VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ
ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION
DEPARTMENT OF ELECTRICAL AND ELECTRONIC TECHNOLOGY

PŘESNOST MĚŘENÍ ELEKTRICKÝCH VELIČIN

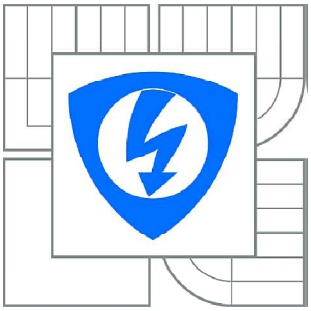
MEASUREMENT ACCURACY OF ELECTRICAL QUANTITIES

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE
BACHELOR´S THESIS

AUTOR PRÁCE — STANISLAV POJER
AUTHOR

VEDOUCÍ PRÁCE — Ing. ZDENKA ROZSÍVALOVÁ
SUPERVISOR

BRNO 2010



VYSOKÉ UCENÍ
TECHNICKÉ V BRNE

Fakulta elektrotechniky
a komunikačních technologií

Ústav elektrotechnologie

Bakalářská práce

bakalářský studijní obor
Mikroelektronika a technologie

Student: Stanislav Pojer ***ID:*** 106903
Ročník: 3 ***Akademický rok:*** 2009/2010

NÁZEV TÉMATU:

Přesnost měření elektrických veličin

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Seznamte se s přístrojovým vybavením ústavu elektrotechnologie pro stejnosměrná měření elektrických veličin izolačních materiálu. Popište možné způsoby vyjadřování přesnosti měření fyzikálních veličin. Na vybraných vzorcích elektroizolačních materiálů proměřte absorpční charakteristiky a vyhodnoťte je s ohledem na přesnost použitého zařízení. Pozornost věnujte vlivu nastavení parametru měřicího systému.

DOPORUCENÁ LITERATURA:

Podle pokynu vedoucího práce.

Termín zadání: 8.2.2010 ***Termín odevzdání:*** 3.6.2010
Vedoucí práce: Ing. Zdenka Rozsívalová

prof. Ing. Radimír Vrba, CSc.
Predseda oborové rady

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

Abstrakt:

V této bakalářské práci se seznámíme s přístrojovým vybavením ústavu elektrotechnologie pro stejnosměrná měření elektrických veličin izolačních materiálů.

Dále jsou popsány možné způsoby vyjadřování přesnosti měření fyzikálních veličin. Pro vybrané vzorky jsou proměřeny absorpční charakteristiky a určeny nejistoty vzniklé při měření elktrometrem Keithley 6517A a megaohmmetrem Agilent 4339B.

Abstract:

In this work, we introduce the Institute of Electrical instrumentation for direct measurement of electrical parameters of insulating materials.

The following describes the possible ways of expressing the accuracy of measurement of physical quantities. Selected samples for measurement of the absorption characteristics are determined and the uncertainty arising from measurement of elktrometer Keithley 6517 and Agilent 4339B megaohmmeter.

Klíčová slova:

Keithley, Agilent, nejistota měření , chyba měření, elektrické měření, izolační materiál, přesnost měření

Keywords:

Keithley, Agilent, the measurement uncertainty, measurement error, measurement of electrical, insulation, measurement accuracy

Bibliografická citace

POJER, S. *Přesnost měření elektrických veličin.* Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2010. 50 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Zdenka Rozsívalová.

Prohlášení autora o původnosti díla:

Prohlašuji, že jsem tuto vysokoškolskou kvalifikační práci vypracoval samostatně pod vedením vedoucího bakalářské práce, s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury. Jako autor uvedené diplomové práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této bakalářské 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 § 152 trestního zákona č. 140/1961 Sb.

V Brně dne 3. června 2010 ..... podpis autora

Poděkování:

Děkuji vedoucí diplomové práce Ing. Zdence Rozsívalové za metodické a cíleně orientované vedení při plnění úkolů realizovaných v průběhu zpracovávání bakalářské práce.

V Brně dne 3. června 2010 ..... podpis autora

Obsah

Úvod 8
1 Teoretická část 9
1.1 Chyby a nejistoty v měření 9
1.1.2 Chyby měření 9
1.2 Nejistoty měření 11
1.2.1 Nejistota typu A 11
1.2.2 Nejistota typu B 12
1.2.3 Kombinovaná nejistota 13
1.2.4 Rozšířená nejistota 13
1.3 Stejnosměrná měření 14
1.3.1 Měřený vzorek 15
1.4 Přístroje 16
1.4.1 Tříelektrodový rovinný měřicí systém 16
1.4.2 Postup měření na elektrometru Keithley 6517A 17
1.4.3 Postup měření na megaohmmetru Agilent 4339B 20
1.5 Určování chyb a nejistot: 21
1.5.1 Určování chyb a nejistot při měření elektrometrem Keithley 6517A 22
1.5.2 Určování chyb a nejistot při měření megaohmmetrem Agilent 4339B 24
2 Praktická část 25
2.1 Výsledky měření 25
2.1.1 Grafické znázornění výsledků 27
2.2 Vyhodnocení experimentu a porovnání výsledků měření 37
3 Závěr 38
4 Použitá literatura 39
5 Seznam veličin 40
6 Přílohy 41

Úvod

Při měření v praxi je potřeba řešit spoustu vlivů a podmínek, které mohou ovlivnit výsledek měření. Žádný měřicí přístroj není absolutně přesný, proto v dnešní moderní době již nedostačuje vyhodnocování nepřesností přístrojů pouze pomocí chyb měření. Proto přichází nová metoda vyhodnocování, která se označuje jako nejistota měření.

V této práci se budeme zabývat, stejnosměrným měřením vybraných izolačních materiálů, zaměříme se na absorpční charakteristiky. Výsledky budeme pak vyjadřovat pomocí této nové metody nejistot měření.

1 Teoretická část

1.1 Chyby a nejistoty v měření

Pojem nejistota měření se k nám dostal poměrně v nedávné době, přibližně okolo roku 1990. Za vrcholový dokument je považována směrnice Guide to Expression of the Uncertainty of Measurement vydána metrologickými orgány v roce 1993. Od té doby nejistota postupně nahrazuje pojem chyby měření, který byl do té doby při vyhodnocování výsledků používán. Dnes je již výsledek bez uvedené nejistoty měření považován za takřka nedostačující.

1.1.2 Chyby měření

Dříve než začneme stanovovat přímo nejistoty měření, popíšeme si stále používané chyby měření. Absolutní chyba je podle vztahu (1) definována jako rozdíl mezi naměřenou hodnotou a hodnotou správnou, ta je dána například výpočtem. Absolutní chyba se udává v jednotkách měřené veličiny. Dále se používá pojem relativní chyba, která je dána podílem absolutní chyby a naměřené hodnoty podle vztahu (2) a je bezrozměrná.

$$\Delta_x = x_\mathrm{m} - x_\mathrm{s}\,, \tag{1}$$

kde Δ_x je absolutní chyba, x_m je naměřená hodnota a x_s je správná hodnota .

$$\delta_\mathrm{x} = \frac{\Delta_\mathrm{x}}{x_s} = \frac{x_\mathrm{m} - x_\mathrm{s}}{x_\mathrm{s}}\,, \tag{2}$$

kde je δ_x je relativní chyba.

Výsledek určený z více měření je reprezentován aritmetickým průměrem $\bar{x}$ a je určen vzorcem:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} x_{\mathrm{i}} \,, \tag{3}$$

kde n je počet měření a x_{i} je hodnota pro dané měření.

Chyby se dále dělí na chyby náhodné a systematické. Náhodná chyba je nejčastěji reprezentována směrodatnou odchylkou výběrového souboru s

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} \Delta_{\mathrm{xi}}^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (x_{\mathrm{i}} - \bar{x})^2}{n-1}} \tag{4}$$

nebo směrodatnou odchylkou aritmetického průměru $s_{\bar{\mathrm{x}}}$

$$s_{\bar{\mathrm{x}}} = \frac{s}{\sqrt{n}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (x_{\mathrm{i}} - \bar{x})^2}{n(n-1)}} \,. \tag{5}$$

1.2 Nejistoty měření

Nejistota měření je parametr přidružený k výsledku měření a určuje rozsah hodnot, ve kterém se může daný výsledek pohybovat. Standardně se nejistota skládá z více složek, které mají na výsledek největší vliv. Základem pro správné určení nejistoty je znalost metody měření a schopnost rozhodnout, které vlivy budou výsledek ovlivňovat nejvíce. Podle základního způsobu určení se nejistoty dělí na nejistotu typu A a typu B. V praxi se však nespokojíme pouze s jedním nebo druhým typem nejistoty, proto se zavádí nejistoty kombinované a rozšířené.

1.2.1 Nejistota typu A

Tato nejistota se určuje z výsledků opakovaných měření statistickým vyhodnocením. Standartě se označuje u_{A}. Mírou nejistoty typu A je směrodatná odchylka výběrového průměru. Výběrového proto, že se jedná o určitý výběr hodnot z nekonečného množství hodnot, kterého by mohla veličina nabývat. Tato odchylka je dána vztahem

$$u_{\mathrm{A}} = s_{\bar{\mathrm{x}}} = \frac{s}{\sqrt{n}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(x_{\mathrm{i}} - \bar{x})^2}{n(n-1)}} \tag{6}$$

Pokud je počet měření $n < 10$, pak se nejistota násobí koeficientem počtu měření k_s podle tabulky 1.

$$u_{\mathrm{A}} = k_{\mathrm{s}}\, s_{\bar{\mathrm{x}}} \tag{7}$$

Tab. 1: Hodnoty koeficientu k_s v závislosti na počtu měření

n	9	8	7	6	5	4	3	2
k_s	1,2	1,2	1,3	1,3	1,4	1,7	2,3	7

1.2.2 Nejistota typu B

K vyhodnocení této nejistoty je zapotřebí získat všechny dostupné informace, mezi které se nejčastěji řadí:

- zkušenosti z předchozích měření
- údaje výrobce měřicí techniky
- údaje získané z příruček a certifikátů
- vlivy okolního prostředí.

Standardní nejistota typu B se skládá z dílčích nejistot různých zdrojů u_{Bj} a ty jsou dány vztahem

$$u_{Bj} = \frac{z_{\mathrm{j\,max}}}{k} \tag{8}$$

kde $z_{\mathrm{j\,max}}$ je maximální hodnota dané odchylky a k je hodnota součinitele odpovídající použitému rozdělení, nejčastěji se používá k = 2 nebo 3 pro normální rozdělení, $k = \sqrt{3}$ pro pravoúhlé rozdělení.

Jsou- li známy hodnoty standardních nejistot u_{Bj}, lze nejistotu typu B vypočítat podle vztahu:

$$u_B = \sqrt{\sum_{j=1}^{p} u_{\mathrm{Bj}}^2} \tag{9}$$

kde u_{Bj} jsou nejistoty různých zdrojů.

1.2.3 Kombinovaná nejistota

Jedná se o geometrický součet standardní nejistoty typu A a standardní nejistoty typu B. Tato nejistota se označuje u_c a je dána vztahem

$$u_c = \sqrt{u_A^2 + u_B^2} \tag{10}$$

1.2.4 Rozšířená nejistota

Tam, kde nedostačuje standardní kombinovaná nejistota, je nutno použít rozšířené nejistoty, která se označuje *U*. Kombinovaná nejistota totiž určuje hodnotu měřené veličiny pouze s pravděpodobností pokrytí 68 %, což je většinou nedostačující. Rozšířenou nejistotu dostaneme vynásobením kombinované nejistoty koeficientem rozšíření k_r dle vztahu

$$U = k_\mathrm{r}\, u_\mathrm{c} \tag{11}$$

hodnota k_r je určena typem pravděpodobnostního rozdělení výsledku, $k_\mathrm{r} = 2$ určuje výsledek s pravděpodobností pokrytí 95 % a v praxi je nejčastější. Další hodnoty k_r v závislosti na pravděpodobnosti pokrytí výsledku jsou v tabulce 2.

Tab. 2: Závislost pravděpodobnosti výsledku na koeficientu *k*r

*k*r	1	2	2,58	3
pravděpodobnost	68 %	95 %	99 %	99,70 %

Výsledek měření je tedy prezentován ve tvaru $\bar{x} \pm U$.

1.3 Stejnosměrná měření

Jedná se o měření, pomocí kterých se určuje stav izolačního materiálu, například: vliv navlhnutí, stárnutí nebo teplotního namáhání, na vlastnosti elektroizolačnícho systému. Mezi základní charakteristiky sledující vliv těchto faktorů patří velikost vnitřního odporu R_v a vnitřní reristivity ρ_v.

V našem projektu jsme se zaměřili na měření zjišťování resistivity, ta je rovna poměru intenzity elektrického pole a proudové hustoty uvnitř vzorku. Je rovna odporu přes jeden metr krychlový zkušebního materiálu a vyjadřuje se v Ω m. Vycházíme z absorpčních charakteristik, tj. časových závislostí nabíjecího a vybíjecího proudu.

Vodivost izolačních materiálů je způsobena přítomností volných a slabě vázaných iontů příměsí a nečistot a částečně i iontů vlastní látky, které se mohou za přítomnosti vnějšího elektrického pole pohybovat. Tato vodivost je charakterizována vnitřní konduktivitou, která je závislá na koncentraci volných nosičů náboje a jejich pohyblivosti. Koncentrace i pohyblivost iontů značně rostou s teplotou, to znamená, že i vnitřní rezistivita je závislá na teplotě.

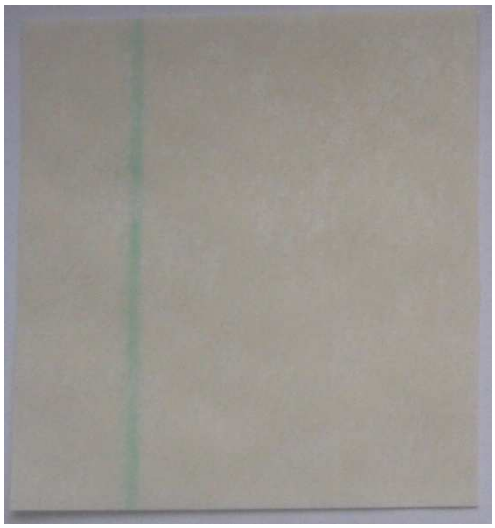
V případě připojení stejnosměrného měřicího napětí na vzorek materiálu vložený v elektrodovém systému začne procházet měřeným izolačním materiálem prudce klesající nabíjecí proud, který je součtem exponenciálně klesajícího proudu, který nabíjí geometrickou kapacitu a klesá téměř okamžitě k nule, dále pak exponenciálně klesajícího absorpčního proudu, který klesá s časovou konstantou odpovídající relaxační době dielektrika taktéž k nule a vodivostního proudu, který na čase prakticky nezávisí a je dán vodivostí izolantu. Hodnota proudu se odečítá po odeznění absorpčního děje nebo po uplynutí dohodnuté doby od připojení testovacího napětí.

Po skončení procesu nabíjeni je zkratována měřicí a napěťová elektroda a je sledován proud opačné polarity. Ten je dán součtem vybíjející se geometrické kapacity a proudu resorpčního, ten má stejný průběh s opačným znaménkem, jako proud absorpční a dochází k vybíjení nahromaděného absorpčního náboje. Vzorek musí být před měřením v elektricky neutrálním stavu.

1.3.1 Měřený vzorek

Měření vnitřních charakteristik jsme prováděli na drou vzorcích. První vzorek byl ISONOM NMN 0881 průměrné tloušťky 0,211 mm a druhý vzorek ISONOM NMN 0967 průměrné tloušťky 0,616 mm.

Jedná se o vícesložkové flexibilní izolační materiály, které se skládají s tenké vrstvy PET filmu, ten je pokryt z obou stran papírem NOMEX. První vzorek patří do tepelné třídy F (155°C) a druhý do třídy H (180°C). Matriál vykazuje vynikající mechanické vlastnosti, jako jsou vysoká pevnost v tahu a vysoká odolnost proti natržení nebo přetržení. To vše je spojeno s vysokou elektrickou pevností. Nejčastější použití těchto materiálů bývá jako drážková a fázová izolace v tepelně přetěžovaných motorech, dále pak jako izolační mezivrstva v transformátorech a jiných elektrických strojích a přístrojích.



Vzorek 1

Vzorek 2

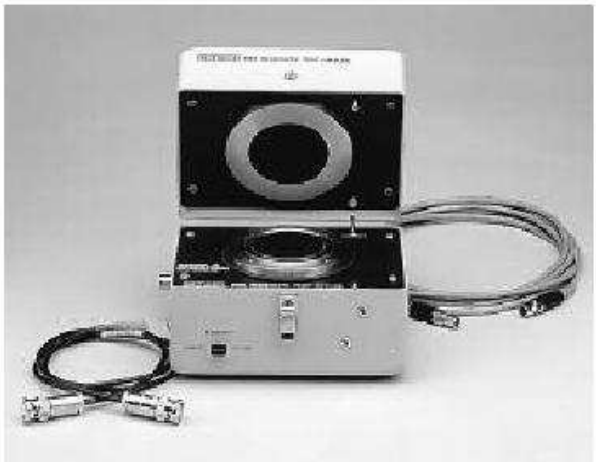
Obr. 1: Měřené vzorky

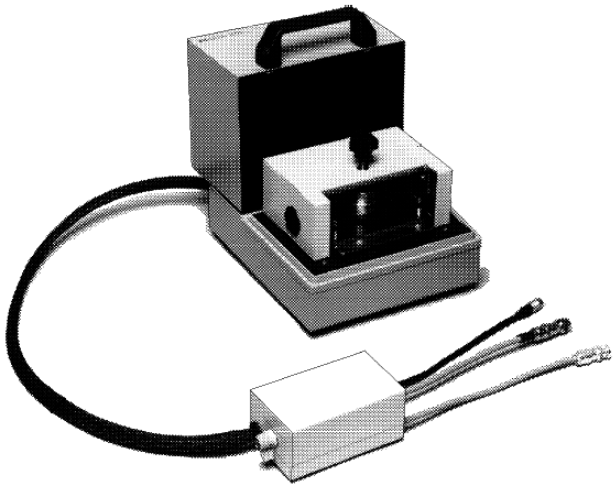
1.4 Přístroje

Z přístrojového vybavení ústavu elektrotechnologie pro oblast dielektrických vlastností matriálů ve stejnosměrném poli, byly vybrány elektrometr Keithley 6517A ve spojení s tříelektrodovým systémem Keithley 8009 a megaohmmetrem Agilent 4339B s tříelektrodovým systémem Agilent 16008B.

1.4.1 Tříelektrodový rovinný měřicí systém

Tříelektrodový rovinný systém se skládá ze dvou kruhových (měřící na napěťové) a jedné prstencové (ochranné) elektrody. Ochranná elektroda snižuje vliv okrajové a zemní kapacity měřicí elektrody a vylučuje vliv povrchového svodu.





Keithley 8009 AGILENT 16008B

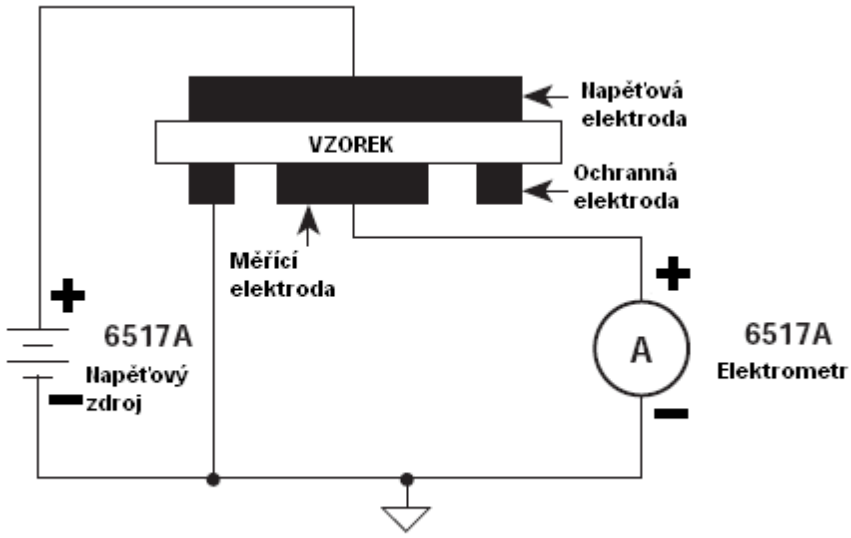
Obr. 2: Elektrodové systémy použité pro měření

1.4.2 Postup měření na elektrometru Keithley 6517A

Obr. 3: Elektrometr Keithley 6517A

Elektrometr Keithley 6517A je velice citlivý přístroj pro měření napětí, proudu, náboje a odporu (povrchového a vnitřního), dále lze sledovat okolní relativní vlhkost a teplotu. Ve spojení s elektrodovým systémem lze měřit vnitřní odpor v rozmezí hodnot od $1 \cdot 10^3$ Ω do $1 \cdot 10^{17}$ Ω. Měřicí přístroj je propojen s počítačem, do něhož se přímo zapisují měřené hodnoty, měření tedy probíhá automaticky. Měření probíhalo pro každý vzorek 5x, vždy jsme ho hodinu nabíjeli a hodinu vybíjeli. První měření jsme z výpočtu vyloučili, sloužilo pouze jako orientační měření, pro zahřátí přístroje a pro ustálení vzorku do elektricky neutrálního stavu.

Metoda měření vnitřního odporu spočívá ve vložení vzorku izolačního materiálu mezi elektrody o určitém elektrickém potenciálu a měření proudu, který vzorkem protéká.



Obr. 4: Schéma zapojení pro měření vnitřního odporu

Nejčastěji se používají hodnoty napětí 100 V, 250 V, 500 V a 1000 V, my jsme použili 500V. Vnitřní odpor se následně dopočítává podle vztahu:

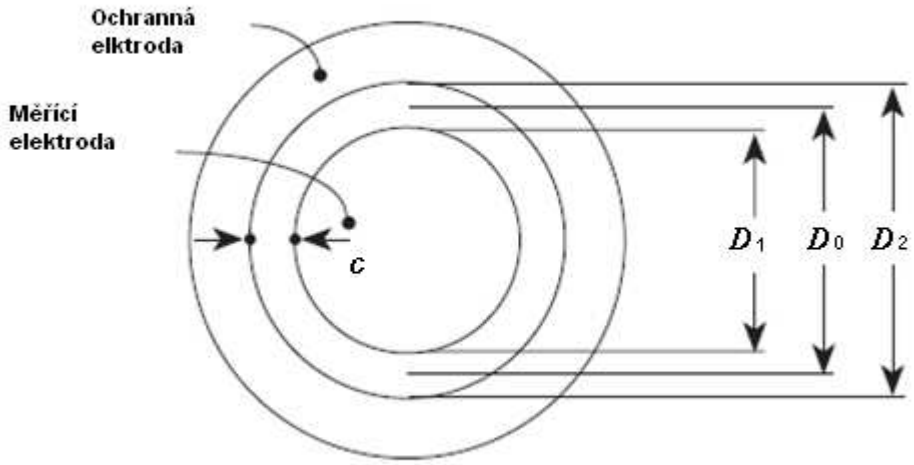
$$R_{\mathrm{v}} = \frac{U}{I} \tag{12}$$

Kde U – zkušební napětí, I – naměřený proud

Vnitřní rezistivita ρ_{v} se vypočítá z rozměrů elektrodového systému vnitřního odporu R_{v} podle vztahu:

$$\rho_{\mathrm{v}} = \mathrm{R_v}\,\frac{S_{\mathrm{ef}}}{h} = \mathrm{R_v}\,\frac{\pi\,D_1^{\,2}}{4h}\,, \tag{13}$$

kde S_{ef} je efektivní plocha elektrody (m^2), D_1 je průměr měřicí elektrody (0,054 m) a h je tloušťka vzorku (m)



Obr. 5: Rozměry a uspořádání elektrod

Příklad výpočtů (pro vzorek 1, h = 0,000211 m, čas měření 1,4 s):

Příklad výpočtu vnitřního odporu:

$$R_{\mathrm{v}} = \frac{U}{I_{\mathrm{nab}}} = \frac{500}{6{,}050E-10} = 8{,}265\cdot 10^{11}\ \Omega$$

Příklad výpočtu vnitřní rezistivity:

$$\rho_{\mathrm{v}} = \mathrm{R_v}\,\frac{\pi\,D_1^{\,2}}{4h} = 8{,}265\cdot 10^{11}\cdot\frac{\pi\ \cdot\ 0{,}054^2}{4\ \cdot\ 0{,}000211} = 1{,}661\cdot 10^{11}\ \Omega$$

1.4.3 Postup měření na megaohmmetru Agilent 4339B

Obr. 6: Megaohmmetr Agilent 4339B

Megaohmmetr Agilent 4339B je velice citlivý přístroj pro měření napětí, proudu, náboje a odporu (povrchového a vnitřního). Společně s elektrodovým systémem tvoří zařízení pro měření vnitřního odporu v rozmezí hodnot od $1 \cdot 10^3$ do $1{,}6 \cdot 10^{16}$ Ω. Přístroj je propojen s počítačem, jehož pomocí jsou přímo zapisovány měřené hodnoty do tabulkového procesoru MS Excel, měření tedy probíhá automaticky. Měření bylo prováděno opět 5x pro každý vzorek, vzorek byl hodinu nabíjen a hodinu vybíjen. První měření jsme z výpočtu vyloučili, sloužilo pouze jako orientační měření, pro zahřátí přístroje a pro ustálení vzorku do elektricky neutrálního stavu.

Metoda měření je stejná jako u elektrometru Keithley 6517A, jediný rozdíl je v jiných rozměrech elektrod, tedy především jiný rozměr měřicí elektrody.

Měření megaohmmetrem Agilent 4339B bylo prováděno na dvou shodných elektrodových systémech, které se lišily rozměry elektrod. První elektrodový systém má průměr měřicí elektrody 0,026 m a druhý 0,050 m.

Příklady výpočtů (pro první elektrodový systém, vzorek 1, h = 0,000211 m, čas měření 1 s):

Příklad výpočtu vnitřního odporu:

$$R_{\mathrm{v}} = \frac{U}{I_{\mathrm{nab}}} = \frac{500}{5{,}098 \cdot 10^{-10}} = 9{,}808 \cdot 10^{11}\ \Omega$$

Příklad výpočtu vnitřní rezistivity:

$$\rho_{\mathrm{v}} = \mathrm{R_v}\,\frac{\pi\, D_1^{\,2}}{4h} = 9{,}808 \cdot 10^{11} \cdot \frac{\pi \cdot 0{,}026^2}{4 \cdot 0{,}000211} = 9{,}492 \cdot 10^{13}\ \Omega$$

Příklady výpočtů (pro druhý elektrodový systém, vzorek 2, h = 0,000616 m, čas měření 1 s):

Příklad výpočtu vnitřního odporu:

$$R_{\mathrm{v}} = \frac{U}{I_{\mathrm{nab}}} = \frac{500}{2{,}782 \cdot 10^{-10}} = 1{,}797 \cdot 10^{12}\ \Omega$$

Příklad výpočtu vnitřní rezistivity:

$$\rho_{\mathrm{v}} = \mathrm{R_v}\,\frac{\pi\, D_1^{\,2}}{4h} = 1{,}797 \cdot 10^{12} \cdot \frac{\pi \cdot 0{,}050^2}{4 \cdot 0{,}000616} = 1{,}146 \cdot 10^{14}\ \Omega$$

1.5 Určování chyb a nejistot:

V manuálech k přístrojům jsou uvedeny tabulky s chybami měření, ze kterých lze následně vypočítat nejistoty pro daná měření. V chybách jsou započítány faktory:

- Korekce délky kabelů
- Teplotní rozsah 23 ± 5° C
- Vlhkost ≤ 70%
- Korekce rušení napětí sítě.

1.5.1 Určování chyb a nejistot při měření elektrometrem Keithley 6517A

V manuálu je uveden přesný postup pro určování chyby při měření proudu v našem případě s automatickým přepínáním rozsahů.

Tab. 3: Tabulka s chybami pro dané proudové rozsahy elektometru Keithley 6517A

Rozsah	5 1⁄2 - DIGIT CHYBA	přesnost pro(18 - 28°C) ±(% hodnoty + CHYBA)
20 pA	100 aA	1 + 30
200 pA	1 fA	1 + 5
2 nA	10 fA	0,2 + 30
20 nA	100 fA	0,2 + 5
200 nA	1 pA	0,2 + 5
2 μA	10 pA	0,1 + 10
20 μA	100 pA	0,1 + 5
200 μA	1 nA	0,1 + 5
2 mA	10 nA	0,1+ 10
20 mA	100 nA	0,1 + 5

Postup výpočtu (pro vzorek 1, čas měření 1,4 s):

Pro nabíjecí proud, určený jako průměrná hodnota ze čtyř měření **I = 6,050E - 10 A**, je měřicí rozsah podle ***tabulky 3*** – **2 nA**, přesnost pro tuto hodnotu s teplotou (**18 - 28)°C** se vypočítá takto:

Odchylka I_{nab} = ± (% hodnoty + chyba)

Odchylka I_{nab} = ± (0,2% z $6{,}050 \cdot 10^{-10}$ A + 30 chyba)

Odchylka I_{nab} = ± ($1{,}210 \cdot 10^{-12}$ A + 30 chyba)

Odchylka I_{nab} = ± ($1{,}210 \cdot 10^{-12} + 3 \cdot 10^{-13}$ A)

Odchylka $\boldsymbol{I_{nab}}$ **= ±(1,510 pA)**

Poznámka: 30 chyba na rozsahu **2 nA** se rovná **300 fA**, dle ***tabulky 3***

Nejistota A:

$$u_{\mathrm{A}} = k_s \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(x_{\mathrm{i}} - \bar{x})^2}{n(n-1)}}$$

$$u_{\mathrm{A}} = 1{,}7 \cdot \sqrt{\frac{((5{,}924 \cdot 10^{-10}) - (6{,}050 \cdot 10^{-10}) + .. + (6{,}220 \cdot 10^{-10}) - (6{,}050 \cdot 10^{-10}))^2}{4(4-1)}}$$

$$u_{\mathrm{A}} = \mathbf{1{,}269 \cdot 10^{-11}\ A}$$

Nejistota B:

$$u_{\mathrm{B}} = \frac{odchylka}{kr} = \frac{1{,}510 \cdot 10^{-12}}{1{,}73} = \mathbf{8.728 \cdot 10^{-13}\ A}$$

Standardní kombinovaná nejistota:

$$u_{\mathrm{c}} = \sqrt{u_{\mathrm{A}}^2 + u_{\mathrm{B}}^2} = \sqrt{(1{,}269 \cdot 10^{-11})^2 + (8.728 \cdot 10^{-13})^2} = \mathbf{1{,}272 \cdot 10^{-11}\ A}$$

Rozšířená nejistota:

$$U = \mathrm{k_r} \cdot \mathrm{u_c} = 2 \cdot 1{,}272 \cdot 10^{-11} = \mathbf{2{,}545 \cdot 10^{-11} A}$$

Po výpočtu nejistot může výsledný měřený proud ležet mezi $\mathbf{5{,}795 \cdot 10^{-10} A}$

a $\mathbf{6{,}304 \cdot 10^{-10}\ A}$.

Výsledek leze zapsat jako: $\boldsymbol{I_{nab}}$ **= 6,050E - 10 ±** $\mathbf{2{,}545 \cdot 10^{-11} A}$**.**

1.5.2 Určování chyb a nejistot při měření megaohmmetrem Agilent 4339B

V manuálu k přístroji je uvedena tabulka přímo s hodnotami nejistot měření pro dané proudové rozsahy. Uvedené nejistoty jsou nejistoty typu B.

Tab. 4: Tabulka s chybami pro dané proudové rozsahy megaohmmetru Agilent 4339B

Proudový rozsah	přesnost pro(18 – 28)°C ± (% hodnoty)
100 pA	$0{,}7 + \left(\frac{6 \cdot 10^{-12}}{I}\right)$
1 nA	$0{,}58 + \left(\frac{3 \cdot 10^{-11}}{I}\right)$
10 nA	$0{,}4 + \left(\frac{2{,}5 \cdot 10^{-10}}{I}\right)$
100 nA	$0{,}37 + \left(\frac{2{,}5 \cdot 10^{-9}}{I}\right)$
1 μA	$0{,}37 + \left(\frac{2{,}5 \cdot 10^{-8}}{I}\right)$

Postup výpočtu (pro první elektrodový sytém, vzorek 1, čas měření 1 s):

Pro nabíjecí proud, určený jako průměrná hodnota ze čtyř měření **$I = 5{,}098 \cdot 10^{-10}$ A**, je měřicí rozsah podle ***tabulky 4*** – **1 nA**, přesnost pro tuto hodnotu s teplotou (**18 - 28)°C** se vypočítá takto:

Odchylka I_{nab} = ± (% hodnoty)

Odchylka I_{nab} $= \pm \left(0{,}58 + \left(\frac{3\ 10 \cdot 10^{-11}}{I}\right)\right) = \pm \left(0{,}58 + \left(\frac{3\ 10 \cdot 10^{-11}}{5{,}098 \cdot 10^{-10}}\right)\right)$

Odchylka $I_{nab} =$ 0,639 % z $5{,}098 \cdot 10^{-10}$ A

Odchylka $\boldsymbol{I_{nab}} =$ **± (3,257 · 10^{-12} A)**

Nejistota A:

$$u_{\mathrm{A}} = k_s \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(x_{\mathrm{i}} - \bar{x})^2}{n(n-1)}}$$

$$u_{\mathrm{A}} = 1{,}7 \cdot \sqrt{\frac{((5{,}148 \cdot 10^{-10}) - (5{,}098 \cdot 10^{-10}) + .. + (4{,}914 \cdot 10^{-10}) - (5{,}098 \cdot 10^{-10}))^2}{4(4-1)}}$$

$$u_{\mathrm{A}} = \mathbf{1{,}107 \cdot 10^{-11}\ A}$$

Nejistota B:

$$u_{\mathrm{B}} = \frac{odchylka}{kr} = \frac{3{,}257 \cdot 10^{-12}}{1{,}73} = \mathbf{1{,}883 \cdot 10^{-12}\ A}$$

Standardní kombinovaná nejistota:

$$u_{\mathrm{c}} = \sqrt{u_{\mathrm{A}}^2 + u_{\mathrm{B}}^2} = \sqrt{(1{,}107 \cdot 10^{-11})^2 + (1{,}883 \cdot 10^{-12})^2} = \mathbf{1{,}123 \cdot 10^{-11}\ A}$$

Rozšířená nejistota:

$$U = \mathrm{k_r} \cdot \mathrm{u_c} = 2 \cdot 1{,}123 \cdot 10^{-11} = \mathbf{2{,}246 \cdot 10^{-11}\ A}$$

Po výpočtu nejistot může výsledný měřený proud ležet mezi $\mathbf{4{,}847 \cdot 10^{-10}\ A}$ a $\mathbf{5{,}323 \cdot 10^{-10}\ A}$.

Výsledek leze zapsat jako: $\boldsymbol{I_{nab}}$ **= 5,098E - 10 ±** $\mathbf{2{,}246 \cdot 10^{-11}\ A}$**.**

2 Praktická část

2.1 Výsledky měření

Pro porovnání naměřených hodnot měřicích přístrojů jsou zde uvedeny tabulky s výpočty nejistot, vnitřního odporu a vnitřní rezistivity v časech 1 s, 60 s a 110 s.

Kompletní tabulky jsou uvedeny na přiloženém CD.

Tab. 5: Hodnoty pro elektrometr Keithley 6517A

(průměr měřicí elektrody D_1 = 0,054 m, vzorek 1 h = 0,000211 m)

Keithley 6517A												
Nabíjení vzorku								Vybíjení vzorku				
t_n (s)	I_{nab} (A)	u_A (A)	u_B (A)	u_c (A)	U (A)	R_v (Ω)	ρv (Ω m)	I_{vyb} (A)	u_A (A)	u_B (A)	u_c (A)	U (A)
1	6.05E-10	1.27E-11	8.73E-13	1.27E-11	2.54E-11	8.27E+11	1.66E+14	-6.27E-10	1.13E-11	-5.52E-13	1.13E-11	2.26E-11
60	3.35E-11	1.64E-13	1.97E-13	2.56E-13	5.12E-13	1.49E+13	3.00E+15	-3.29E-11	1.00E-13	-1.87E-13	2.12E-13	4.25E-13
110	1.80E-11	7.39E-13	2.25E-14	7.39E-13	1.48E-12	2.78E+13	5.60E+15	-1.71E-11	5.32E-13	-9.71E-14	5.40E-13	1.08E-12

Tab. 6: Hodnoty pro megaohmmetr Agilent 4339B

(průměr měřicí elektrody D_1 = 0,026 m, vzorek 1 h = 0,000211 m)

Agilent 4339B												
Nabíjení vzorku								Vybíjení vzorku				
t_n (s)	I_{nab} (A)	u_A (A)	u_B (A)	u_c (A)	U (A)	R_v (Ω)	ρv (Ω m)	I_{vyb} (A)	u_A (A)	u_B (A)	u_c (A)	U (A)
1	5.10E-10	1.11E-11	1.88E-12	1.12E-11	2.25E-11	9.81E+11	9.49E+13	-4.94E-10	1.48E-11	-1.48E-12	1.48E-11	2.97E-11
60	1.98E-11	3.70E-13	1.15E-13	3.87E-13	7.74E-13	2.53E+13	2.45E+15	-1.81E-11	9.39E-14	-3.85E-14	1.01E-13	2.03E-13
110	1.13E-11	3.46E-13	8.05E-14	3.55E-13	7.10E-13	4.42E+13	4.27E+15	-9.93E-12	1.02E-13	-5.48E-15	1.02E-13	2.05E-13

Tab. 7: Hodnoty pro elektrometr Keithley 6517A

(průměr měřicí elektrody D_1 = 0,054 m, vzorek 2 h = 0,000616 m)

Keithley 6517A												
Nabíjení vzorku								Vybíjení vzorku				
t_n (s)	I_{nab} (A)	u_A (A)	u_B (A)	u_c (A)	U (A)	R_v (Ω)	ρv (Ω m)	I_{vyb} (A)	u_A (A)	u_B (A)	u_c (A)	U (A)
1	4.51E-10	7.53E-12	6.95E-13	7.56E-12	1.51E-11	1.11E+12	7.63E+13	-4.73E-10	7.91E-12	-3.73E-13	7.92E-12	1.58E-11
60	3.24E-12	3.92E-14	2.04E-14	4.42E-14	8.85E-14	1.54E+14	1.06E+16	-3.10E-12	1.75E-14	-1.62E-14	2.38E-14	4.77E-14
110	2.05E-12	2.92E-14	1.36E-14	3.22E-14	6.44E-14	2.43E+14	1.68E+16	-1.91E-12	9.26E-15	-9.31E-15	1.31E-14	2.63E-14

Tab. 8: Hodnoty pro megaohmmetr Agilent 4339B

(průměr měřicí elektrody D_1 = 0,050 m, vzorek 2 h = 0,000616 m)

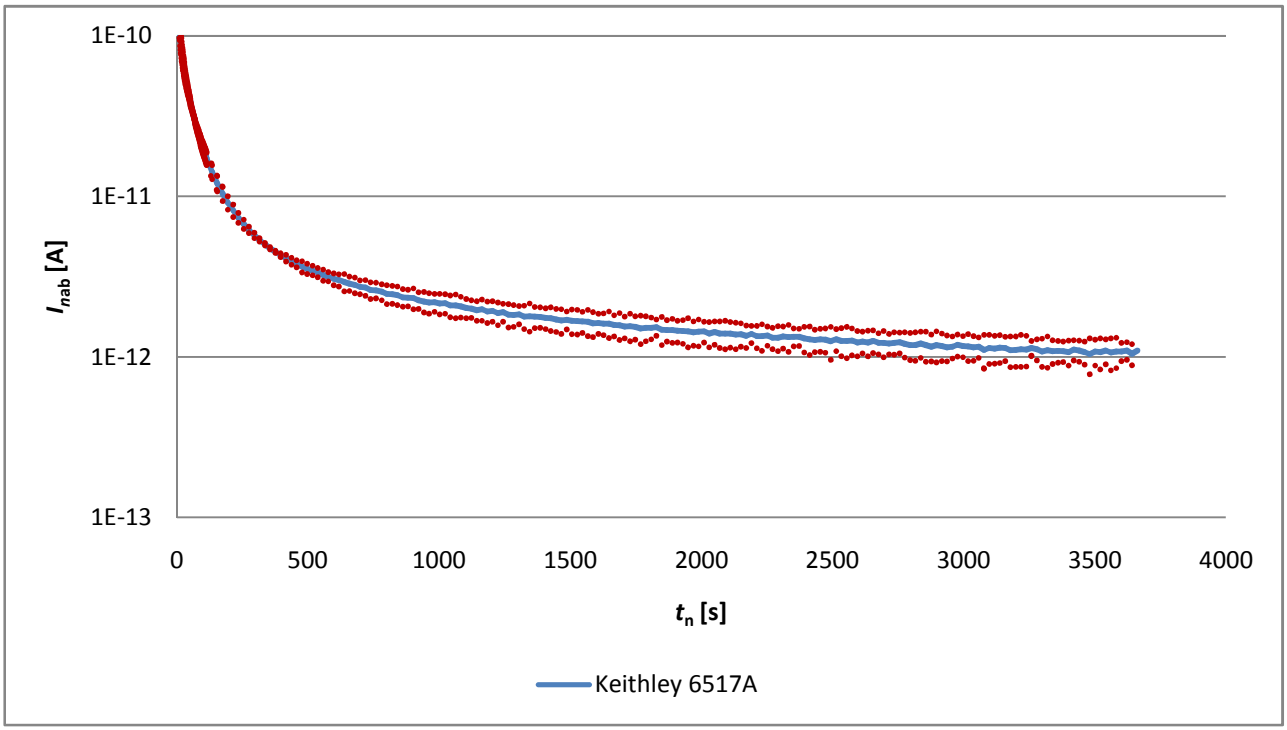
Agilent 4339B												
Nabíjení vzorku								Vybíjení vzorku				
t_n (s)	I_{nab} (A)	u_A (A)	u_B (A)	u_c (A)	U (A)	R_v (Ω)	ρv (Ω m)	I_{vyb} (A)	u_A (A)	u_B (A)	u_c (A)	U (A)
1	2.78E-10	4.23E-12	1.11E-12	4.37E-12	8.74E-12	1.8E+12	1.15E+14	-2.6E-10	2.34E-12	-7.1E-13	2.44E-12	4.88E-12
60	4.69E-12	2.66E-12	5.36E-14	2.66E-12	5.31E-12	1.07E+14	6.8E+15	-5.9E-12	5.54E-14	1.09E-14	5.65E-14	1.13E-13
110	4.15E-12	6.78E-14	5.15E-14	8.51E-14	1.7E-13	1.2E+14	7.68E+15	-3.8E-12	4.28E-14	1.94E-14	4.7E-14	9.39E-14

2.1.1 Grafické znázornění výsledků

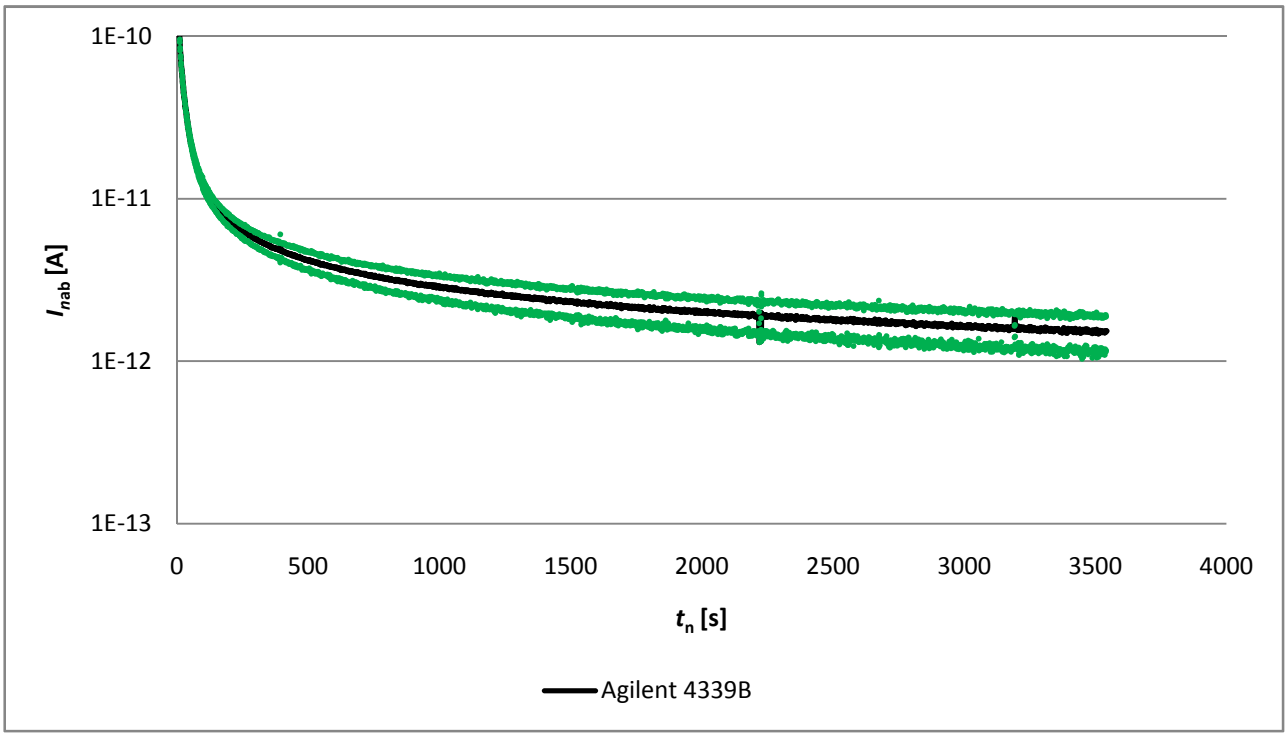
V této kapitole jsou uvedeny grafy s naměřenými hodnotami proudů měřených na obou vzorcích pro oba měřicí přístroje (absorpční charakteristiky). Dále jsou uvedeny rozptyly hodnot vnitřního odporu v závislosti na nejistotě určené pro proudy.

Možný rozptyl hodnot v závislosti na vypočítaných nejistotách je znázorněn tečkovanou čarou. Při přímém porovnání nabíjecích proudů se průběhy nemohou shodovat, protože je u každého přístroje použit elektrodový systém s rozdílným průměrem měřicí elektrody.

Grafické znázornění rozptylu vnitřního odporu je orientační, je v něm zahrnuta pouze nejistota pro přímo měřený proud, nejistota zkušebního napětí není uvažována.

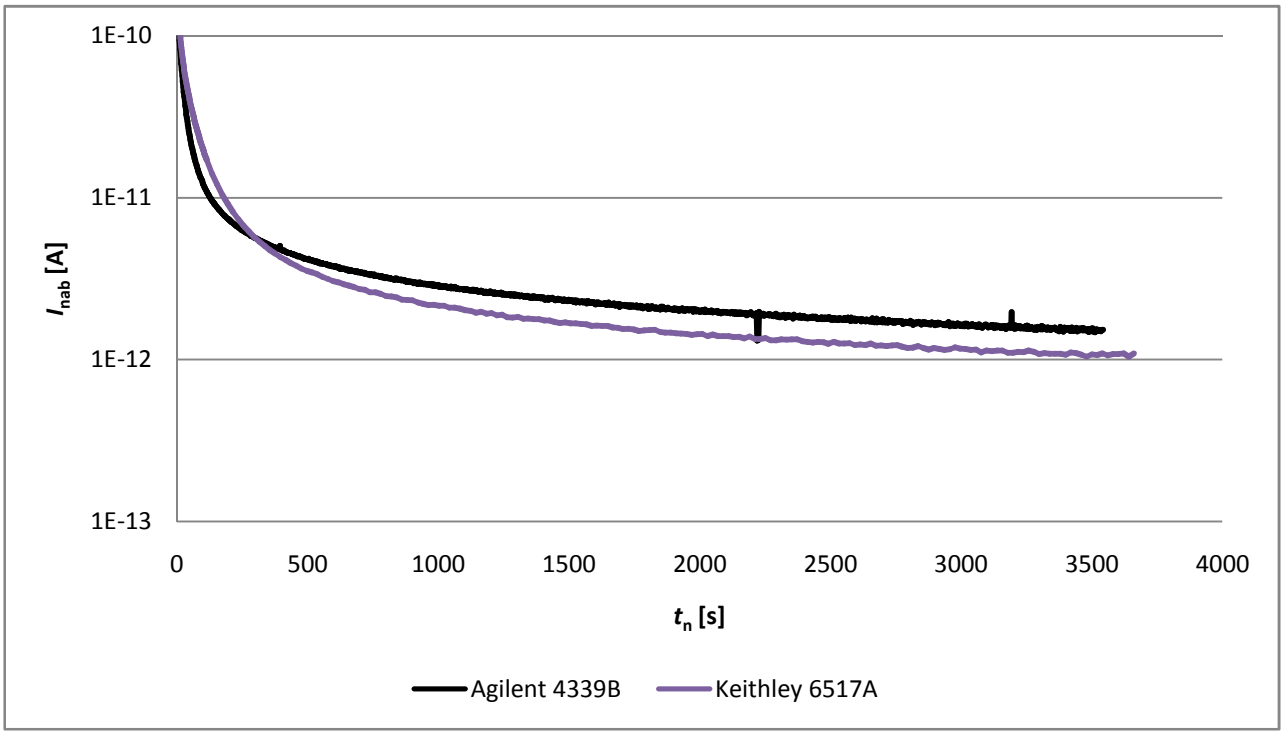


a) Elektrometr Keithley 6517A (průměr měřicí elektrody $D_1 = 0{,}054$ m)

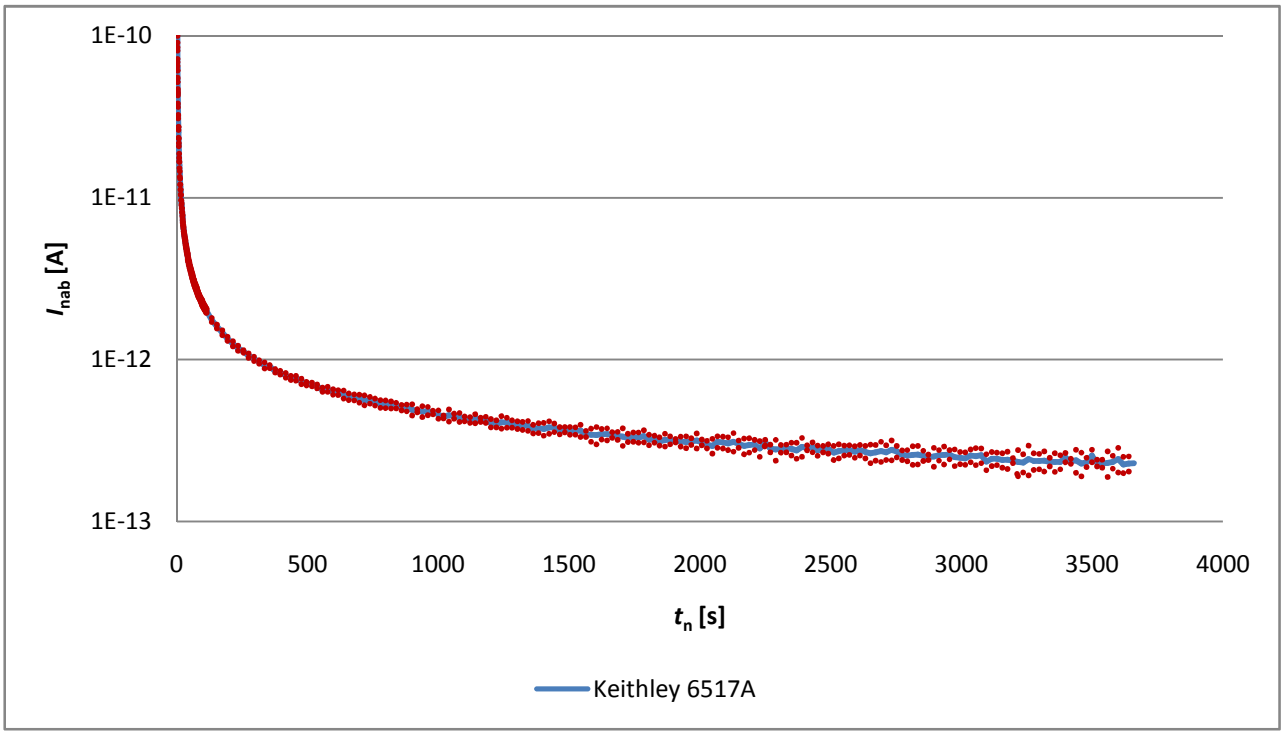


b) Megaohmmetr Agilent 4339B (průměr měřicí elektrody $D_1 = 0{,}026$ m)

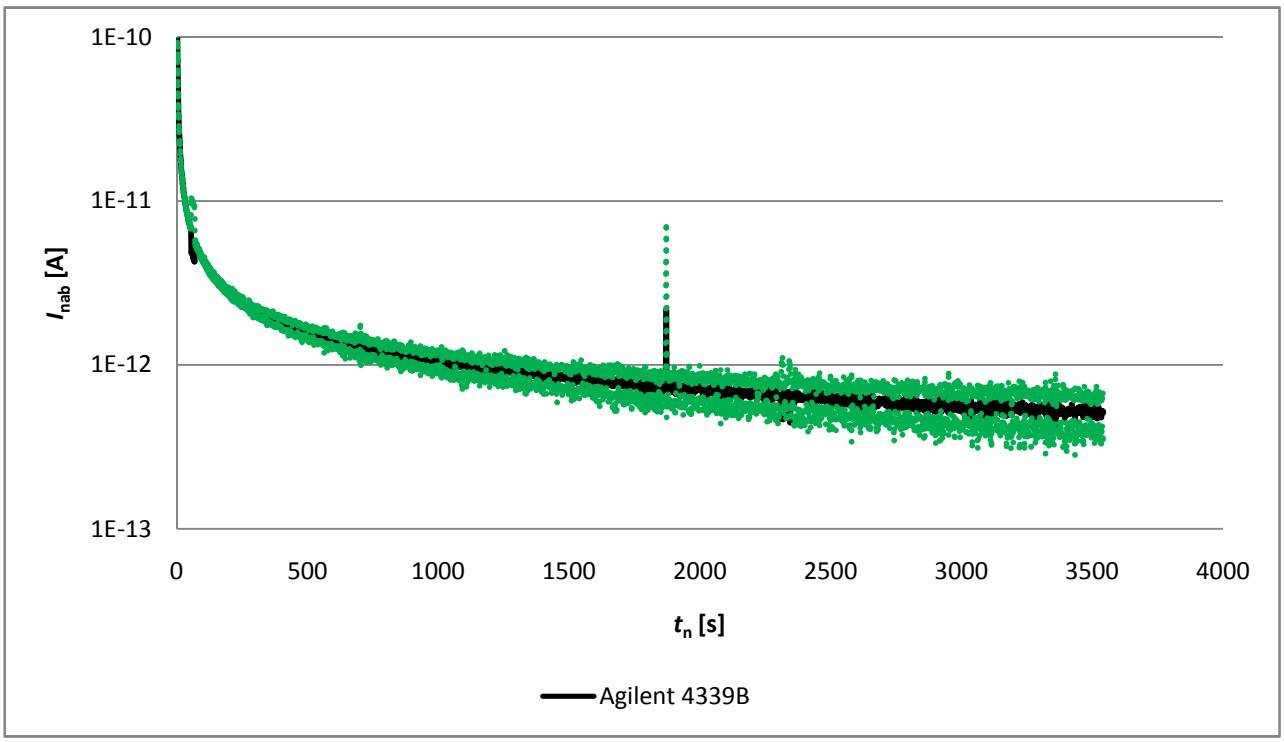
Obr. 7: Znázornění průběhu nabíjecího proudu pro vzorek 1 (h = 0,000211 m)



Obr. 8: Porovnání průběhů nabíjecích proudu pro megaohmmetr Agilent 4339B (průměr měřicí elektrody D_1 = 0,026 m) a elektrometr Keithley 6517A (průměr měřicí elektrody D_1 = 0,054 m) na vzorku 1 (h = 0,000211 m)

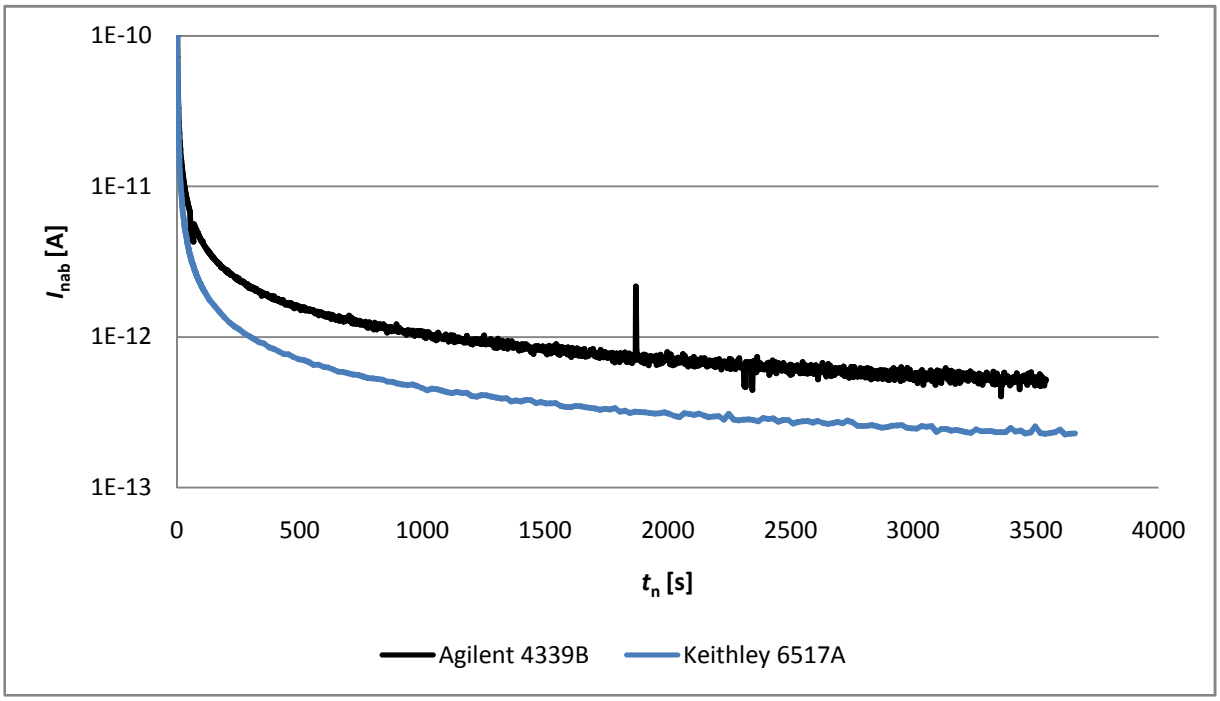


a) Elektrometr Keithley 6517A (průměr měřicí elektrody $D_1 = 0{,}054$ m)

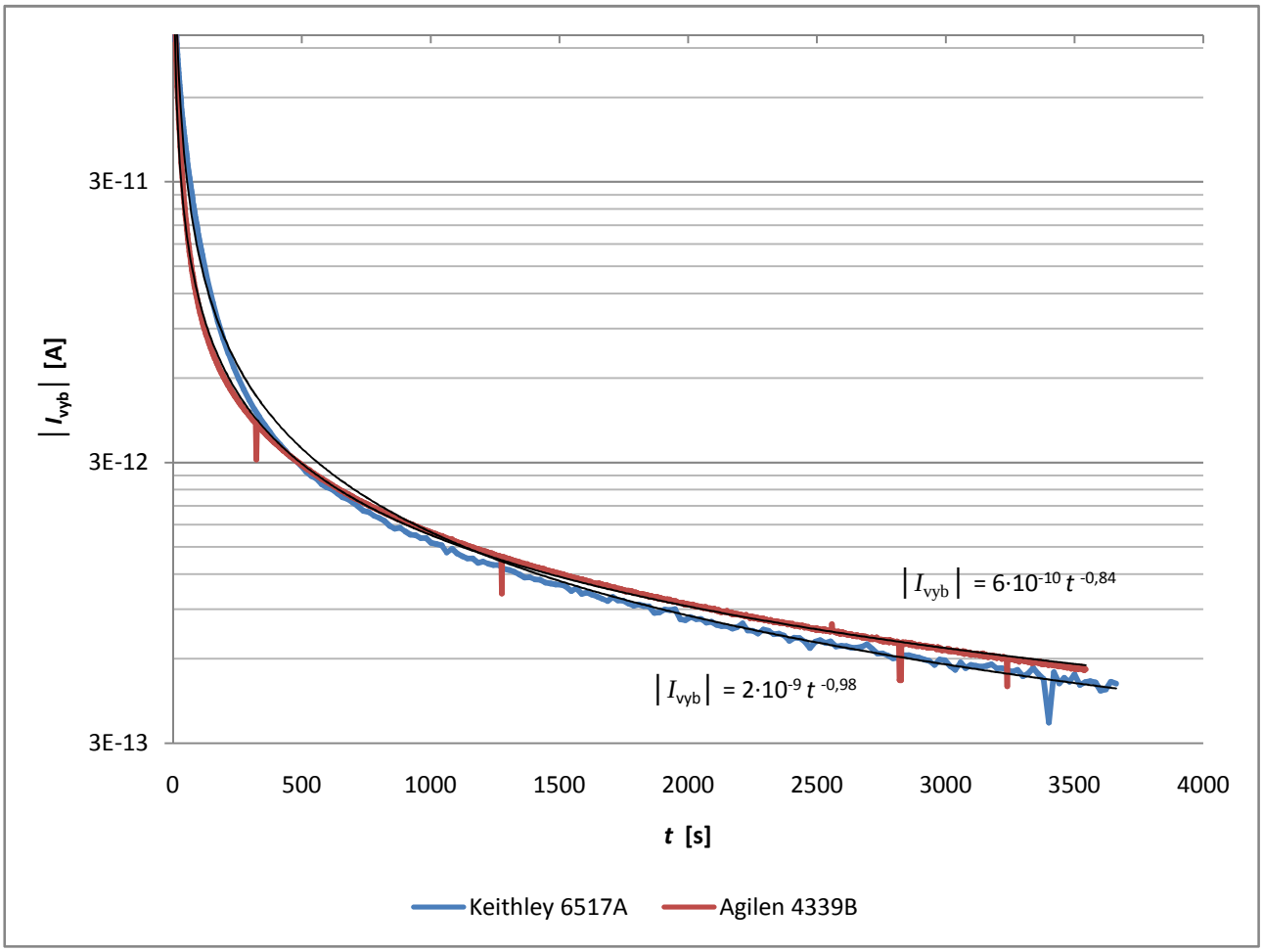


b) Megaohmmetr Agilent 4339B (průměr měřicí elektrody $D_1 = 0{,}05$ m)

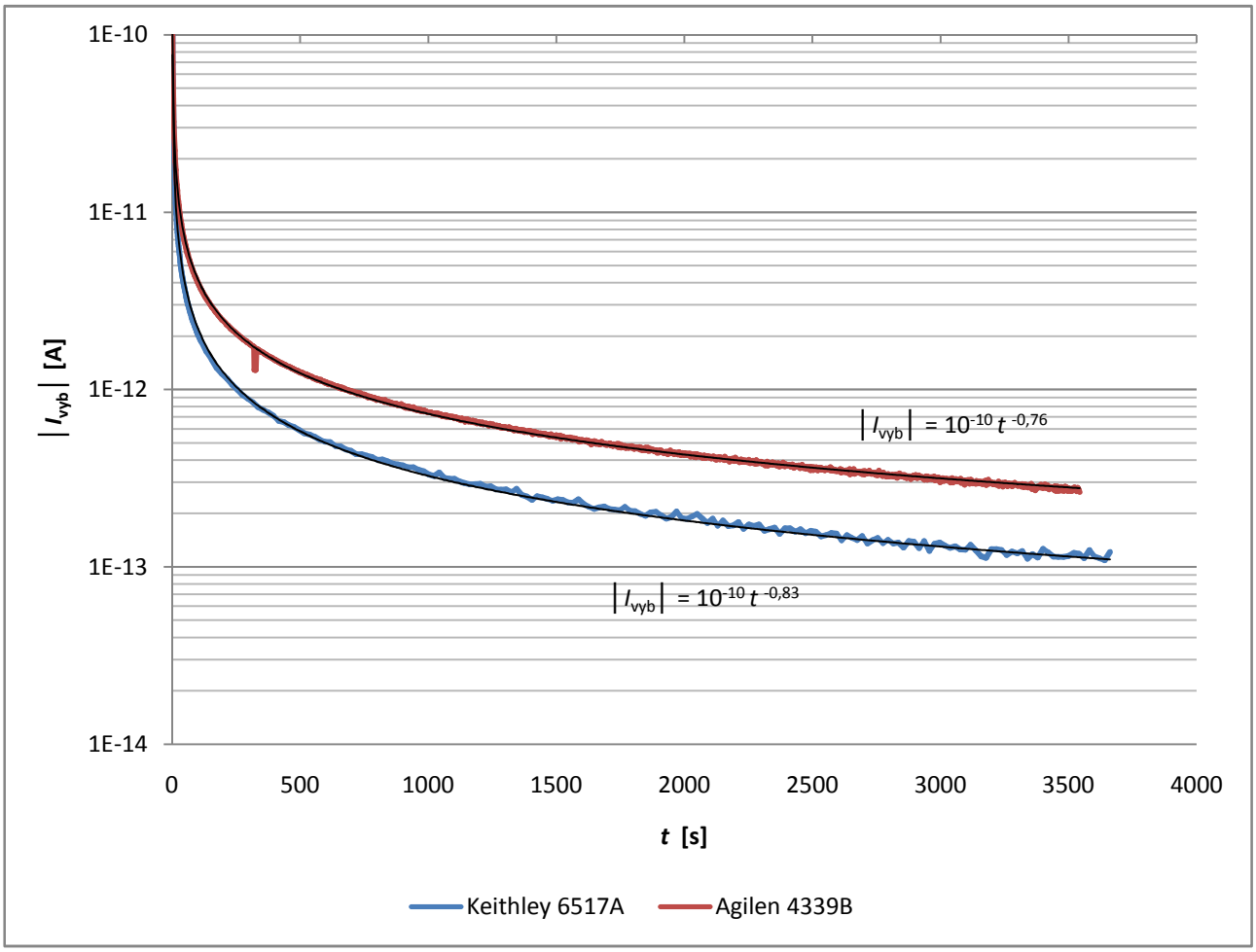
Obr. 9: Znázornění průběhu nabíjecího proudu pro vzorek 2 (h = 0,000616 m)



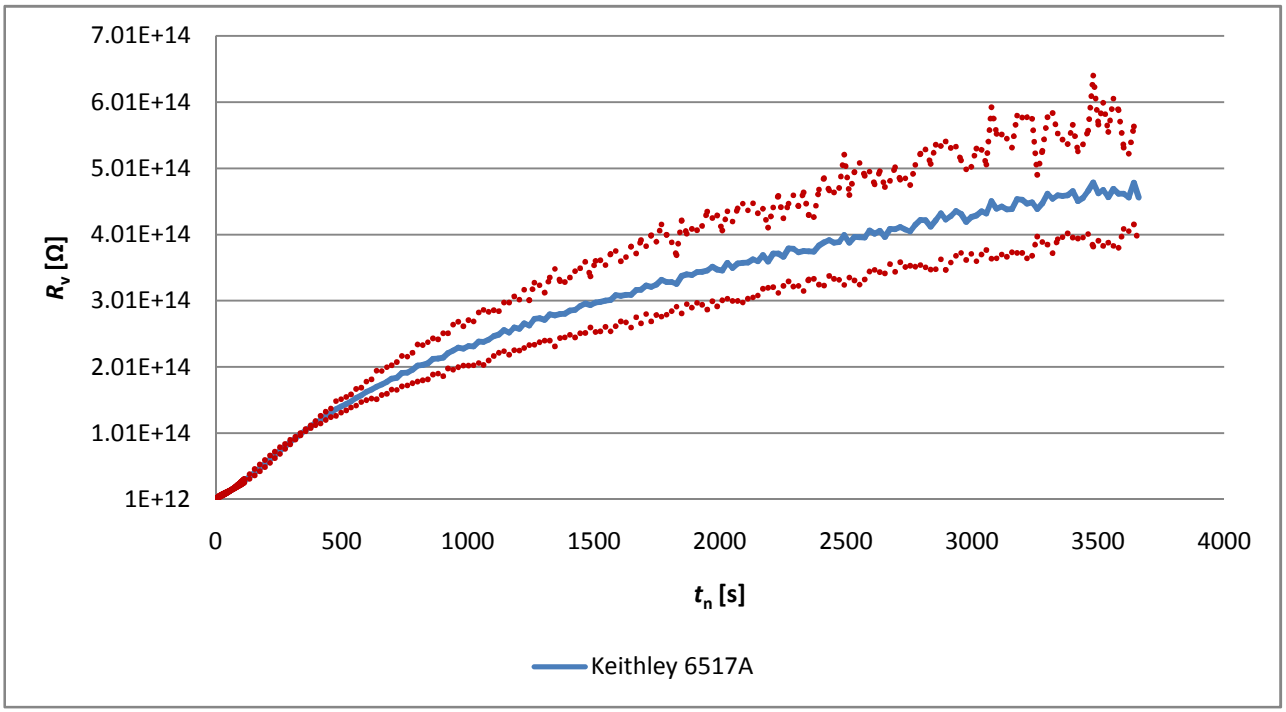
Obr. 10: Porovnání průběhů nabíjecích proudu pro megaohmmetr Agilent 4339B (průměr měřicí elektrody D_1 = 0,05 m) a elektrometr Keithley 6517A (průměr měřicí elektrody D_1 = 0,054 m) na vzorku 2 (h = 0,000616 m)



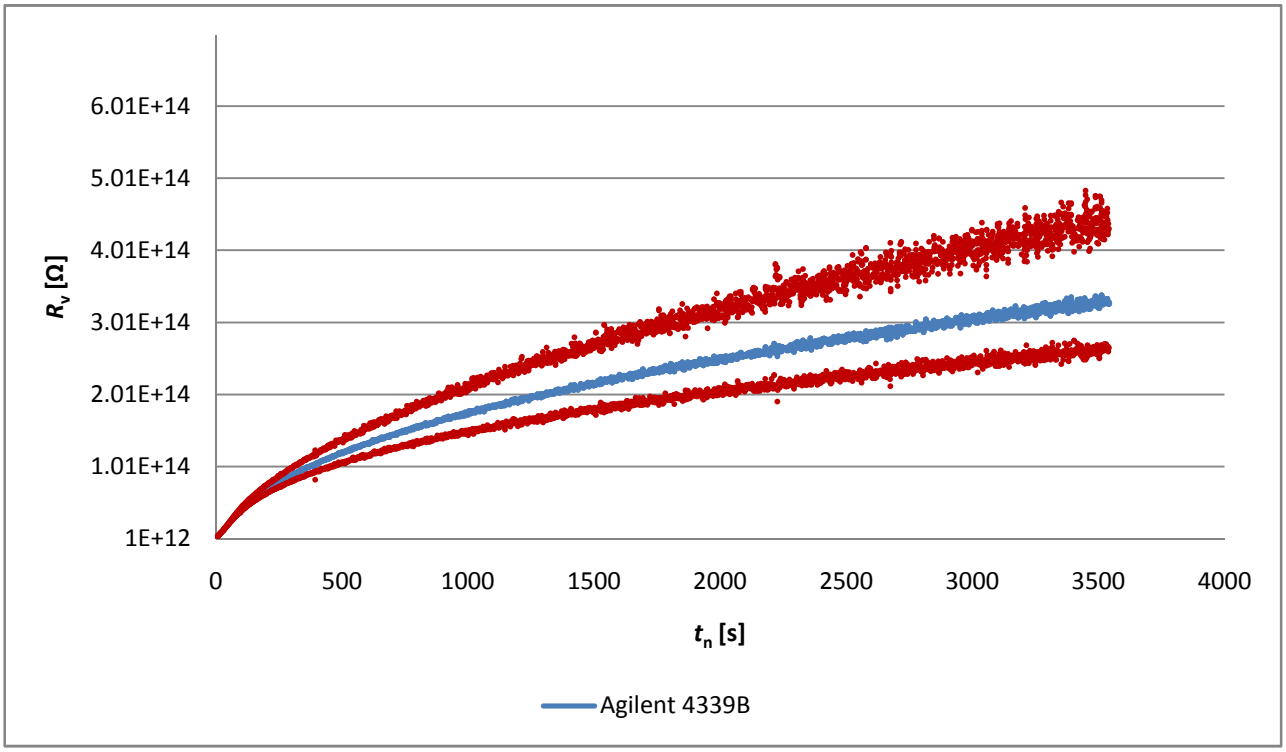
Obr. 11: Srovnání průběhů vybíjecích proudů proložených mocninou funkcí pro Elektrometr Keithley 6517A (průměr měřicí elektrody $D_1 = 0{,}054$ m) a Megaohmmetr Agilent 4339B (průměr měřicí elektrody $D_1 = 0{,}026$ m) na vzoreku 1 (h = 0,000211 m)



Obr. 12: Srovnání průběhů vybíjecích proudů proložených mocninou funkcí pro Elektrometr Keithley 6517A (průměr měřicí elektrody $D_1 = 0{,}054$ m) a Megaohmmetr Agilent 4339B (průměr měřicí elektrody $D_1 = 0{,}05$ m) na vzoreku 2 (h = 0,000616 m)

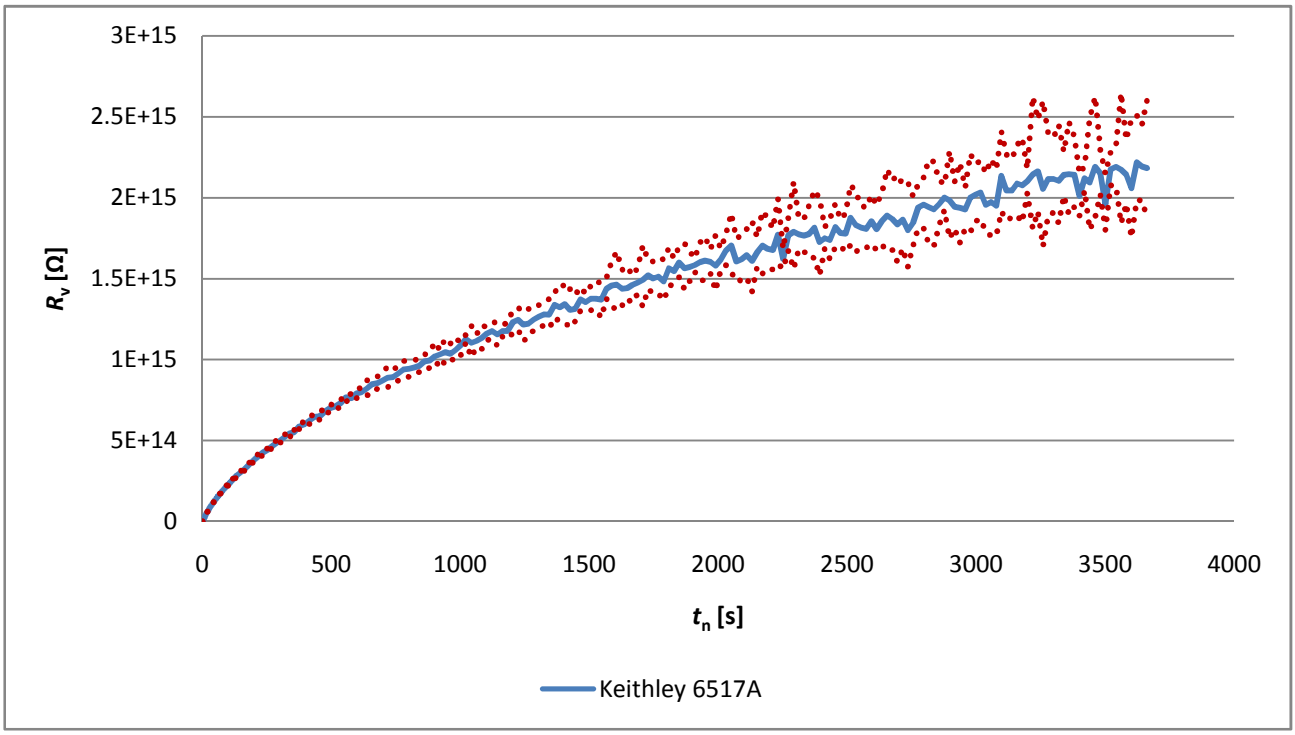


a) Elektrometr Keithley 6517A (průměr měřicí elektrody $D_1 = 0{,}054$ m)

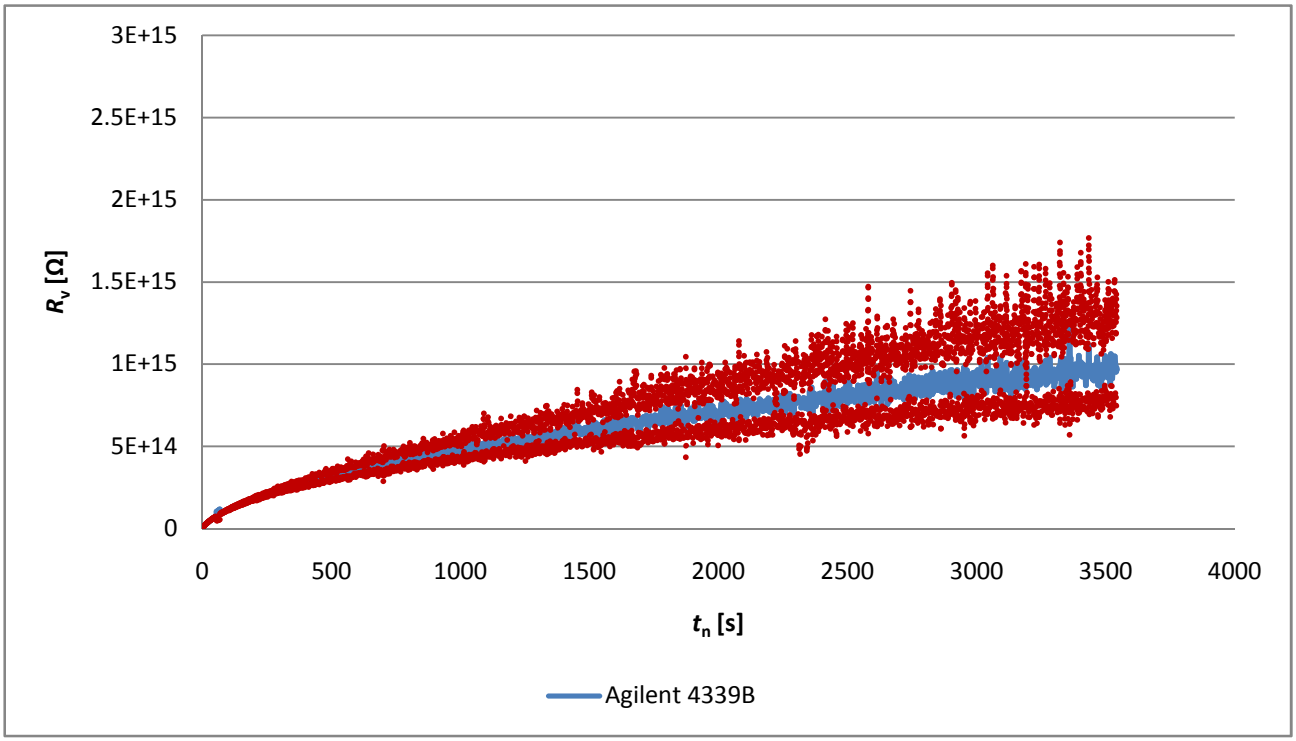


b) Megaohmmetr Agilent 4339B (průměr měřicí elektrody $D_1 = 0{,}026$ m)

Obr. 13: Znázornění průběhu vnitřního odporu s možným rozptylem hodnot určeným vypočítanými nejistotami pro nabíjecí proud, vzorek 1 (h = 0,000211m)

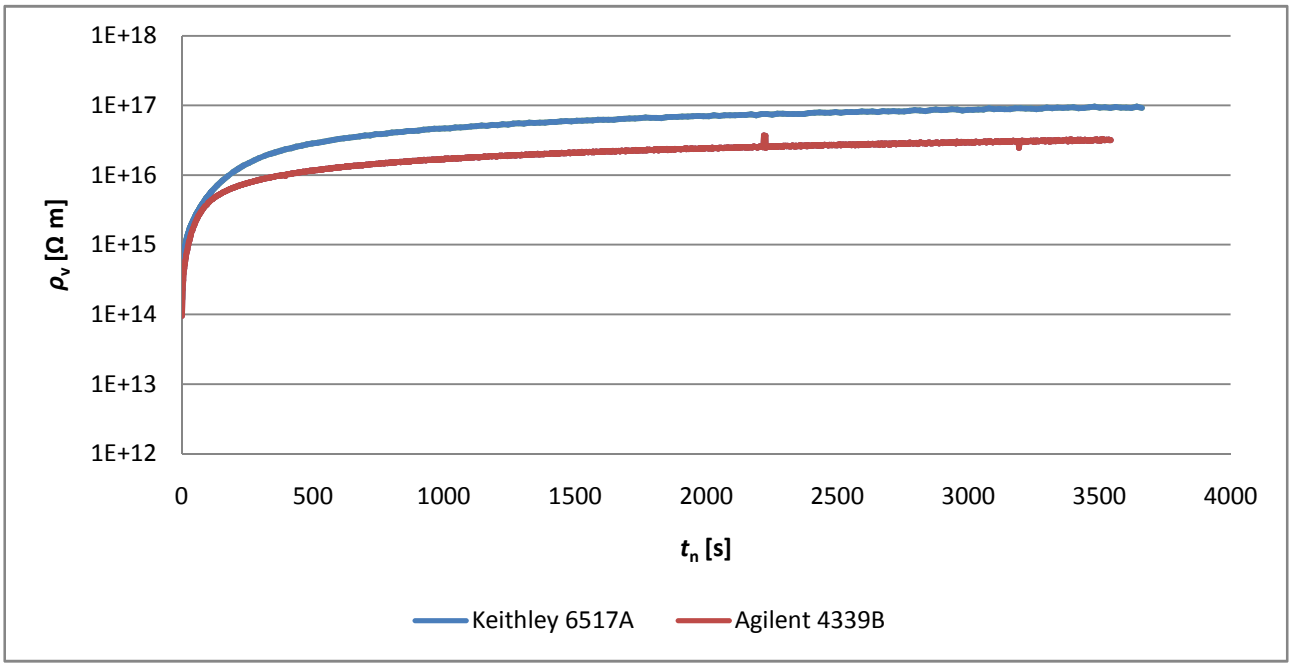


a) Elektrometr Keithley 6517A (průměr měřicí elektrody $D_1 = 0{,}054$ m)

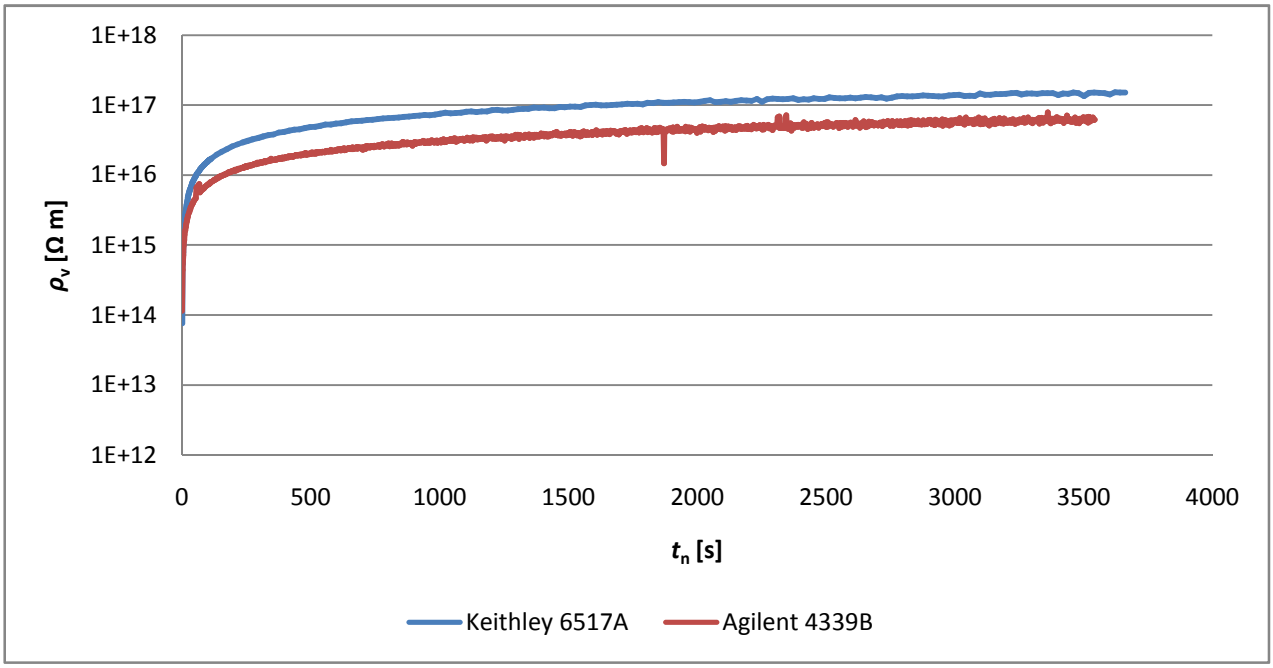


a) Megaohmmetr Agilent 4339B (průměr měřicí elektrody $D_1 = 0{,}05$ m)

Obr. 14: Znázornění průběhu vnitřního odporu s možným rozptylem hodnot určeným vypočítanými nejistotami pro nabíjecí proud, vzorek 2 (h = 0,000616m)



a) Elektrometr Keithley 6517A (průměr měřicí elektrody $D_1 = 0{,}054$ m)
Megaohmmetr Agilent 4339B (průměr měřicí elektrody $D_1 = 0{,}026$ m)
Vzorek 1 (h = 0,000211 m)



b) Elektrometr Keithley 6517A (průměr měřicí elektrody $D_1 = 0{,}054$ m)
Megaohmmetr Agilent 4339B (průměr měřicí elektrody $D_1 = 0{,}05$ m)
Vzorek 1 (h = 0,000211 m)

Obr. 15: Srovnání průběhů vnitřních rezistivit

2.2 Vyhodnocení experimentu a porovnání výsledků měření

Z grafů je patrné, že při určování výsledku hrají nejistoty velkou roli. U elektrometru Keithley 6517A byly v průběhu měření využity 3 proudové rozsahy. Většina naměřených hodnot odpovídala nejnižšímu proudovému rozsahu 20 pA.

U megaohmmetru Agilent 4339B byly využity dva proudové rozsahy, to je dáno vyšší hodnotou nejmenšího proudového rozsahu 100 pA, který pokryl téměř celou oblast měřeného o proudu. Pro oba přístroje neměla změna rozsahu téměř žádný vliv na výslednou nejistotu.

Naměřené proudy se neshodují, to je dáno různými průměry měřicích elektrod pro každý přístroj. Porovnání přístrojů lze provést na hodnotách vnitřních rezistivit vzorků. Pro oba vzorky vychází nižší vnitřní rezistivita měřená přístrojem Agilent 4339B, to může být způsobeno rozdílnou hodnotou navlhnutí vzorků, protože měření probíhalo s týdenní prodlevou. Průměrná teplota okolního prostředí byla vždy stejná 22 °C. Hodnoty vnitřních rezistivit se více přibližovali u vzorku 2 (h = 0,000616 m).

Obrázky 13 a 14 ukazují rostoucí rozptyl možných výsledků vnitřního odporu, který je způsoben zvětšující se nejistotou měřeného proudu. Megaohmmetr Agilent 4339B vykazuje vyšší nejistotu měřeného proudu, což je způsobeno vyšší hodnotou nejnižšího proudového rozsahu přístroje.

Vyšší přesnosti by bylo dosaženou větším počtem opakovaných měření, což však nebylo možné v jednom dni uskutečnit.

3 Závěr

V bakalářské práci byla vysvětlena problematika určování chyb a nejistot měření. Dále pak metoda stejnosměrného měření, která byla experimentálně ověřena pro dva vzorky izolačního materiálu na dvou různých měřicích přístrojích. K získaným výsledkům byly určeny jejich nejistoty a vše bylo graficky znázorněno.

Z experimentu vyplynulo, že nižší přesnost vykazuje megaohmmetr Agilent 4339B, protože má vyšší hodnotou nejmenšího proudového rozsahu 100 pA, oproti přístroji Keithley 6517A, který má hodnotou nejmenšího proudového rozsahu 20p A. Změna nejistot v závislosti na proudových rozsazích nebyla příliš patrná, protože byly měřeny vzorky s vysokým vnitřním odporem a byly použity maximálně 3 proudové rozsahy v krátkém časovém intervalu. Měření probíhalo v rozsazích proudů od stovek fA po stovky pA. Z grafů také vyplynulo, že pro nízké hodnoty měřených proudů, je hodnoty nejistot poměrně vysoké, a to pro oba přístroje.

4 Použitá literatura

[1] Palenčár, R. –Vdoleček, F. – Halaj, M.: *Nejistoty v měření I – III*. Atoma, 200, Bratislava: SjF STU Bratislava, 2001

[2] Novák, L.: *Optimalizace nastavení měřícího systemu pro sledování kapalných izolantů*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2008. 76 s.

[3] Kazelle, J., a spol. *Elektrotechnické materiály a výrobní procesy*: Interní texty Vysokého učení technického v Brně

[4] Rozsívalová, Z., Vaněk J., Křivák, P., *Materiály a technická dokumentace*, Laboratorní cvičení: Interní texty Vysokého učení technického v Brně

[5] Keithley 6517A User's Manual, 2003. 343 s.

[6] Keithley 8009 Instruction Manual, 1996. 35 s.

[7] Agilent 4339B Operation Manual, 2009. 286 s.

[8] Agilent 16008B Operation and Service Manual, 2008. 51s.

[9] Fa Isovolta, *Materiálový list* materiálu ISONOM® NMN

Internet

[10] PALSTAT s.r.o. Vyjadřování nejistot : Vyjadřování nejistot měření při kalibracích. Metrologie [online]. 11/2002, 1, [cit. 2010-06-03]. Dostupný z WWW: http://micki.hofyland.cz/vut/bmva/nejistota.pdf>.

5 Seznam veličin

A_j - součinitel citlivosti nejistot
c - vzdálenost mezi kruhovou a prstencovou elektrodou
D_1 - vnější průměr měřící elektrody
f - známý funkční vztah
h - průměrná tloušťka vzorku
I - proud
k - hodnota součinitele rozdělení
k_r - koeficient pravděpodobnostního rozdělení výsledku
k_s - koeficient počtu měření
n - počet měření
R_v - vnitřní odpor
s - směrodatná odchylka výběrového souboru
S_{ef} - efektivní plocha elektrody
$s_{\bar{x}}$ - směrodatná odchylka aritmetického průměru
t_n - čas měření
U - napětí
u_A - nejistota typu A
u_B - nejistota typu B
u_c - kombinovaná nejistota
U - rozšířená nejistota
x_m - měřená hodnota
x_s - správná hodnota
$\bar{x}$ - aritmetický průměr
x_i - odhady vstupních veličin
y - je odhad výstupní veličiny
$z_{j\,max}$ - maximální hodnota odchylky
Δ_x - absolutní chyba
δ_x - relativní chyba
ρ_V - vnitřní rezistivita

6 Přílohy

V příloze je ukázána tabulka obsahující výsledky měření. Je uvedena pouze tabulka pro vzorek 1 (h = 0,000211) měřený přístrojem Keithley 6517A (průměr měřicí elektrody D_1 = 0,054 m). Ostatní tabulky obsahují hodnoty, znázorněné v grafech, jsou obsaženy na přiloženém CD.