímač KISTLER Type 9205 má dvacetkrát vyšší citlivost než snímač Bruel & Kjaer 8200, zpřesnění výsledků se většinou pohybuje řádově v jednotkách  $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ . Byly sice zjištěny i větší rozdíly mezi výslednými hodnotami při změně snímače síly, konkrétně u vzorku 11 je absolutní rozdíl mezi naměřenými nábojovými koeficienty  $34 \text{ pC}\cdot\text{N}^{-1}$ . Pokud se ovšem podíváme na výsledky měření vzorku 11 při použití snímače Bruel & Kjaer 8200 v jiných měřeních, konkrétně v kapitole 6.2, je možné dojít k závěru, že naměřená hodnota  $725 \text{ pC}\cdot\text{N}^{-1}$  uvedená v tabulce 6.8 v této kapitole byla pravděpodobně ovlivněna vyosením měřicího bodu, což je jev popsáný v kapitole 6.4.

Použitím citlivějšího snímače je tedy možné dosáhnout přesnějších výsledků měření, přičemž ale zpřesnění nedosahuje takové velikosti jako vliv posunutí měřicího bodu na vzorku nebo vliv vyosení měřicího bodu.

Na základě srovnání určených nábojových koeficientů ze systému měření s dynamickým buzení s libovolným snímačem a hodnot získaných pomocí frekvenční metody lze dále dojít k závěru, že vytvořený systém měření nadhodnocuje nábojový koeficient měřeného piezoelektrického elementu.

## 6.8 Opakovatelnost měření systému se skokovou změnou síly

Měření pro určení opakovatelnosti měření systému se skokovou změnou síly jsou provedena na stejném principu jako tomu bylo v měřeních popsanych v kapitole 6.1. Měření tedy byla opět provedena v rychlém časovém sledu bez přemísťování vzorků a bez změn nastavení měření. Výsledná nejistota typu A určená pomocí vzorce (6.2) nemá za cíl stanovit celkovou chybu systému, nýbrž zda systém měření při stejných podmínkách podává stejné výsledky.

Pro některé vzorky nebylo měření provedeno z důvodu jejich rozměrů. Jedná se o vzorky 2,3,12 a 17, jejichž průměry jsou buď příliš malé, nebo příliš velké, kvůli čemuž docházelo k padání vzorků při měření z konstrukce měřicího systému.

Výsledky jsou rozděleny do dvou následujících tabulek. V první tabulce 6.9 jsou výsledky měření provedených na vzorcích, které při měření díky svým rozměrům nevyčnivaly mimo měřicí spodní elektrodu zobrazenou na obrázku 5.5. V druhé tabulce 6.10 jsou uvedeny výsledky měření vzorků, které při měření vyčnivaly mimo spodní elektrodu. Zmíněná spodní elektroda má průměr 14 mm.

Tabulka 6.9 Výsledky měření systému se skokovou změnou síly s ohledem na opakovatelnost vzorků menších než elektroda

index vzorku	$d_{33}$ [ $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ ]					$u_A(d_{33})$ [ $\text{pC}\cdot\text{N}^{-1}$ ]
	měření 1	měření 2	měření 3	měření 4	měření 5	
1	272	273	277	277	278	2
4	390	393	396	398	396	2
5	442	434	428	427	427	4
6	468	477	477	479	475	3
11	755	760	762	760	760	2
13	237	230	236	234	233	2
14	277	282	280	281	278	1
15	456	459	456	461	462	2
16	361	358	359	360	357	1

Tabulka 6.10 Výsledky měření systému se skokovou změnou síly s ohledem na opakovatelnost vzorků větších než elektroda

index vzorku	$d_{33}$ [pC·N <sup>-1</sup> ]					$u_A(d_{33})$ [pC·N <sup>-1</sup> ]
	měření 1	měření 2	měření 3	měření 4	měření 5	
7	492	479	486	484	479	4
8	490	490	444	474	475	12
9	462	437	447	450	470	8
10	725	780	777	758	733	16
17	370	365	366	375	382	5

Z tabulek 6.9 a 6.10 je patrné, že vytvořený systém se skokovou změnou síly nedosahuje dobré opakovatelnosti měření. V případě vzorků, které nevyčnívají při měření mimo spodní elektrodu systému se nejistoty typu A pohybují řádově v jednotkách pC·N<sup>-1</sup>. V případě vzorků vyčnívajících mimo elektrodu dosahují nejistoty typu A vyšších hodnot. Nejvýraznější je výsledná nejistota pro vzorek s indexem 8, který má tvar disku o rozměrech  $\varnothing 18 \times 2$  mm, a pro vzorek s indexem 10, který má tvar tenkého plátku o rozměrech  $25 \times 5 \times 0,5$  mm.

Na základě výsledků je určeno, že měření vytvořeným systémem se skokovou změnou síly v momentálním stavu má smysl pouze pro vzorky, které je možné plně položit na vytvořenou elektrodu a které z ní nevyčnívají.

Pro měření nábojového koeficientu jiných vzorků je třeba vytvoření odpovídající spodní elektrody, případě vytvoření specifického držáku, který by držel piezoelektrický materiál během měření. Tyto vzorky jsou pravděpodobněji náchylnější na vliv šumu, jehož zdroj je popsán v kapitole 5.3.1. Dále u těchto vzorků může docházet k pohybu po nadzvednutí závaží vlivem jejich váhy. Tento jev výrazně nastával příkladem u vzorku s indexem 17, který má tvar prstence, kdy při měření docházelo k jeho viditelnému pohybu při nadzvedávání a pokládání zatěžovacího tělesa. Naměřené hodnoty nábojového koeficientu pro tento konkrétní vzorek sice nedosahují výrazně vyšší nejistoty typu A, ovšem pohybují se řádově o vyšší desítky pC·N<sup>-1</sup> níže než výsledky získané systémem s dynamickým buzením.

## 6.9 Vliv orientace vzorku u systému se skokovou změnou síly

Měření pro určení opakovatelnosti měření systému se skokovou změnou síly jsou provedena na stejném principu jako tomu bylo v měřeních popsaných v kapitole 6.2. Jedná se o měření při dvou způsobech položení vzorku do měřící konstrukce s ohledem na směr jejich polarizace, tedy zda směr polarizace vzorku směřuje ke spodní nebo horní elektrodě. Měření byla provedena pouze na vzorcích, které zásadně nevyčnívají mimo spodní elektrodu.

Tabulka 6.11 Výsledky měření systému s dynamickým buzením s ohledem na orientaci vzorku

index vzorku	$d_{33}$ [pC·N <sup>-1</sup> ]		$\Delta_{ABS}$ [pC·N <sup>-1</sup> ]
	směr 1	směr 2	
1	280	285	5
4	405	411	6
5	429	434	5
6	448	457	9
7	457	456	1
11	755	756	1
13	237	238	1
14	240	254	14
15	472	481	9

Z výsledků měření uvedených v tabulce 6.11 je patrné, že orientace vzorku nemá zásadní vliv na výsledky měření, což je stejný závěr jako u měření zkoumající vliv orientace vzorku se systémem s dynamickým buzením. Absolutní odchylky mezi měřeními při otočení vzorku se pohybují řádově v jednotkách pC·N<sup>-1</sup>. Největší absolutní odchylka 14 pC·N<sup>-1</sup> byla určena u vzorku 14, který má tvar disku s rozměry  $\varnothing 6 \times 1$  mm. S přihlédnutím na možnost posunutí měřicího bodu a na opakovatelnost systému měření se skokovou změnou síly se ovšem nejedná o zásadně velkou hodnotu.

Systém měření se skokovou změnou síly nabízí výhodu jednoduchého rozpoznání směru polarizace měřeného vzorku na základě výsledných průběhů náboje. Při stanovení směru polarizace je důležitý fakt, že dochází v průběhu měření dochází k nadzvednutí zátěže ze vzorku. V případě položení vzorku do konstrukce měřicího systému tak, že směr polarizace směřuje k horní elektrodě, dochází při měření ke generaci negativního náboje.

## 6.10 Vliv tvaru hrotu u systému se skokovou změnou síly

Následující měření byla provedena s ohledem na zkoumání vlivu tvaru hrotu zatěžovacího tělesa. Během měření se vzorky nebylo manipulováno, docházelo pouze k výměně hrotu, které jsou připojeny k závaží pomocí závitu. Jednotlivé použité hroty jsou ukázány na následujícím obrázku 6.6. Dotyková část hrotu číslo jedna je kulička uložena uvnitř hrotu, hrot číslo dva má tvar komolého kužele s velkou plochou horní podstavou, hrot číslo tři má tvar komolého kužele s malou plochou horní podstavou.



Obrázek 6.6 Tvary hrotů a jejich indexy

V následující tabulce 6.12 jsou uvedeny výsledky jednotlivých měření. Jako referenční hodnoty jsou uvedeny průměry výsledků měření uvedených v kapitole 6.1 získané pomocí měřicího systému s dynamickým buzením.

Tabulka 6.12 Výsledky měření systému s dynamickým buzením s různými hroty na zatěžovacím tělese

index vzorku	$d_{33}$ [pC·N <sup>-1</sup> ]				$\delta_r$ [%]		
	hrot 1	hrot 2	hrot 3	referenční hodnota	hrot 1	hrot 2	hrot 3
1	280	288	277	262	6,4	9,0	5,4
4	405	407	410	397	2,0	2,5	3,2
5	429	426	432	439	-2,3	-3,1	-1,6
6	448	467	471	432	3,6	7,5	8,3
7	457	419	389	434	5,0	-3,6	-11,6
11	755	781	764	725	4,0	7,2	5,1
13	237	276	242	243	-2,5	12,0	-0,4
14	240	223	238	244	-1,7	-9,4	-2,5
15	472	498	481	474	-0,4	4,8	1,5

Na základě výsledků měření uvedených v tabulce 6.12 lze konstatovat, že tvar hrotu má podstatný vliv na výsledky měření. Z použitých hrotů měly nejmenší relativní odchylky od referenčních hodnot měření s hrotem 1. Největší relativní odchylka u měření s tímto hrotem byla určena jako 6,4 %. Pro měření s hrotem 3 byly stanoveny relativní odchylky řádově v jednotkách procent kromě měření na vzorku 7, který má tvar disku o rozměrech  $\varnothing 16 \times 2$  mm. Největší relativní odchylky byly určeny pro měření s hrotem 2, přičemž pro pět z devíti vzorků dosahovaly relativní odchylky větších hodnot, než je největší relativní odchylka měření s hrotem 1.

Důvodem větších nepřesností u měření s hrotem 2 je nejpravděpodobněji jeho tvar. Pokud nejsou plochy horní stěny měřeného piezoelektrického elementu a spodní strany hrotu dokonale rovnoběžné, při měření pravděpodobně dochází ke změnám dotekové plochy mezi jednotlivými měřeními.

## 6.11 Zhodnocení vytvořených systémů

V následující tabulce 6.13 jsou vzájemně srovnány vytvořené systémy měření piezoelektrické nábojové konstanty.

Tabulka 6.13 Srovnání vytvořených systémů měření

	systém měření s dynamickým buzením	systém měření se skokovou změnou síly
opakovatelnost	lepší	horší
odolnost vůči rušení	větší	menší
omezení rozměrů měřených vzorků	nekorektní měření příliš těžkých vzorků které není možné uchopit ve středu symetrie (prstenců)	bez omezení pouze při přizpůsobení rozměrů spodní elektrody a použití držáků
reprodukovatelnost	špatná	špatná
složitost z pohledu požadovaného laboratorního vybavení	složité systém	jednoduchý systém
možnost špatného uchycení vzorku mezi elektrodami	ano	ne
možnost špatného výpočtu na základě správných dat	ne	ano

Vytvořený systém s dynamickým buzením dosahuje podstatně nižších hodnot nejistoty typu A při opakovaných měřeních, přičemž hodnoty nejistoty se pohybují maximálně do  $1 \text{ pC}\cdot\text{N}^{-1}$ , což je obecně maximální rozlišitelnost pro stanovování nábojového koeficientu piezoelektrického materiálu. Dále je tento systém netečný vůči okolnímu rušení či rušení ze sítě. Podmínka netečnosti vůči rušení je, že rušící signály nesmí mít frekvenci blízkou 110 Hz. Pokud je tato podmínka splněna, není třeba zařizovat stínění měřeného vzorku. Měřicí systém s dynamickým buzením nemůže měřit vzorky libovolných rozměrů. Problémem jsou příliš těžké piezoelektrické vzorky, které není možné uchytit uprostřed, tedy prstence. Tyto vzorky se při uchycení na jejich krajích

mohou vlivem své váhy naklonit, což vede ke zvětšení nepřesnosti měření. Váha může mít vliv i u vzorků s jinými tvary, kdy při umístění měřicího bodu jinam než do středu vzorku může opět dojít k naklonění měřeného piezoelektrického elementu. Systém s dynamickým buzením se též ukázal jako uživatelsky náročný z hlediska umístění měřeného vzorku mezi elektrody. V případě nesprávného umístění vzorku mezi elektrody se může projevit vliv vyosení měřicího bodu, viz kapitola 6.4. Dále se prokázala špatná reprodukovatelnost měření tímto systémem, ovšem ta je spíše dána bodovou závislostí nábojového koeficientu a nejedná se o chybu systému měření. Vytvořený systém měření klade velké požadavky na dostupné laboratorní vybavení.

Systém měření se skokovou změnou síly dosahuje mnohem horší opakovatelnosti měření, což je dáno jeho citlivostí na okolní rušení, které nelze potlačit v rámci předzpracování signálů nebo v rámci finálního výpočtu. Nejvhodnějším řešením se jeví zvýšení provedených počtů měření pro průměrování měřených signálů, čímž ale dochází k prodlužování doby chodu systému. Výhodou systému je možnost měření vzorků s libovolnými tvary a rozměry, musí ovšem dojít k uzpůsobení rozměru dolní elektrody, aby měřený vzorek na ní ležel celou svou plochou. Dále příliš lehké vzorky je vhodné uchytit, aby nedocházelo k jejich posunům na elektrodě. Pokud jsou tyto podmínky splněny, správné usazení vzorku do měřicí konstrukce je jednoduché a nepodléhá žádným nežádoucím jevům. Z pohledu reprodukovatelnosti je tento systém měření totožný se systémem měření s dynamickým buzením. Dále se tento systém měření vyznačuje malými požadavky na dostupné laboratorní vybavení, kdy část vybavení by ani nebyla třeba, pokud by nadzvedávání zatěžovacího tělesa neprobíhalo automaticky, ale ručně. Zásadní nevýhodou vytvořeného systému je možnost určení nekorektních hodnot nábojového koeficientu na základě správných dat. To je důsledek použitého způsobu výpočtu vycházejícího z průměrování krátkých časových úseků signálu, které obsahují skok v zatížení. V případě chybného stanovení času skoku tedy do průměrování mohou vstoupit úseky signálů bez skoku v zatížení, čímž jsou výsledné průběhy použité pro výpočet zkresleny.

Výsledky měření systému s dynamickým buzením je možné zpřesnit použitím citlivějšího snímače a dále odstraněním vlivu vyosení měřicího bodu. Tento vliv je možné odstranit vytvořením speciální konstrukce zajišťující předepnutí síly, která by měla přesně určené umístění vibračního stolku a dále takové rameno pro předepnutí síly, které by nemohlo rotovat v ose Z, pouze se po ní pohybovat nahoru či dolů.

Systém měření se skokovou změnou síly v momentální podobě má dva velké zdroje nepřesností. Prvním zdrojem je absence stínění. Druhým zdrojem je pouze jedna vytvořená univerzální spodní elektroda a zároveň absence držáku pro zamezení pohybu vzorku při měření. Systém měření má pravděpodobně i další zdroje nepřesností, které se ale výrazně méně projevují ve výsledných nábojových koeficientech.

## 7. ZÁVĚR

Diplomová práce je zaměřena na studium piezoelektrického jevu, konkrétně piezoelektrického nábojového koeficientu. V teoretické části je rozebrána základní teorie piezoelektrického jevu, dále jsou popsány základní koeficienty materiálů vykazující piezoelektrické vlastnosti. Nejzásadnějším prvkem teoretické části je rozbor metod měření piezoelektrického nábojového koeficientu na základě příslušných mezinárodních norem. Práce se v praktické části zaměřuje na kvazistatickou metodu, kdy je měřena elektrická odezva materiálu při mechanickém zatěžování materiálu vnější silou, ovšem popsána je i frekvenční metoda a metoda založená na měření mechanické odezvy materiálu na přiložené elektrické napětí.

V rámci praktické části diplomové práce byly vytvořeny dva systémy přímého měření nábojového koeficientu, které vychází z kvazistatické metody. Systémy se od sebe odlišují způsobem mechanického zatěžování piezoelektrického materiálu, kdy první systém na materiál působí dynamickým signálem síly a druhý systém generuje jednorázovou změnu mechanického zatížení přes skokové odlehčení materiálu. Oba systémy jsou ovládány aplikacemi v programovém prostředí LabVIEW, přičemž měření je automatizované a kromě nastavení a spuštění nevyžadují zásah uživatele.

Na sadě vzorků z tvrdé a měkké piezoelektrické keramiky byly zkoumány opakovatelnosti měření obou vytvořených systémů, přičemž dále byly provedeny měření pro stanovení různých vlivů na výsledné hodnoty piezoelektrického nábojového koeficientu, čemuž je věnována celá kapitola 6. Pro systém s dynamickým zatěžováním je zkoumán vliv orientace vzorku, způsobu uzemnění elektrod, umístění měřícího bodu, stínění, citlivějšího snímače síly a možnost měření malých nábojových koeficientů. Dále je identifikován a zkoumán jev nazvaný vyosení měřícího bodu. Pro systém se skokovým odlehčením je zkoumán vliv orientace vzorku a tvaru hrotu zatěžovacího tělesa.

V poslední kapitole 6.11 jsou vytvořené systémy vzájemně srovnány, popsány jejich přednosti a nevýhody a dále jsou rozebrány možné způsoby zvýšení přesnosti měření obou systémů. Jako jeden ze zásadních rozdílů je určena opakovatelnost měření, kdy systém s dynamickým buzením udává stabilnější výsledky. Dalším hlavním rozdílem je hardwarová jednoduchost systému s jednorázovým odlehčením testovaného vzorku.

Výsledkem diplomové práce je realizace zapojení pro oba systémy, vytvoření softwaru, určení zásadních vlivů na výsledky měření a dále stanovení doporučení pro zlepšení přesnosti výsledných hodnot piezoelektrického nábojového koeficientu. Například u systému s dynamickým buzením se prokázal výrazný vliv použitého snímače síly a použitím citlivějšího snímače je tedy možné výrazně ovlivnit přesnost měření.

## LITERATURA

- [1] *Piezoelectric ceramics: principles and applications*. Mackeyvill: APC International, 2002. ISBN 09-718-7440-9.
- [2] WAANDERS, J.W. *Piezoelectric Ceramics: Properties and Applications*. 1. Eindhoven: Philips Components, 1991, 91 s. OCLC: 45085184.
- [3] WANG, Wenjie, Yi JIANG a Peter THOMAS. Structural Design and Physical Mechanism of Axial and Radial Sandwich Resonators with Piezoelectric Ceramics: A Review. *Sensors* [online]. 2021, **21**(4) [cit. 2021-10-31]. ISSN 1424-8220. Dostupné z: doi:10.3390/s21041112
- [4] TAKENAKA, Tadashi a Hajime NAGATA. Current status and prospects of lead-free piezoelectric ceramics. *Journal of the European Ceramic Society* [online]. 2005, **25**(12), 2693-2700 [cit. 2022-04-25]. ISSN 09552219. Dostupné z: doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2005.03.125
- [5] *IEEE Standard on Piezoelectricity*. IEE Standart 176-1987. New York, USA: The Institute of Electrical and Electronics Engineers, Inc, 1988.
- [6] IEC 60483:1976. *International Standart: Guide to dynamic measurements of piezoelectric ceramics with high electromechanical coupling*. 1. Geneva: International Electrotechnical Commission, 1976.
- [7] EN 50324-2. *Piezoelectric properties of ceramic materials and components - Part 2: Methods of measurement*. Brusel: CENELEC, 2002.
- [8] HUANG, Zhaorong, Qi ZHANG, Silvana CORKOVIC, Robert DOREY a Roger WHATMORE. Comparative Measurements of Piezoelectric Coefficient of PZT Films by Berlincourt, Interferometer, and Vibrometer Methods. *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control* [online]. 2006, **53**(12), 2490-2523 [cit. 2021-10-10]. ISSN 0885-3010. Dostupné z: doi:10.1109/TUFFC.2006.175
- [9] RUAN, Jinyu J., Robert A. LOCKHART, Pattanaphong JANPHUANG, Andres Vasquez QUINTERO, Danick BRIAND a Nico DE ROOIJ. An Automatic Test Bench for Complete Characterization of Vibration-Energy Harvesters. *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement* [online]. 2013, **62**(11), 2966-2973 [cit. 2022-04-25]. ISSN 0018-9456. Dostupné z: doi:10.1109/TIM.2013.2265452
- [10] FIALKA, Jiri a Petr BENES. Comparison of Methods for the Measurement of Piezoelectric Coefficients. *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement* [online]. 2013, **62**(5), 1047-1057 [cit.

2022-04-25]. ISSN 0018-9456. Dostupné z:  
doi:10.1109/TIM.2012.2234576

- [11] LI, Fei, Zhuo XU, Xiaoyong WEI a Xi YAO. Determination of temperature dependence of piezoelectric coefficients matrix of lead zirconate titanate ceramics by quasi-static and resonance method. *Journal of Physics D: Applied Physics* [online]. 2009, **42**(9) [cit. 2021-12-26]. ISSN 0022-3727. Dostupné z: doi:10.1088/0022-3727/42/9/095417
- [12] LI, Fei, Zhuo XU, XiaoYong WEI a Xi YAO. Temperature- and dc bias field- dependent piezoelectric effect of soft and hard lead zirconate titanate ceramics. *Journal of Electroceramics* [online]. 2010, **24**(4), 294-299 [cit. 2021-12-26]. ISSN 1385-3449. Dostupné z: doi:10.1007/s10832-009-9571-1
- [13] STEWART, Mark, Will BATTRICK a Markys CAIN. *Measurement Good Practice Guide No. 44: Measuring Piezoelectric d33 coefficients using the Direct Method* [online]. Teddington, Middlesex, United Kingdom: National Physical Laboratory, 2001 [cit. 2021-12-27]. ISSN 1368-6550. Dostupné z: <https://eprintspublications.npl.co.uk/2768/1/mgpg44.pdf>
- [14] GUO, Qing, G. CAO a I. SHEN. Measurements of Piezoelectric Coefficient d33 of Lead Zirconate Titanate Thin Films Using a Mini Force Hammer. *Journal of Vibration and Acoustics* [online]. 2013, **135**(1) [cit. 2021-10-24]. ISSN 1048-9002. Dostupné z: doi:10.1115/1.4006881
- [15] *OPERATING GUIDE For Model ZJ-3C d33 Meter*. Beijing, P.R. China: Institute of Acoustics, Chinese academy of Sciences.
- [16] ERHART, Jiří a Lidmila BURIANOVÁ. What is really measured on a d33-meter?. *Journal of the European Ceramic Society* [online]. 2001, **21**(10-11), 1413-1415 [cit. 2021-10-18]. ISSN 09552219. Dostupné z: doi:doi:10.1016/S0955-2219(01)00030-9
- [17] KUNZ, Jan, Jiri FIALKA, Stanislav PIKULA, Petr BENES, Jakub KREJCI, Stanislav KLUSACEK a Zdenek HAVRANEK. A New Method to Perform Direct Efficiency Measurement and Power Flow Analysis in Vibration Energy Harvesters. *Sensors* [online]. 2021, **21**(7) [cit. 2021-12-27]. ISSN 1424-8220. Dostupné z: doi:10.3390/s21072388
- [18] MENTLÍK, Václav. *Dielektrické prvky a systémy*. Praha: BEN - technická literatura, 2006. ISBN 80-730-0189-6.

# SEZNAM PŘÍLOH

PŘÍLOHA A - CD.....	71
---------------------	----

## **Příloha A - CD**

Obsah CD:

- DP2022\_Kasperek.pdf
- DP2022\_Kasperek\_P1\_quasistatic\_harmonic\_method
- DP2022\_Kasperek\_P2\_quasistatic\_impulse\_method
- DP2022\_Kasperek\_P3\_vzorova\_data
- DP2022\_Kasperek\_P4\_Navod\_instalace\_harmonicka\_kvazistaticka\_metoda.pdf
- DP2022\_Kasperek\_P5\_Uzivatelsky\_manual\_harmocnika\_kvazistaticka\_metoda.pdf
- DP2022\_Kasperek\_P6\_Uzivatelsky\_manual\_impulzni\_kvazistaticka\_metoda.pdf