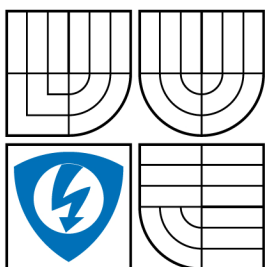


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH
TECHNOLOGIÍ
ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

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

NEJISTOTY MĚŘENÍ V DIAGNOSTICE IZOLAČNÍCH MATERIÁLŮ

MEASUREMENT UNCERTAINTY IN DIAGNOSTICS OF INSULATING MATERIALS

DIPLOMOVÁ PRÁCE
MASTER'S THESIS

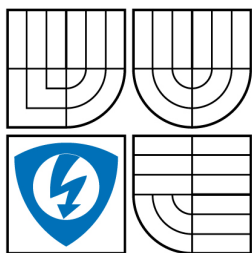
AUTOR PRÁCE
AUTHOR

Bc. ZUZANA KAMENICKÁ

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

Ing. MARTIN FRK, Ph.D.

BRNO 2009



VYSOKÉ UČENÍ
TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta elektrotechniky
a komunikačních technologií

Ústav elektrotechnologie

Diplomová práce

magisterský navazující studijní obor
Elektrotechnická výroba a management

Studentka: Bc. Zuzana Kamenická

ID: 89521

Ročník: 2

Akademický rok: 2008/2009

NÁZEV TÉMATU:

Nejistoty měření v diagnostice izolačních materiálů

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Seznamte se s možnostmi využití LCR metrů v diagnostice izolačních materiálů pomocí metody dielektrické relaxační spektroskopie ve frekvenční oblasti. Vytvořte přehled vlivů a parametrů nastavení, které ovlivňují výslednou přesnost měřicího systému Agilent.

Na vybraných vzorcích kapalného a tuhého dielektrika experimentálně proměřte frekvenční závislosti kapacity a ztrátového činitele. Pozornost věnujte vlivu nastavení parametrů měřicího systému Agilent; současně sledujte vliv různých podmínek experimentu (např. tloušťky vzorku) na celkovou přesnost měřených veličin.

Naměřené hodnoty statisticky zpracujte a vypočítejte nejistoty měření složek komplexní permitivity, jako nepřímo měřených veličin. Z dosažených výsledků stanovte optimální nastavení přístrojového vybavení Agilent s ohledem na dosažení nejvyšší možné přesnosti měření.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

Podle pokynů vedoucího práce.

Termín zadání: 9.2.2009

Termín odevzdání: 29.5.2009

Vedoucí práce: Ing. Martin Frk, Ph.D.

prof. Ing. Jiří Kazelle, CSc.

Předseda oborové rady

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 § 152 trestního zákona č. 140/1961 Sb.

ABSTRAKT:

Diplomová práce se zabývá měřením kapacity a ztrátového činitele kondenzátoru s dielektrikem ve frekvenční oblasti od 20 Hz do 30 MHz. Změřena jsou kapalná a tuhá dielektrika po jednom vzorku na třech LCR metrech firmy Agilent a příslušných elektrodoových systémech od stejného výrobce. Z daných hodnot jsou vypočítány složky komplexní permitivity a složky nejistoty přímo a nepřímo měřených veličin. V rámci vyhodnocení je sledován vliv nastavení parametrů (frekvence, napětí, doba integrace a tloušťka vzorku) jednotlivých přístrojů na hodnotu nejistot složek komplexní permitivity.

Klíčová slova: dielektrická relaxační spektroskopie, nejistota, relativní permitivita, ztrátové číslo.

ABSTRACT:

This work deals with measurement capacity and dissipation factor of capacitor with real dielectric in frequency range 20 Hz to 30 MHz. Liquid and solid dielectrics are measured by LCR instruments and by test fixtures, both from company Agilent. Relative permittivity and loss number are calculated for different instruments settings. The general aim is to specify the influence of parameters as frequency, voltage, integration time and thickness of material on the uncertainties of primary and secondary quantities for measurement.

Key words: dielectric relaxation spectroscopy, loss number, relative permittivity, uncertainty.

KAMENICKÁ, Z. *Nejistoty měření v diagnostice izolačních materiálů*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2009. 84 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Martin Frk, Ph.D.

PROHLÁŠENÍ:

Prohlašuji, že svou diplomovou práci na téma „*Nejistoty měření v diagnostice izolačních materiálů*“ jsem vypracovala samostatně pod vedením vedoucího diplomové 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 diplomové práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této diplomové práce jsem neporušila autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhla nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a jsem si plně vědoma 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.

PODĚKOVÁNÍ:

Děkuji vedoucímu diplomové práce Ing. Martinovi Frkovi, Ph.D. za metodické a cíleně orientované vedení při plnění úkolů realizovaných v návaznosti na diplomovou práci.

OBSAH

ÚVOD	7
1 TEORETICKÁ ČÁST	8
1.1 DIELEKTRICKÁ RELAXAČNÍ SPEKTROSKOPIE	9
1.2 KOMPLEXNÍ PERMITIVITA	11
1.3 NEJISTOTY MĚŘENÍ	13
1.3.1 <i>Přímá měření</i>	17
1.3.2 <i>Nepřímá měření</i>	19
1.3.3 <i>Zápis nejistot</i>	21
2 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	23
2.1 VZORKY	23
2.1.1 <i>Oligobutadien</i>	23
2.1.2 <i>Korundová keramika</i>	25
2.2 ZAŘÍZENÍ PRO MĚŘENÍ VE FREKVENČNÍ OBLASTI	26
2.2.1 <i>Nepřesnost Agilent 4284A</i>	28
2.2.2 <i>Nepřesnost Agilent 4285A</i>	35
2.2.3 <i>Nepřesnost Agilent E4980</i>	39
2.2.4 <i>Nepřesnost elektrodového systému Agilent 16452A</i>	44
2.2.5 <i>Nepřesnost elektrodového systému Agilent 16451B</i>	46
2.3 POSTUP MĚŘENÍ	48
2.4 VÝPOČET A VYHODNOCENÍ	49
2.4.1 <i>Výpočet pro kapalná dielektrika</i>	49
2.4.2 <i>Výpočet pro tuhá dielektrika</i>	54
2.4.3 <i>Výsledky měření pro kapalná dielektrika</i>	58
2.4.4 <i>Výsledky měření pro tuhá dielektrika</i>	69
2.4.5 <i>Vyhodnocení experimentu</i>	72
3 ZÁVĚR	76
4 SEZNAM SYMBOLŮ A ZKRATEK	77
5 SEZNAM TABULEK	80
6 SEZNAM OBRÁZKŮ	82
7 POUŽITÁ LITERATURA	84

Úvod

Základní charakteristikou jakéhokoli zařízení se v dnešní době stává jeho spolehlivost a životnost. Volba vstupních materiálů je jednou z věcí, které ji ovlivňují. Každý systém se sestává z podsystemů a sice elektrických, magnetických, mechanických, ale i dielektrických, resp. izolačních. Právě materiály pro posledně jmenovaný podsystem jsou předmětem pozornosti této práce.

K diagnostice materiálových soustav se užívá různých destruktivních a nedestruktivních metod. Dielektrická relaxační spektroskopie je jednou z nedestruktivních metod balancující na rozhraní několika vědních disciplín – fyziky, chemie a materiálového inženýrství.

Samotné měření je realizováno ve frekvenční oblasti v rozsahu 20 Hz až 30 MHz pomocí LCR metrů a elektrodových systémů pro měření kapalných a tuhých dielektrik firmy Agilent. K eliminaci parazitních vlastností je použit i originální spojovací kabel stejné firmy.

Měření je provedeno za pomoci výše zmíněné metody na vzorku kapalného a tuhého dielektrika. V případě kapalin se jedná o oligobutadien KRASOL LBH 2000 firmy Synthos, Kralupy nad Vltavou, a druhým vzorkem je keramický materiál na bázi korundu. Vlastnosti obou vzorků jsou proměřeny při teplotě a relativní vlhkosti okolí.

Zjišťovanými veličinami jsou složky komplexní permitivity, tj. relativní permitivita a ztrátové číslo, které charakterizují chování dielektrika ve střídavém elektrickém poli. Protože permitivitu nelze měřit přímou metodou, musí se využít příslušných vztahů pro výpočet, odkud vyplývá, že vstupními hodnotami jsou kapacita vzorku a ztrátový činitel, v případě kapalných dielektrik i kapacita ekvivalentního kondenzátoru se vzduchovým dielektrikem.

Statistickým zpracováním naměřených hodnot a určením možných zdrojů nepřesností měření jsou stanoveny příslušné nejistoty přímo a nepřímě měřených veličin. Přestože byly zavedeny před několika lety, dnes jsou nejistoty měření poměrně často využívány ke zpřesnění pravděpodobnosti správného výsledku. Jejich popisem se zabývají normalizační ústavy po celém světě.

1 Teoretická část

Dielektrické materiály se na rozdíl od kovů v elektrickém poli nechovají jako vodič. Neobsahují totiž volné náboje v podobě elektronů, ale pouze elektrické náboje vázané elektrostatickými silami. Uvedené tvrzení platí pro ideální dielektrický materiál; v reálném dielektriku se vyskytují oba zmíněné druhy elektrických nábojů. Pojmem spadajícím do dané oblasti je izolant, jenž lze charakterizovat jako dielektrikum, které je schopné vzájemně oddělit vodivé části s rozdílným potenciálem. Existují dielektrika plynná, kapalná a tuhá, složená z několika druhů částic nesoucích elektrický náboj, např. z atomů, molekul a iontů. Proto jejich vlastnosti vychází ze struktury, chemického složení a skupenství.

Základní elektrické veličiny popisující vlastnosti dielektrických materiálů jsou relativní permitivita ϵ' a ztrátový činitel $\operatorname{tg} \delta$ ve frekvenční oblasti, vnitřní rezistivita ρ_v a povrchová rezistivita ρ_p v časové oblasti a elektrická pevnost E_p . Všechny tyto jevy charakterizují dielektrikum při dané teplotě a frekvenci.

Stejně jako v každém materiálu i v dielektriku probíhají fyzikální jevy – dielektrická polarizace (posun vázaných nábojů), elektrická vodivost (pohyb volných nábojů), dielektrické ztráty a elektrický výboj. [7]

Dielektrickou polarizací se nazývá posun vázaných nábojů vlivem působení vnějšího elektrického pole, u kladně nabitých částic je posun ve směru pole a záporně nabitě částice proti směru. Podle odezvy na přiložené elektrické pole se látky dělí na polární, s vlastním a indukovaným dipólovým momentem, a nepolární, u nichž se musí vyvolat tzv. indukovaný dipólový moment μ_i . U obou typů probíhá dielektrická polarizace odlišně. Ocitne-li se nepolární dielektrikum ve vnějším elektrickém poli, dochází k posunu těžiště kladných a záporných elektrických nábojů. Někdy se tato polarizace nazývá atomovou nebo elektronovou. Polární dielektrika mají vlastní dipólový moment, přiložením vnějšího elektrického pole se jeho částice, dosud nahodile uspořádané, natočí ve směru intenzity tohoto pole. Ionty tvoří převážnou část částic, odtud pochází název iontová relaxační polarizace. Hodnoty vlastních dipólových momentů jsou o několik řádů vyšší než indukované momenty u nepolárních látek. [10]

Elektrická vodivost se posuzuje podle typu skupenství dielektrika. U plynů se uplatňuje fyzikální jev ionizace, kdy se z neutrálních atomů uvolňují elektrony a dochází k přenosu energie. Mechanismy ionizace jsou nárazová ionizace a fotoionizace, opačnými ději neutralizace a rekombinace. Z hlediska zachování energie probíhají tyto jevy současně.

Vodivost plynů γ se vyjadřuje vztahem mezi nábojem iontu q , počtem nově vzniklých částic g , počtem zaniklých částic r a pohyblivostí kladných a záporných, nosičů náboje μ_+ , μ_-

$$\gamma = q \cdot \sqrt{\frac{g}{r}} \cdot (\mu_+ + \mu_-). \quad (1)$$

Elektrická vodivost kapalin se projevuje silnější vzájemnou interakcí než u plynů a slabší vazbou než u pevných látek. Mezi jevy, při kterých vznikají volné nosiče, patří ionizace neutrálních molekul, štěpení (disociace) molekul vlastních nebo příměsí, tepelná excitace (vybuzení) elektronů a emise elektronů z katody v silných elektrických polích. Významnou roli hraje chemické složení kapaliny (polární, nepolární látky, vazby mezi molekulami). Vodivost kapalin je dána vztahem

$$\gamma = A \cdot e^{\frac{B}{T}}, \quad (2)$$

kde jsou A , B ...materiálové konstanty.

Pevné látky se dělí na monokrystalické, polykrystalické a amorfnní. V závislosti na povaze látky a množství a typu krystalických poruch vzniká typ elektrické vodivosti. [15]

Dielektrické ztráty představují energii, která se v reálném dielektriku přemění na teplo. Reprezentovány jsou ztrátovým úhlem δ , o který se změní fázový úhel φ mezi proudem a napětím oproti ideálnímu kondenzátoru. V praxi se získá z experimentálně zjištěného ztrátového činitele $\text{tg } \delta$.

1.1 Dielektrická relaxační spektroskopie

Pro sledování a vyhodnocení parametrů složek komplexní permitivity byla zvolena metoda dielektrické relaxační spektroskopie. Dielektrická relaxační spektroskopie (DRS) je moderní, nedestruktivní diagnostická metoda, kterou lze použít pro studium různých materiálových soustav.

V principu se sleduje odezva dielektrické polarizace na změny elektrického pole ve střídavém a stejnosměrném elektrickém poli. Měřením frekvenčních závislostí složek komplexní permitivity ve frekvenční oblasti se zjišťují průběhy polarizačních relaxačních jevů. Ve stejnosměrném elektrickém poli se získávají časové závislosti nabíjecích a vybíjecích proudů. Obě oblasti jsou ekvivalentní a tedy vzájemně převoditelné pomocí numerických transformací, např. Fourierova transformace, Laplaceova transformace nebo Hamonova aproximace.

Z vlastností reálných dielektrik vyplývá, že obsahují více druhů elektrických nábojů a tedy i stejný počet druhů elektrické vodivosti. Proto se v materiálu vyskytuje současně několik polarizačních mechanismů. Obecně se dělí na pružné a relaxační polarizace, přičemž prvně jmenované probíhají rychle a beze ztrát, relaxační polarizace mají poměrně dlouhou dobu ustavení, způsobují ohřev dielektrika a jsou závislé na teplotě. [7]

Průběh dielektrické relaxace popisují empirické funkce, které si jsou víceméně podobné. Vycházejí z experimentálně zjištěných průběhů vybíjecího nebo nabíjecího proudu v závislosti na čase (Curie-Schneiderova funkce) nebo ze složek komplexní permitivity v závislosti na frekvenci (Cole-Coleho, Cole-Davidsonovo a Havriliak-Negamiho rozdělení). Všechny empirické funkce jsou definovány několika parametry a studuje se závislost těchto parametrů na vnějších vlivech. K nejvýznamnějším faktorům patří teplota a intenzita elektrického pole.

Ideální systém popsáný Cole-Coleho kruhovým diagramem předpokládá existenci jednoho relaxačního času a je popsán Debyeho funkcí, která je odvozena pro ideální, navzájem se neovlivňující elektrické dipóly umístěné ve vnějším střídavém elektrickém poli. Reálný systém, znázorněný pro tutéž funkci, se svým průběhem více či méně odlišuje od původního půlkruhu. Odtud vyplývá, že k jeho popisu je zapotřebí několik relaxačních časů. Proto existují empirické funkce popisující komplexní permitivitu ve frekvenční oblasti, které s různým stupněm přesnosti popisují reálné dielektrikum. Mezi nejznámější patří již zmíněná funkce podle Debyeho, kdy se předpokládá existence jedné relaxační doby, která je nezávislá na čase a závislá na teplotě,

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + j \cdot \omega \cdot \tau_0}, \quad (3)$$

dále podle Cole-Coleho

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{(1 + j \cdot \omega \cdot \tau_0)^{1-\alpha}}, \quad (4)$$

podle Cole-Davidsona

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{(1 + j \cdot \omega \cdot \tau_0)^\beta} \quad (5)$$

a Havriliak-Negamiho rozdělení, které zohledňuje i vodivostní složku ztrátového čísla, je velice často používáno pro popis relaxace. Pro komplexní permitivitu platí vztah

$$\bar{\varepsilon}(\omega) = \varepsilon_{\infty} + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_{\infty}}{\left[1 + (j \cdot \omega \cdot \tau_0)^{1-\alpha}\right]^{\beta}} + \frac{\gamma}{\omega \cdot \varepsilon_0}, \quad (6)$$

kde je α ...parametr charakterizující šířku relaxačního spektra (čím vyšší α , tím je rozdělení širší), β ...parametr charakterizující asymetrii disperzní křivky, τ_0 ...nejpravděpodobnější relaxační doba a γ ...vodivost.

1.2 Komplexní permitivita

Vlastnosti dielektrik ve střídavém elektrickém poli lze účelně vyjádřit pomocí komplexní permitivity ε^* , která se skládá ze dvou složek. Reálná složka komplexní permitivity ε' je mírou kapacitního charakteru dielektrika a označuje se jako relativní permitivita. U většiny dielektrických materiálů nabývá relativní permitivita hodnot jednotek až desítek. Druhou složkou je imaginární část komplexní permitivity ε'' , která je úměrná celkovým dielektrickým ztrátám ve střídavém elektrickém poli a nazývá se také ztrátovým číslem. Komplexní permitivita se jako frekvenčně závislá veličina uvádí vztahem

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - j \cdot \varepsilon''(\omega). \quad (7)$$

Komplexní permitivita je základní fyzikální veličina popisující vztah mezi vektory elektrického pole a elektrické indukce vztahem

$$\vec{D}_m \cdot e^{j\delta} = \varepsilon_0 \cdot \varepsilon^*(j \cdot \omega) \vec{E}_m, \quad (8)$$

kde je \vec{D}_m ...vektor elektrické indukce a \vec{E}_m ...vektor intenzity elektrického pole.

Permitivita je základní fyzikální veličina vyjadřující vliv prostředí na indukci elektrického pole ve střídavém elektrickém poli. Reálnou část je možné definovat jako poměr kapacity C kondenzátoru vyplněného dielektrikem a kapacity geometricky shodného vakuového kondenzátoru C_0 , tj.

$$\varepsilon' = \frac{C}{C_0}. \quad (9)$$

Jako relativní permitivita (dielektrická konstanta) se označuje i podíl absolutní permitivity daného materiálu a absolutní permitivity vakua, tedy

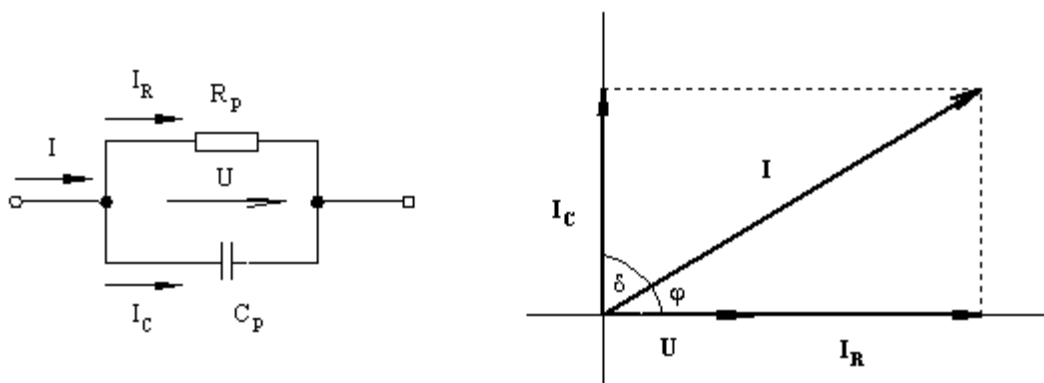
$$\varepsilon' = \frac{\varepsilon}{\varepsilon_0}. \quad (10)$$

Relativní permitivita je látková konstanta, která vyjadřuje, kolikrát se elektrická síla zmenší v případě, že tělesa s elektrickým nábojem jsou místo ve vakuu umístěna v látkovém prostředí (nebo také kolikrát se zvětší kapacita kondenzátoru, umístí-li se mezi elektrody dielektrikum). Její hodnota závisí na vlastnostech daného materiálu – jde tedy o materiálovou konstantu. Relativní permitivita je bezrozměrná veličina.

Ztrátové číslo je imaginární část komplexní permitivity, vyjadřuje míru celkových ztrát v dielektriku podle vztahu

$$\varepsilon'' = \operatorname{tg} \delta \cdot \varepsilon' \quad (11)$$

Paralelní zapojení náhradního obvodu kondenzátoru s ideálním dielektrikem (obr. 1) předpokládá fázový posun proudu kondenzátorem I_C před napětím U o úhel $\varphi = 90^\circ$. V reálném dielektriku se úhel mění, vždy snižuje, vlivem dielektrických ztrát, nedokonalostí dielektrika a odporem elektrod. Po připojení kondenzátoru do obvodu se střídavým napětím se sníží fázový posun φ o ztrátový úhel δ .



Obr. 1 Náhradní obvod kondenzátoru s ideálním dielektrikem

Parametry náhradního paralelního zapojení lze měřit i zjišťovat výpočtem. Vyjádření komplexní frekvenčně závislé impedance z obvodu na obr. 1 je následující

$$\begin{aligned} \bar{Z} &= \frac{1}{\frac{1}{R_p} + j \cdot \omega \cdot C_p} = \frac{R_p}{1 + j \cdot \omega \cdot C_p \cdot R_p} = \frac{R_p \cdot (1 - j \cdot \omega \cdot C_p \cdot R_p)}{1 + \omega^2 \cdot C_p^2 \cdot R_p^2} = \\ &= \frac{R_p}{1 + \omega^2 \cdot C_p^2 \cdot R_p^2} - j \cdot \frac{\omega \cdot C_p \cdot R_p^2}{1 + \omega^2 \cdot C_p^2 \cdot R_p^2} \end{aligned} \quad (12)$$

Odtud lze po úpravách získat vztah pro modul a fázi impedance

$$\bar{Z} = \sqrt{\frac{R_p^2}{1 + \omega^2 \cdot C_p^2 \cdot R_p^2}} \cdot e^{-j \cdot \arctg \omega \cdot C_p \cdot R_p} \quad (13)$$

a ztrátový činitel

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{I_R}{I_C} = \frac{\frac{U}{R_p}}{U \cdot \omega \cdot C_p} = \frac{1}{\omega \cdot C_p \cdot R_p}. \quad (14)$$

1.3 Nejistoty měření

Cílem každého měření je stanovit velikost měřené veličiny, kterou lze popsat určitou vlastností materiálu. Aby se hodnota získané veličiny co nejvíce blížila té pravé, musí se eliminovat nežádoucí vlivy měření způsobující chybu.

Obecně známé chyby měření jsou hodnoty zahrnující řadu systematických, náhodných a hrubých chyb. Je to tedy hodnota, na rozdíl od nejistot, které jako parametr charakterizují interval hodnot. Náhodné chyby nelze přesně určit, je však možný jejich popis pomocí směrodatné odchylky a ve výsledku je zahrnout do nejistoty měření. Sama směrodatná odchylka tedy nereprezentuje chybu, ale je to hranice, kterou může náhodná chyba s určitou pravděpodobností překročit nebo nepřekročit. Druhým typem chyb jsou systematické chyby, ty lze popsat na základě opakovaných měření, protože jejich velikost a znaménko se při stejných podmínkách nemění. Často jsou funkcí času, parametru, postupu měření, stárnutí. Proto se ve většině případů dají vyloučit odstraněním příčin, které je vyvolávají, vhodnou kompenzací, uplatněním korekcí nebo kombinací těchto způsobů. Protože se však odstraňuje jen odhad velikosti chyby, zůstává tzv. nevyložená systematická chyba, kterou lze popsat pomocí nejistot. U přístrojů bývá systematická chyba popsána a garantována výrobcem. Posledním a nejlépe rozpoznatelným typem jsou hrubé chyby vyznačující se výjimečnou hodnotou oproti ostatním hodnotám ze souboru. Taková data se vyřazují z dalšího zpracování. Mohou být způsobena selháním měřicího systému nebo nesprávným záznamem výsledku. Z jiného hlediska se chyby dělí na chyby výsledku měření, charakterizované intervalem spolehlivosti, a chyby měřicího procesu, resp. přístroje, které udávají odchylku od skutečné hodnoty. Dále se rozlišují chyby absolutní a relativní. Pravděpodobnostní přístup vyjádřený hustotou pravděpodobnosti $f(x)$ dovoluje zahrnout systematické chyby jako střední hodnoty a náhodné chyby jako rozptyly, tj. relativní šířky rozdělení, do výpočtu nejistot. [9]

„Nejistota měření je parametrem, který bezprostředně souvisí s výsledkem měření, neboť vymezuje interval, v němž lze s určitou pravděpodobností předpokládat výskyt skutečné hodnoty měřené veličiny.“ [13] Nejistota měření charakterizuje rozsah naměřených hodnot okolo výsledku měření, který lze přiřadit k hodnotě měřené veličiny. Nejistoty se týkají nejen výsledku měření, ale i měřicích přístrojů, hodnot použitých konstant a korekcí, na kterých nejistota výsledku závisí. Základem určování je statistický přístup, kdy se předpokládá jisté rozdělení pravděpodobnosti popisující, jak se může udávaná hodnota odchýlovat od skutečné hodnoty, resp. pravděpodobnost, s jakou se v intervalu daném nejistotou může nacházet skutečná hodnota. Výpočet je závislý především na vzniku a vlastnostech jednotlivých nejistot a na rozdíl od chyby měření přístup ke zpracování informací, které nejsou získány experimentálně. Nejistoty se stanovují při vyhodnocování měření ve výzkumu a technické praxi. Uvádí se oblasti:

- 1) experimentální ověřování fyzikálních zákonů a určování hodnot fyzikálních konstant;
- 2) definiční měření, reprodukce jednotek fyzikálních a technických veličin a vyhodnocování metrologických vlastností primárních etalonů;
- 3) kalibrace sekundárních etalonů a pracovních (provozních) měřidel;
- 4) typové zkoušky měřidel a vyhodnocování jejich technických a metrologických vlastností;
- 5) vyhodnocování přesných měření v oblasti zkušebnictví a kontroly jakosti výrobků;
- 6) úřední měření ve smyslu zákona o metrologii;
- 7) ostatní přesná a závazná měření v technické praxi, např. při přejímacích a garančních zkouškách, měření množství látek a energií v hospodářském styku, měření složení a vlastností materiálů, apod.

Základní kvantitativní charakteristikou nejistot je standardní nejistota u , která se rovná směrodatné odchylce příslušného rozdělení pravděpodobnosti. Standardní proto, že jsou při zjišťování hodnot použity směrodatné odchylky. Obvykle se udává buď samostatně, nebo za hodnotu výsledku se znaménkem \pm . Podle způsobu získání se dělí na standardní nejistotu typu A a typu B. Významný rozdíl mezi nimi je, že u prvně jmenované se příčiny nejistot považují za neznámé, zatímco u druhé metody jsou zdroje nejistot známé nebo identifikovatelné. Ze závislosti na povaze jednotlivých metod lze vyvodit fakt, že nejistota typu A s rostoucím počtem měření klesá a nejistota typu B je na tomtéž nezávislá.

Standardní nejistota typu A je způsobena náhodnými chybami. Stanovuje se z opakovaných měření stejné hodnoty měřené veličiny za stejných podmínek. Dochází zde ke zmenšení nejistoty společně se stoupajícím počtem měření, důvodem je kolísání

naměřených hodnot. Přitom se předpokládá neměnnost měřené veličiny a ovlivňujících vnějších podmínek, dále normální rozdělení hodnot. Odmocněním výběrového rozptylu s^2 se získá výběrový odhad směrodatné odchylky s , který se následně ztotožní se standardní nejistotou.

Standardní nejistota typu B zahrnuje nevyložené systematické chyby a je způsobována známými a odhadnutelnými příčinami vzniku, jejichž identifikaci a hodnocení provádí experimentátor. Vychází z různých zdrojů a výsledná nejistota je dána sumací dílčích nejistot – nezávisí přitom na počtu opakovaných měření. Odhaduje se pomocí racionálního úsudku na základě všech možných a dostupných informací, kdy se nejčastěji používají: údaje výrobce měřicí techniky; zkušenosti z předchozích sérií měření; zkušenosti s vlastnostmi chování materiálů, techniky a poznatky o nich; údaje získané při kalibraci a z certifikátů; nejistoty referenčních údajů v příručkách. Nejistota tak oproti předchozím představám odpovídá směrodatné odchylce experimentálně nesledované složky, resp. složek. Důležitým předpokladem pro správné určení standardní nejistoty je vhodná volba rozdělení pravděpodobnosti měřených hodnot. Potom lze říci, že i výsledek má dané rozdělení pravděpodobnosti. Nejčastější nástroje pro výpočet standardní nejistoty typu B se podle technického předpisu TPM-0051/93 dělí na normální (Gaussovo), trojúhelníkové (Simpsonovo), bimodální – trojúhelníkové, bimodální – Diracovo, rovnoměrné (pravoúhlé) a lichoběžníkové rozdělení. Grafická znázornění (obr. 2) jsou z TPM-0051/93. Kromě této normy existují další, které se odlišují v přístupu, například EA4/02 umožňuje použít pouze rovnoměrné rozdělení a norma ISO/IEC se zabývá více teoretickým hlediskem. [11]

Sumou nejistot typu A a B je kombinovaná standardní nejistota u_c . Udává pouze interval, v němž se s pravděpodobností 68 % vyskytuje skutečná hodnota měřené veličiny. V praxi se této nejistotě dává přednost.

Mimo předchozí standardní nejistoty se zavádí rozšířená standardní nejistota U pro případ, že je třeba zajistit vyšší pravděpodobnost správného výsledku měření.

Nejistota výsledku se odráží v nedokonalém poznání hodnoty měřené veličiny. Vliv mají jevy, které přispívají ke skutečnosti, že výsledek měření nelze charakterizovat jedinou hodnotou, souhrnně nazývané jako zdroje nejistot, které se ne vždy chovají navzájem nezávisle. Jako zdroje nejistot lze označit všechny jevy, které vzdalují naměřenou hodnotu od hodnoty skutečné. Důležitou roli sehrává měřicí metoda, tj. zda se jedná o přímé nebo nepřímé měření veličiny. Dále je nebezpečí výskytu některého zdroje chyb v obou typech standardních nejistot a případného opomenutí u jedné z nejistot, což může vést ke zkreslení.

Rozdělení	Z_{\max}	k	Rozdělení	Z_{\max}	k
normální (Gaussovo) 	a	3	rovnoměrné - pravouhlé 	a	$\sqrt{3}$ 1,73
trojúhelníkové (Simpsonovo) 	a	$\sqrt{6}$ 2,45	bimodální (trojúhelníkové) 	a	$\sqrt{2}$ 1,41
lichoběžníkové 	a	2,32 při $b = \frac{a}{3}$	bimodální (Diracovo) 	a	1
	a	2,19 při $b = \frac{a}{2}$			
	a	2,04 při $b = \frac{2a}{3}$			

Obr. 2 Přehled rozdělení [13]

Níže uvedené zdroje nejistot jsou jen vybraní zástupci, kteří se vyskytují nejčastěji:

- nedokonalá či neúplná definice měřené veličiny nebo její realizace;
- nevhodný výběr přístroje (nedostatečná rozlišovací schopnost, apod.);
- nevhodný (nereprezentativní) výběr vzorků měření;
- nevhodný postup při měření;
- zjednodušení, tj. zaokrouhlení, konstant a převzatých hodnot;

- linearizace, aproximace, interpolace nebo aproximace při vyhodnocení;
- neznámé nebo nekompensované vlivy prostředí;
- nedodržení shodných podmínek při opakovaných měřeních;
- subjektivní vlivy obsluhy;
- nepřesnost etalonů a referenčních materiálů.

1.3.1 Přímá měření

Velikost standardní nejistoty typu A měřené veličiny X je dána směrodatnou odchylkou výběrového průměru s_x vztahem

$$u_A = s_x = \frac{s_{x_i}}{\sqrt{n}} = \sqrt{\frac{1}{n \cdot (n-1)} \cdot \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}, \quad (15)$$

kde odhad hodnoty x je dán výběrovým průměrem \bar{x} z n naměřených hodnot x_i vztahem

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n x_i. \quad (16)$$

Nutnou podmínkou pro použití předchozích vztahů je dodržení minimálního počtu měření $n > 10$. Není-li možné ji dodržet ani učinit kvalifikovaný odhad na základě zkušenosti, lze použít vztah

$$u_A = k_s \cdot s_x, \quad (17)$$

kde je k_s ...koeficient závislý na počtu opakovaných měření (tab. 1).

Tab. 1 Hodnoty korekčních koeficientů pro různé počty opakovaných 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	7,0

Standardní nejistota typu B se stanoví následujícím postupem. Vytipují se možné zdroje nejistot Z_j , např. nedokonalé měřicí přístroje, použité měřicí metody, nepřesné hodnoty konstant, nebo způsob vyhodnocování, a odhadne se rozsah odchylek $\pm \Delta Z_{\max}$ od jmenovité hodnoty tak, aby překročení bylo málo pravděpodobné. Dále se odhadne, jakému rozdělení

pravděpodobnosti odpovídají odchylky ΔZ v intervalu $\pm \Delta Z_{\max}$ a určí se nejistoty zdrojů ze vztahu

$$u_{BZ} = \frac{\Delta Z_{\max}}{\chi}, \quad (18)$$

kde χ závisí na druhu rozdělení, např. $\chi = 2$ platí pro normální, $\chi = 1,73$ pro rovnoměrné a $\chi = 2,45$ pro trojúhelníkové rozdělení. Standardní nejistoty u_{BZ} se přepočítají na složky nejistoty měřené veličiny u_{BZj} a výsledná standardní nejistota typu B se vypočítá podle vztahu

$$u_B = \sqrt{\sum_{j=1}^m u_{BZj}^2}. \quad (19)$$

Kombinovaná standardní nejistota u_C se v praxi používá k vyjádření nejistoty typu A a typu B v jediném číselném údaji. Počítá se ze vztahu

$$u_C = \sqrt{(u_A^2 + u_B^2)}. \quad (20)$$

Výsledek měření ve tvaru $(y \pm u_C)$ definuje skutečnou hodnotu měřené veličiny s malou pravděpodobností, přibližně 68%. To je nedostatečné, proto je snaha stanovit interval, ve kterém se hodnota nachází s pravděpodobností blízkí se 100 %. Zavádí se tedy rozšířená nejistota U definovaná vztahem

$$U = k_u \cdot u_C. \quad (21)$$

kde k_u je koeficient rozšíření, který závisí na požadované pravděpodobnosti výskytu pravé hodnoty v intervalu daném nejistotou (tab. 2).

Tab. 2 Koeficienty rozšíření

koeficient rozšíření k_u	pravděpodobnost P
1,00	68,0 %
2,00	95,0 %
2,58	99,0 %
3,00	99,7 %

1.3.2 Nepřímá měření

Při zjišťování výsledné hodnoty veličiny V nepřímým měřením, se přímo měří veličiny X_j a parametry P_h , které veličinu vyjadřují vztahem

$$V = f(X_j, P_h). \quad (22)$$

Výsledkem měření je hodnota $\bar{v} = F(\bar{x}_j, p_h)$, kde \bar{x}_j jsou výběrové průměry jednotlivých měřených veličin a p_h jsou hodnoty parametrů P_h ovlivňujících měření.

Zákon šíření nejistot stanovuje postup, jak určit nejistotu veličiny, která je sama funkcí jiných veličin a jejich známých nejistot. Je-li výstupní veličina Y známou funkcí f vstupních veličin X_1, X_2, \dots, X_m takových, které lze přímo měřit nebo jejichž odhady, nejistoty a kovariance jsou známy z jiných zdrojů, potom

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_m). \quad (23)$$

Odhad y výstupní veličiny Y se určí ze vztahu

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_m), \quad (24)$$

kde x_1, x_2, \dots, x_m jsou odhady vstupních veličin X_1, X_2, \dots, X_m .

Nejistota odhadu y v případě, kdy odhady x_1, x_2, \dots, x_m jsou nekorelované se určí podle

$$u^2(y) = \sum_{i=1}^m A_i^2 \cdot u^2(x_i), \quad (25)$$

kde $u(x_i)$ jsou složky nejistot vstupních veličin a A_i citlivostní koeficienty.

V případě, kdy jsou vstupní veličiny x_1, x_2, \dots, x_m korelované, je nutné vzít v úvahu kovariance mezi jednotlivými odhady. Výsledná nejistota výstupní veličiny se určí ze vztahu

$$u^2(y) = \sum_{i=1}^m A_i^2 \cdot u^2(x_i) + 2 \cdot \sum_{i=2}^m \sum_{j<i}^{m-1} A_i \cdot A_j \cdot u(x_i, x_j), \quad (26)$$

kde $u(x_i)$ jsou složky nejistot vstupních veličin, A_i, A_j citlivostní koeficienty a $u(x_i, x_j)$ kovariance mezi navzájem korelovanými odhady x_i a x_j .

Citlivostní (převodové) koeficienty A_i jsou buď známy nebo se určí jako parciální derivace funkce y podle příslušné vstupní veličiny X_i vztahem

$$A_i = \frac{\partial f}{\partial X_i} = \frac{\partial f(X_1, X_2, \dots, X_m)}{\partial X_i}. \quad (27)$$

Musí se uvažovat i kovariance mezi jednotlivými odhady, protože tvoří další složky výsledné nejistoty, jak je vidět ze vztahu pro výpočet. Kovariance zahrnují vliv společných zdrojů nejistot vstupních veličin, udávají stupeň vazby společných zdrojů nejistot a mohou výslednou nejistotu zvětšit i zmenšit. Toto závisí na jejich charakteru, tj. na směru působení na uvažované odhady, a funkci, kterou jsou vázány na výstupní veličinu. Kovariance se stanovuje podobně jako nejistoty, tedy metodou A a B. Mezi odhady vstupních veličin x_i a x_j , které jsou představovány středními hodnotami, se kovariance určí metodou typu A ze vztahu

$$u_{AK}(x_i, x_j) = \frac{1}{n \cdot (n-1)} \cdot \sum_{k=1}^n (x_{ik} - \bar{x}_i) \cdot (x_{jk} - \bar{x}_j) \quad (28)$$

a metodou typu B čtením z katalogových listů, certifikátů, literatury apod., nebo výpočtem složeným z několika kroků. V prvním kroku se vytipují možné zdroje korelací a pro každou z dvojic odhadů se určí korelační koeficient $r(x_i, x_j)$. Korelační koeficient vyjadřuje míru stochastické závislosti odhadů a pohybuje se v intervalu hodnot $\langle -1; +1 \rangle$. Přitom krajní hodnoty znamenají silnou závislost a pro nezávislé odhady se korelace $r = 0$. Velikost kovariance se zjistí ze vztahu

$$u_{BK}(x_i, x_j) = r(x_i, x_j) \cdot u_B(x_i) \cdot u_B(x_j). \quad (29)$$

Dále se zkoumá, zda jsou vstupní veličiny X_1 a X_2 funkcí závislých, nebo nezávislých veličin Z_1, Z_2, \dots, Z_m , což lze vyjádřit vztahy

$$X_1 = g_1(Z_1, Z_2, \dots, Z_m) \quad (30)$$

a analogicky

$$X_2 = g_2(Z_1, Z_2, \dots, Z_m). \quad (31)$$

Odtud pro nezávislé veličiny platí vztah

$$u_{BK}(x_1, x_2) = \sum_{i=1}^m A_{1i} \cdot A_{2i} \cdot u_B^2(z_i), \quad (32)$$

kde A_{1i} , A_{2i} jsou koeficienty citlivosti pro funkce g_1 , g_2 . Takto lze v některých případech nahradit odhad korelačního koeficientu výpočtem. Stanovení kovariance u vstupních veličin

závislých na veličinách Z_1, Z_2, \dots, Z_m je složitější a vyžaduje vyšší znalost vzájemných vazeb.

Určuje se ze vztahu

$$\begin{aligned} u_{BK}(x_1, x_2) &= \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^m A_{1i} \cdot A_{2i} \cdot u_B(z_i, z_j) = \\ &= \sum_{i=1}^m A_{1i} \cdot A_{2i} \cdot u_B^2(z_i) + \sum_{i=1}^m \sum_{j=1, j \neq i}^m A_{1i} \cdot A_{2j} \cdot u_{BK}(z_i, z_j) \end{aligned} \quad (33)$$

kde $u_{BK}(z_i, z_j)$ je známá kovariance mezi odhady z_i, z_j . [13]

Není-li možné určit korelační koeficient metodami výše popsanými ani korelace z modelu měření vyloučit, stanovuje se „*maximální vliv korelace na výslednou nejistotu prostřednictvím horní hranice odhadu standardní nejistoty měřené veličiny*“ [13] vztahem

$$\begin{aligned} u_B^2(y) &\leq \left[|A_1 \cdot u_B(x_1)| + |A_2 \cdot u_B(x_2)| \right]^2 + \sum_{i=3}^m A_i^2 \cdot u_B^2(x_i) = \\ &= A_1^2 \cdot u_B^2(x_1) + A_2^2 \cdot u_B^2(x_2) + 2 \cdot |A_1 \cdot A_2| \cdot u_B(x_1) \cdot u_B(x_2) + \sum_{i=3}^m A_i^2 \cdot u_B^2(x_i) = . \quad (34) \\ &= \sum_{i=1}^m A_i^2 \cdot u_B^2(x_i) + 2 \cdot |A_1 \cdot A_2| \cdot u_B(x_1) \cdot u_B(x_2) \end{aligned}$$

Předpokládá se, že vstupní veličiny X_1 a X_2 jsou korelované, ale stupeň korelace není znám, a ostatní veličiny v uvažovaném modelu korelované nejsou.

Na závěr podkapitoly je zařazena zmínka o zdrojích korelací. Postihnout všechny kovariance v daném modelu je velmi složitá záležitost, protože část korelací se objevuje i tam, kde by to experimentátor či obsluha nečekali. Hlavním účelem se tedy stává určení nejdůležitějších, resp. nejvlivnějších vazeb mezi veličinami. Jako zdroje korelací se uvažuje opakované měření jedním měřidlem, opakované měření různými měřidly, měření kalibrovou sadou měřidel, nebezpečí povrchního úsudku apod. [13]

1.3.3 Zápís nejistot

Údaje o nejistotách musí obsahovat formulace a zápís výsledných hodnot, způsobu výpočtu a nutné informace o pramenech.

Výpočet je neoddělitelnou součástí zpracování nejistot. Při výpočtech se hodnoty koeficientů a nejistot zaokrouhlují na tři platné číslice. Udávaná výsledná nejistota se zaokrouhluje na dvě platné číslice a to tak, že se vybere celistvý násobek, který je k danému číslu nejbližší. Jsou-li oba násobky od zaokrouhlovaného čísla stejně vzdáleny, jsou možné dvě varianty:

1. Za zaokrouhlené číslo se zvolí sudý celistvý násobek. Této variantě se dává přednost. Např. pro interval zaokrouhlení 1 se čísla 13,5 a 14,5 zaokrouhlí na 14.

2. Za zaokrouhlené číslo se zvolí větší celistvý násobek. Pro předchozí případ se zaokrouhlením 13,5 dostane číslo 14 a pro 14,5 číslo 15.

Důležité je věnovat pozornost opakovanému zaokrouhlování a tedy možnému zkreslení výsledků, což vede k podstatnému nárůstu chyby. Lze udávat jak absolutní, tak relativní nejistoty. Při zápisu rozšířené nejistoty musí být uveden použitý koeficient rozšíření k_u , popř. odpovídající konfidenční pravděpodobnost.

Další částí jsou odkazy na použité normativní dokumenty. Některé z nich přímo předepisují náležitosti a formulace při udávání výsledků měření včetně nejistot.

Do certifikátů o kalibraci se také uvádí výsledek měření s rozšířenou nejistotou ve formě $(y \pm U)$ s nutným dodatkem.

Předpisy upravující vyjadřování nejistot měření v České republice reprezentují především Technické předpisy metrologické TPM řady 005x. Odtud postupně proniká do dalších norem přijímaných v rámci harmonizace s normami ISO a EN.

2 Experimentální část

Předmětem experimentální části je sledování chování dielektrických materiálů ve střídavém elektrickém poli ve frekvenčním rozsahu 20 Hz až 30 MHz, které odpovídá měření mostovými metodami. K měření jsou použity přístroje a elektrodové systémy pro měření kapalných a tuhých dielektrik od firmy Agilent.

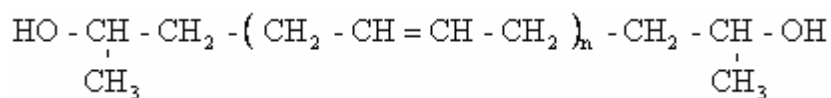
2.1 Vzorky

V experimentu jsou použity vzorky kapalného a tuhého dielektrického materiálu. V případě kapalin se jedná o oligobutadien KRASOL LBH 2000 firmy Synthos, Kralupy nad Vltavou, a druhým vzorkem je keramický materiál na bázi korundu.

2.1.1 Oligobutadien

KRASOL LBH [8] je kapalina s nízkou molekulovou hmotností polymeru butadienu s koncovými sekundárními skupinami, produkovanými speciální aniontovou polymerizační technologií. Řadí se mezi syntetické kaučuky, které obsahují dvojně vazby. Díky nízké molekulové hmotnosti je při okolní teplotě tekutý. Existují tři stupně oligobutadienu – KRASOL LBH 2000, KRASOL LBH 3000 a KRASOL LBH 5000, kde číslo indikuje relativní molekulovou hmotnost. V této práci je proměřen LBH 2000 a jeho vlastnosti jsou uvedeny v tab. 3.

Polymerní struktura tekutého oligobutadienu KRASOL LBH s krajními hydroxylovými skupinami je reprezentována zjednodušenou chemickou strukturou na obr. 3. Ve skutečnosti je složena z náhodně poskládaných 1,4 – cis, 1,4 – trans a 1,2 – mikrostruktur polybutadienu.



Obr. 3 Struktura oligobutadienu LBH α , ω – di(2 – hydroxyl) – polybutadiene

Při pokojové teplotě je KRASOL LBH průhledná, bezbarvá, viskózní kapalina konzistencí podobná medu, kterou nelze míchat s vodou a alkoholy. Naopak je kompatibilní s nepolárními organickými kapalinami, oleji a bitumeny. Polymer je schopen absorbovat velké množství olejů, uhlíkových sloučenin - sazí a plniv. Dále je snadno rozpustný v různých rozpouštědlech, včetně uhlovodíků, éterů a halogenovaných uhlovodíků. Chemická reaktivita koncových hydroxylových skupin stejně jako dvojných vazeb v hlavním řetězci polymeru umožňuje mnoho variant pro aplikaci. KRASOL LBH je chráněn proti tepelné degradaci

přidáním nestabilního antioxidantu, popř. může být stabilizován dalšími aditivy, např. proti UV radiaci nebo ozonu.

Tab. 3 Vybrané vlastnosti oligobutadienu LBH 2000

Vlastnost		KRASOL LBH 2000
průměrná molární hmotnost M		2100 g · mol ⁻¹
obsah skupin OH		51 mgKOH · g ⁻¹
Brookfieldova viskozita při $\vartheta = 25^{\circ}\text{C}$		13 Pa · s
mikrostruktury:	1,4 – cis	18 %
	1,4 – trans	17 %
	1,2 – (vinyl)	65 %
navlhavost		max. 0,04 % hm
hustota při $\vartheta = 20^{\circ}\text{C}$		0,9 g · cm ⁻³

Nejvýznamnější aplikací oligobutadienu je oblast výroby polyuretanů pro jejich specifickou strukturu, zejména převládá hydrofobní a kaučukovitý charakter, dále pro některé vynikající parametry, které nelze získat z éterů a esterů polyolů. Mezi nevýhody se řadí limitovaná mísitelnost s běžnými polárními látkami a tedy i přísný výběr komponent. Polyuretany založené na KRASOL LBH jsou charakterizovány vysokou hydrolytickou odolností (na rozdíl od klasických polyuretanů), velmi dobrou elasticitou, nízkou teplotní závislostí, velmi dobrými izolačními charakteristikami, nízkou propustností vlhkosti (permeabilitou) a odolností proti chemickým látkám. Pro přípravu polyuretanu jsou vhodné všechny jednokrokové a dvoukrokové techniky. Typickou aplikací KRASOL LBH a polyuretanů na něm založených jsou slévateľné polyuretanové a vstřikované elastomery, pojivo při výrobě kompozitních materiálů, vlastnost zlepšující hydrolytickou stabilitu polyuretanů založených na polyesterech a polyéterech, lepidla, pojivo pro nátěry a laky, přísada do ředitelných nátěrových hmot.

2.1.2 Korundová keramika

Keramické materiály se využívají v mnoha technologických oborech, jako je silnoproudá elektrotechnika, elektronika, chemický průmysl, nebo medicína. Nespornou výhodou je jejich chemická a teplotní odolnost a stálost fyzikálních parametrů.

Keramické díly pro elektrotechnický průmysl a další náročné aplikace se musí vyznačovat vlastnostmi vyžadovanými konečnou aplikací keramiky. Tyto vlastnosti jsou podmíněny použitím vhodného vstupního materiálu pro všechny typy keramik. Pro oxidovou (korundovou) keramiku se využívá korund Al_2O_3 v podobě nerostu, který má tvrdost 9 (podle Mohsovy stupnice tvrdosti) a vyniká chemickou a mechanickou odolností, pružností, velmi vysokou teplotou tání a nízkou délkovou teplotní roztažností.

Korundová keramika se řadí do skupiny oxidové keramiky na bázi Al_2O_3 . Vyznačuje se mikrostrukturou tvořenou převážně jedním oxidem. Normy IEC 672, nebo ČSN EN 60672 rozlišují tři typy korundové keramiky, označení odpovídá množství Al_2O_3 v směsi - C780, C786, C795 a C799 (80, 86, 95 a 99 % Al_2O_3). Vlastnosti jednotlivých typů jsou uvedeny v tab. 4. Používá se ve funkčních i konstrukčních aplikacích a pro technické účely. Představuje konstrukční keramický materiál, který má vysokou odolnost proti žáru, vysokou tvrdost, otěruvzdornost, mechanickou pevnost, vysoký izolační odpor, nízké dielektrické ztráty, je vakuotěsný a chemicky odolný. Používá se ve strojírenství, elektrotechnice a vakuové technice, dále v chemické a potravinářské výrobě. Korundová keramika je vhodným keramickým materiálem pro díly spájené s kovovými částmi. Mezi aplikace se řadí izolátory u zapalovacích svíček, řezné plátky k obrábění kovů, bioinertní náhrada kostních tkání, tavicí kelímky, konstrukční materiál pro součásti vysokoteplotních zařízení, průchodky signálů a plynů pro vakuovou techniku, v kombinaci s kovem jako pouzdra pro výkonové děliče atd. Hlavními technologickými postupy při výrobě keramiky jsou procesy lisování za sucha, izostatické lisování, tažení, obrábění, glazování, broušení atd. [16]

Tab. 4 Vlastnosti korundové keramiky [16]

název podle normy		C 780	C786	C795	C799	
parametr	jednotka					
obsah Al_2O_3	(%)	80	86	95	> 99	
délkový teplotní koeficient α	30 – 100 °C	(10^{-6} K^{-1})	5 – 7	5,5 – 7,5	5 – 7	5 – 7
	30 – 600 °C		6 – 8	6 – 8	6 – 8	7 – 8
součinitel tepelné vodivosti λ	$(\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1})$	10 – 16	14 – 24	16 – 28	19 – 30	
maximální teplota použití	(°C)	1400 – 1500	1400 – 1500	1400 – 1500	1400 – 1700	
ztrátový činitel $\text{tg } \delta$ při $f = 48 - 62 \text{ Hz}$	(10^{-3})	1	0,5	0,5	0,2	
permitivita ϵ' při $f = 48 - 62 \text{ Hz}$	(-)	8	9	9	9	
elektrická pevnost E_p	$(\text{kV} \cdot \text{mm}^{-1})$	10	15	15	17	
měrný odpor ρ_{20}	$(\Omega \cdot \text{m})$	10^{12}	10^{12}	10^{12}	10^{12}	
pórovitost p_a	max. Vol. %	0	0	0	0	
hustota ρ	$(\text{g} \cdot \text{cm}^{-3})$	3,2	3,4	3,5	3,7	
pevnost v ohybu σ	$(\text{N} \cdot \text{mm}^{-2})$	200	250	280	300	
Youngův modul pružnosti E	(GPa)	200	220	220 – 350	300 – 380	
tvrdost podle Vickerse	$(10^3 \text{ N} \cdot \text{mm}^{-2})$	12 – 15	12 – 15	12 – 20	17 – 23	

2.2 Zařízení pro měření ve frekvenční oblasti

Měření je realizováno ve frekvenční oblasti v rozsahu 20 Hz až 30 MHz na LCR metrech (Agilent 4284A, 4285A, E4980) [3], [4] [5] a elektrodovém systému pro měření kapalin (Agilent 16452A) [2] a tuhých dielektrik (Agilent 16451B) [1].

Měřicí přístroje umožňují současně sledovat hodnotu primární a sekundární veličiny, např. kombinace $C_p - D$, $L_s - R_s$ apod. Mezi vlastnosti využití v daném experimentu se řadí schopnost komunikace s osobním počítačem a s obslužným programem, pomocí kterého se provádí nastavení přístroje a zpětný záznam dat do tabulkového procesoru MS Excel.

Prvním z použitých přístrojů je LCR metr Agilent 4284A pracující ve frekvenčním rozsahu 20 Hz až 1 MHz a měřících napětích $5 \text{ mV}_{\text{rms}}$ až 2 V_{rms} .

Druhým v pořadí je LCR metr Agilent 4285A. Měřené frekvence se pohybují v rozsahu 75 kHz až 30 MHz a napětí v intervalu $5 \text{ mV}_{\text{rms}}$ až 2 V_{rms} .

Nejnovějším typem z použitých přístrojů je LCR metr Agilent E4980. Rozsah měřených frekvencí je od 20 Hz do 2 MHz a lze proměřit vzorek při hodnotách napětí signálu $5 \text{ mV}_{\text{rms}}$ až 5 V_{rms} . Samozřejmostí je i komunikace s osobním počítačem prostřednictvím některého z nabízených rozhraní – GBIB/LAN/USB.

Pro měření vzorků jsou využity tříelektrodové systémy. Pro kapalná dielektrika je využit elektrodový systém firmy Agilent 16452A. Výhodou je možnost výběru z distančních kroužků, tzn. volbu mezery mezi elektrodami. Elektrodový systém Agilent 16451B slouží pro velmi přesné měření tuhých dielektrik právě v kombinaci s LCR metry nebo impedančními analyzéry. Frekvenční rozsah obou elektrodových systémů se řídí podle parametrů přístroje a připojuje se pomocí čtyřvodičového zapojení, kdy se délka kabelu rovná $K_l = 1 \text{ m}$ a koaxiální konektory se skládají z napěťových H_{CUR} (High Current), H_{POT} (High Potencial) a z měřicích L_{POT} (Low Potencial), L_{CUR} (Low Current). Důvodem použití originálního kabelu je eliminace faktorů ovlivňujících měření hlavně na vysokých frekvencích, např. interference měřených signálů, vzájemná indukčnost, parazitní kapacity spojů apod.

Detailní popis funkcí a návod k obsluze jednotlivých přístrojů a elektrodových systémů je uveden v [3], [4], [5], [2] a [1].

K dosažení přesnosti dané výrobcem přístrojového vybavení je nutné nechat všechna zařízení po zapnutí stabilizovat po dobu minimálně třiceti minut a provést kalibrace. Přístroje Agilent obsahují tři druhy kalibrací – SHORT, OPEN a LOAD. Korekce SHORT (korekce nakrátko) odstraňuje chybu délky kabelu, resp. ztrátovou impedanci Z_s , která je popsána vlastním odporem R_s a střídavou složkou, indukčností L_s . V praxi se realizuje vodivým spojením napěťové a měřicí elektrody. Korekce OPEN (korekce naprázdno) odstraňuje chybu vzniklou rozptylovou admitancí Y_0 , která je popsána vzájemnou kapacitou C_0 a její vodivostí G_0 . Korekce LOAD se vykoná na třech frekvencích, které si obsluha přístroje zvolí. Vzhledem k povaze experimentu není korekce LOAD využita. Korekce mohou být použity ve dvou módech – v prvním případě se korekce vykoná na všech kmitočtech za pomoci interpolace a u druhé se specifikují frekvence, na které se aplikuje interpolační metoda; využita je prvně jmenovaná metoda.

Dále je možné využít několika nastavení a sledovat jejich vliv na měřené průběhy. Jednu skupinu nastavení tvoří měřicí módy SHORT, LONG a MEDIUM. V daném případě přístroje využívají vybranou variantu vnitřního A/D převodníku signálu z analogového na digitální. Integrační čas je obecně čas potřebný k A/D konverzi, delší doba tedy znamená přesnější hodnotu měřeného údaje. Využity jsou integrační doby SHORT, tj. nejkratší, a LONG, tj. nejdelší. Integrační doba MEDIUM nemá pro uvažovaný experiment zásadní význam. Druhou skupinou je interval měřících napětí určený použitým přístrojem, všechny LCR metry mají možnost využít rozsah napětí $V_s = 1 V_{rms}$, $2 V_{rms}$, Agilent E4980 také napětí $V_s = 5 V$.

2.2.1 Nepřesnost Agilent 4284A

Absolutní přesnost A_a přístroje Agilent 4284A je dána součtem relativní přesnosti A_e a kalibrační chyby A_{cal}

$$A_a = A_e + A_{cal} . \quad (35)$$

Tato přesnost se připočítává k primárně měřené veličině – kapacitě, indukčnosti, impedanci, admitanci, atd.

Relativní přesnost A_e lze vypočítat podle vztahu

$$A_e = \pm [A_b + (K_a + K_{aa} + K_b \cdot K_{bb} + K_c) \cdot 100 + K_d] \cdot K_t , \quad (36)$$

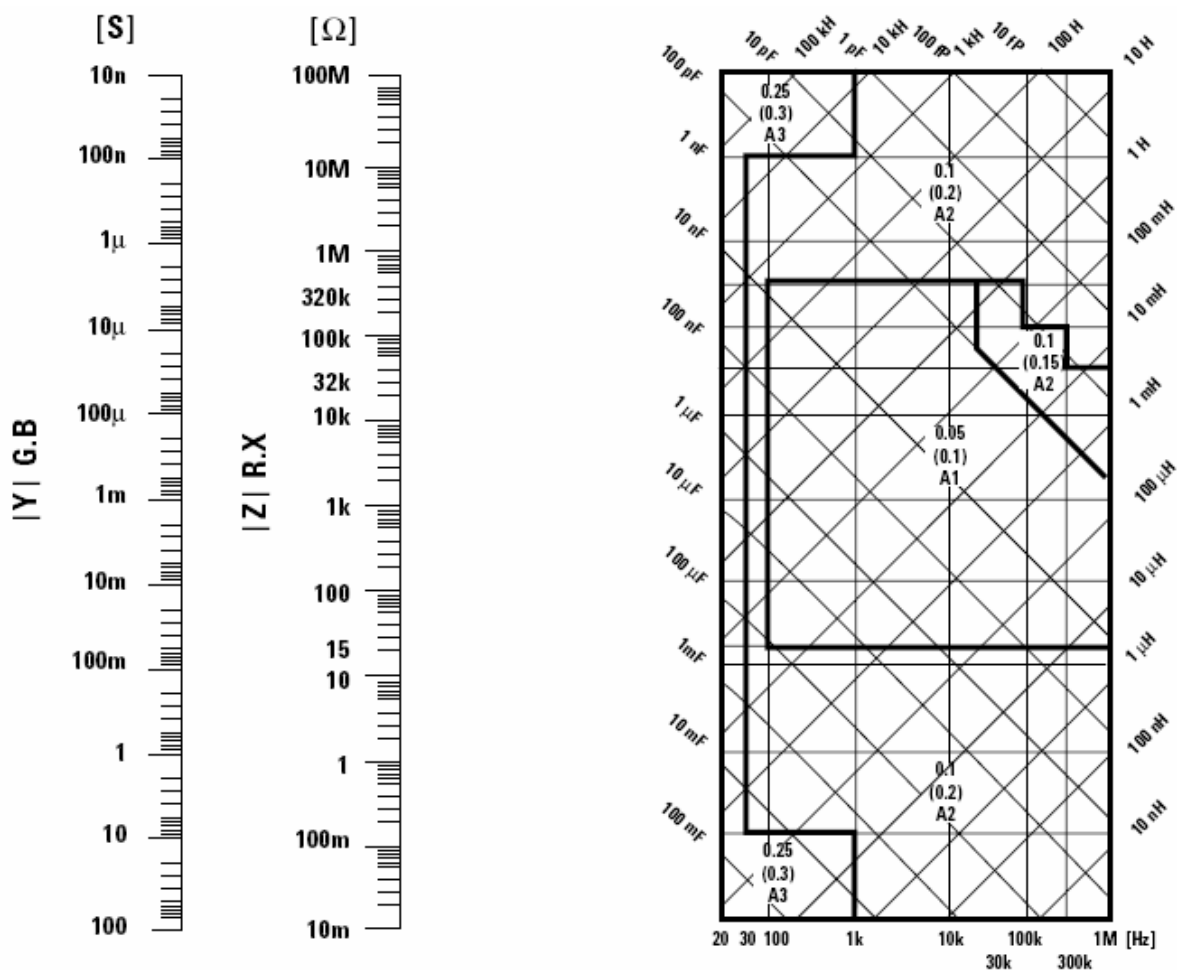
kde je A_b ...základní chyba, K_a ...koeficient zahrnující faktory při měření impedancí do 500Ω , K_{aa} ...koeficient zahrnující délku kabelu, K_b ...koeficient zahrnující faktory při měření impedancí nad 500Ω , K_{bb} ...koeficient zahrnující délku kabelu, K_c ...koeficient platný pro měření na jiných než kalibrovaných frekvencích, K_d ...koeficient délky kabelu, K_t ...koeficient teploty.

Jednotlivé části relativní přesnosti jsou definovány v následujícím textu.

Základní chyba A_b se určuje přímo z měřené hodnoty primární veličiny v závislosti na frekvenci. Leží v intervalu hodnot $A_b \in \langle 0,05; 0,1 \rangle$ a odečítá se z grafu na obr. 4.

Příklad, jak nalézt hodnotu základní chyby A_b v příslušném grafu, se skládá z vymezení oblasti, kde se protíná hodnota kapacity a frekvence, a z výběru jedné z hodnot, jejichž skladba je následující – první číslo platí, když se měřicí napětí pohybuje v rozmezí $0,3 V_{rms} \leq V_s \leq 1 V_{rms}$ a integrační doba je MEDIUM a LONG, číslo v závorce platí, když se

měřicí napětí pohybuje v rozmezí $0,3 V_{\text{rms}} \leq V_s \leq 1 V_{\text{rms}}$ a integrační doba je SHORT a posledním je koeficient A_i , který platí, pohybuje-li se měřicí napětí mimo interval $0,3 V_{\text{rms}} \leq V_s \leq 1 V_{\text{rms}}$; hodnoty A_1, A_2, A_3, A_4 se určují z tab. 5, tab. 6 a pomocná hodnota A_{it} z obr. 5.



Obr. 4 Graf pro určení základní chyby A_b LCR metru 4284A [3]

Tab. 5 Tabulka pro koeficienty A_1, A_2, A_3, A_4 pro měřicí módy LONG/MEDIUM

A_i	$V_s (V_{rms})$					
	5m – 12m	12m – 0,1	0,1 – 0,15	0,15 – 2	2 – 5	5 – 20
A_1	A_{il}	A_{il}	A_{il}	A_{il}	A_{il}	A_{il}
A_2	A_{il}^*	A_{il}^*	A_{il}	0,1	A_{il}	A_{il}^{**}
A_3	A_{il}	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25
A_4	A_{il}	A_{il}	A_{il}	0,1	A_{il}	A_{il}

Tab. 6 Tabulka pro koeficienty A_1, A_2, A_3, A_4 pro měřicí mód SHORT

A_i	$V_s (V_{rms})$				
	5m – 33m	33m – 0,15	0,15 – 2	2 – 5	5 – 20
A_1	A_{il}	A_{il}	A_{il}	A_{il}	A_{il}
A_2	A_{il}	A_{il}	0,2	A_{il}	A_{il}^{**}
A_3	A_{il}	0,3	0,3	0,3	0,3
A_4	A_{il}	A_{il}	$0,5 \cdot A_{il} + 0,1$	A_{il}	A_{il}

Poznámka k tab. 5, tab. 6:

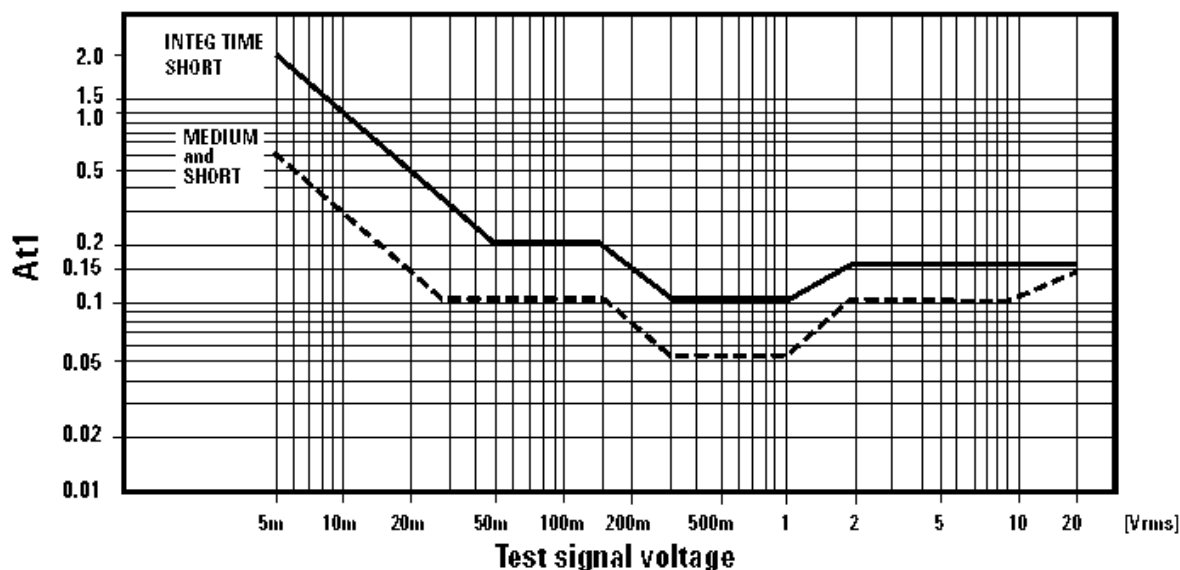
* V případě, že je $f_m < 300$ Hz, musí A_i násobit číslem:

$100 \text{ Hz} \leq f_m < 300 \text{ Hz}$: A_i se musí násobit číslem 2;

$f_m < 100 \text{ Hz}$: A_i se musí násobit číslem 2,5.

** V případě, že jsou splněny následující podmínky, musí se k A_i přičíst hodnota 0,15

- měřicí frekvence je v rozmezí $300 \text{ kHz} < f_m \leq 1 \text{ MHz}$;
- měřicí napětí je v rozmezí $5 V_{rms} \leq V_s \leq 20 V_{rms}$;
- modul měřené impedance $|Z_m| < 200 \Omega$.



Obr. 5 Závislost pro určení chyby A_b LCR metru 4284A [3]

Koeficienty zahrnující faktory při měření impedancí do 500Ω , nad 500Ω - K_a , K_b se uplatňují při měření na nízkých a vysokých impedancích. Koeficient K_a je prakticky zanedbatelný pro impedance vyšší než 500Ω , zatímco K_b se neprojeví při impedanci menší než 500Ω , viz. tab. 7. Velikost koeficientů se dělí podle měřicího módu a jednotlivé rovnice se liší podle použité frekvence, přičemž pro $f_m > 100 \text{ Hz}$ na kmitočtu nezávisí. Měřicí napětí se dosazuje v $V_s \approx 10^{-3} V_{\text{rms}}$.

K oběma koeficientům K_a i K_b se připočítává koeficient závisející na délce kabelu - K_{aa} (tab. 8) a K_{bb} (tab. 9). Do vztahů pro koeficienty se frekvence dosazuje v $f_m \approx 10^6 \text{ Hz}$.

Koeficient platný pro měření na jiných než kalibrovaných frekvencích K_c (tab. 10) se připočítává k relativní přesnosti A_e , měří-li se mimo nadefinované frekvence, než které jsou kalibrované (tab. 11).

Koeficient délky kabelu K_d (tab. 12) se uplatňuje, je-li délka kabelu mezi přístrojem a měřicím přípravkem jiná než $K_l = 0 \text{ m}$. Svými parametry (např. parazitními kapacitami) způsobuje chybu, která závisí na frekvenci. Do příslušných vztahů se frekvence dosazuje v jednotkách $f_m \approx 10^6 \text{ Hz}$.

Tab. 7 Tabulka pro stanovení koeficientů K_a , K_b

měřicí mód	f_m (Hz)	K_a	K_b
MEDIUM, LONG	$f_m < 100$	$\left(\frac{10^{-3}}{ Z_m }\right)\left(1 + \frac{200}{V_s}\right)\left(1 + \sqrt{\frac{100}{f_m}}\right)$	$ Z_m (1 \cdot 10^{-9})\left(1 + \frac{70}{V_s}\right)\left(1 + \sqrt{\frac{100}{f_m}}\right)$
	$100 < f_m \leq 100k$	$\left(\frac{10^{-3}}{ Z_m }\right)\left(1 + \frac{200}{V_s}\right)$	$ Z_m (1 \cdot 10^{-9})\left(1 + \frac{70}{V_s}\right)$
	$100k < f_m \leq 300k$	$\left(\frac{10^{-3}}{ Z_m }\right)\left(2 + \frac{200}{V_s}\right)$	$ Z_m (3 \cdot 10^{-9})\left(1 + \frac{70}{V_s}\right)$
	$300k < f_m \leq 1M$	$\left(\frac{10^{-3}}{ Z_m }\right)\left(3 + \frac{200}{V_s} + \frac{V_s^2}{10^8}\right)$	$ Z_m (10 \cdot 10^{-9})\left(1 + \frac{70}{V_s}\right)$
SHORT	$f_m < 100$	$\left(\frac{2,5 \cdot 10^{-3}}{ Z_m }\right)\left(1 + \frac{400}{V_s}\right)\left(1 + \sqrt{\frac{100}{f_m}}\right)$	$ Z_m (2 \cdot 10^{-9})\left(1 + \frac{100}{V_s}\right)\left(1 + \sqrt{\frac{100}{f_m}}\right)$
	$100 < f_m \leq 100k$	$\left(\frac{2,5 \cdot 10^{-3}}{ Z_m }\right)\left(1 + \frac{400}{V_s}\right)$	$ Z_m (2 \cdot 10^{-9})\left(1 + \frac{100}{V_s}\right)$
	$100k < f_m \leq 300k$	$\left(\frac{2,5 \cdot 10^{-3}}{ Z_m }\right)\left(2 + \frac{400}{V_s}\right)$	$ Z_m (6 \cdot 10^{-9})\left(1 + \frac{100}{V_s}\right)$
	$300k < f_m \leq 1M$	$\left(\frac{2,5 \cdot 10^{-3}}{ Z_m }\right)\left(3 + \frac{400}{V_s} + \frac{V_s^2}{10^8}\right)$	$ Z_m (20 \cdot 10^{-9})\left(1 + \frac{100}{V_s}\right)$

Tab. 8 Tabulka pro koeficient délky kabelu K_{aa}

V_s (V_{rms})	K_l (m)			
	0	1	2	4
≤ 2	0	0	$K_a / 2$	K_a
> 2	0	$\frac{2 \cdot 10^{-3} \cdot f_m^2}{ Z_m }$	$\frac{(1 + 5 \cdot f_m^2) \cdot 10^{-3}}{ Z_m }$	$\frac{(2 + 10 \cdot f_m^2) \cdot 10^{-3}}{ Z_m }$

Tab. 9 Tabulka pro koeficient délky kabelu K_{bb}

f_m (Hz)	K_l (m)			
	0	1	2	4
$0 \leq f_m \leq 100k$	1	$1 + 5 \cdot f_m$	$1 + 10 \cdot f_m$	$1 + 20 \cdot f_m$
$100k < f_m \leq 300k$	1	$1 + 2 \cdot f_m$	$1 + 4 \cdot f_m$	$1 + 8 \cdot f_m$
$300k < f_m \leq 1M$	1	$1 + 0,5 \cdot f_m$	$1 + 1 \cdot f_m$	$1 + 2 \cdot f_m$

Tab. 10 Tabulka pro koeficient uplatňující se na jiných než kalibrovaných frekvencích

f_m (Hz)	K_c
kalibrované frekvence	0
ostatní frekvence	0,0003

Tab. 11 Tabulka kalibrovaných frekvencí

f_m (Hz)	-	-	-	20	25	30	40	50	60	80
f_m (Hz)	100	120	150	200	250	300	400	500	600	800
f_m (kHz)	1	1,2	1,5	2	2,5	3,5	4	5	6	8
f_m (kHz)	10	12	15	20	25	35	40	50	60	80
f_m (kHz)	100	120	150	200	250	350	400	500	600	800
f_m (MHz)	1	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Tab. 12 Tabulka pro koeficient délky kabelu K_d

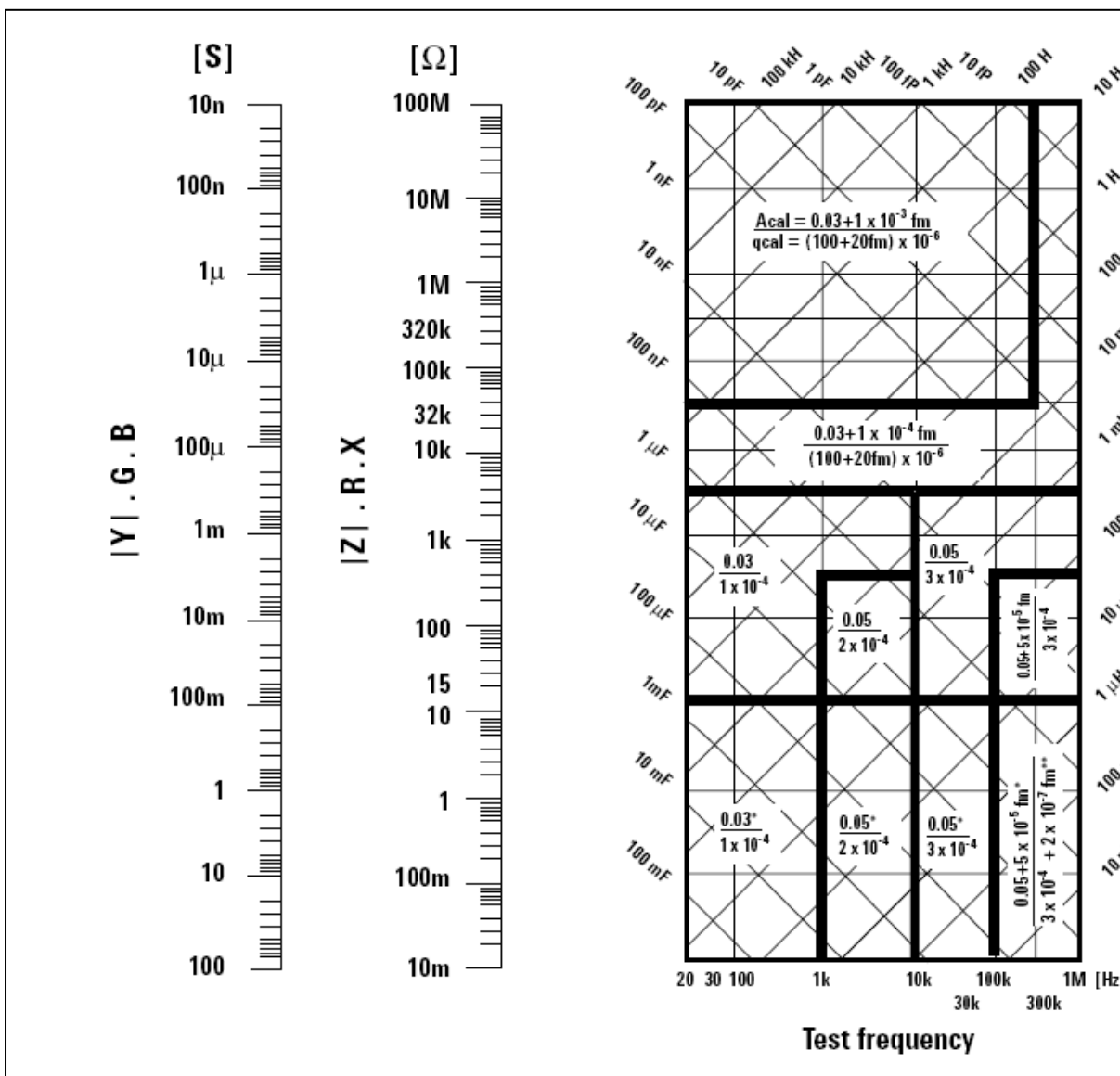
V_s (V _{rms})	K_l (m)		
	1	2	4
≤ 2	$2,5 \cdot 10^{-4} \cdot (1 + 50 \cdot f_m)$	$5 \cdot 10^{-4} \cdot (1 + 50 \cdot f_m)$	$1 \cdot 10^{-3} \cdot (1 + 50 \cdot f_m)$
> 2	$2,5 \cdot 10^{-3} \cdot (1 + 16 \cdot f_m)$	$5 \cdot 10^{-3} \cdot (1 + 16 \cdot f_m)$	$1 \cdot 10^{-2} \cdot (1 + 16 \cdot f_m)$

Koeficient teploty K_t je uveden v tab. 13. Přístroj pracuje v širokém rozmezí teplot, ale při nízkých, nebo naopak vysokých teplotách dochází k ovlivňování parametrů součástek a vzniku odchylek od správného určení měřené hodnoty. Koeficientem teploty se podle vztahu (36) pro A_e násobí všechny dříve uvedené koeficienty.

Tab. 13 Tabulka pro koeficient teploty K_t

ϑ (°C)	5 - 8	8 - 18	18 - 28	28 - 38	38 - 45
K_t (-)	4	2	1	2	4

Kalibrační chyba A_{cal} (obr. 6) je součástí chyby absolutní přístroje A_u a kalibrační chyba Θ_{cal} se připočítává k chybě měřené veličiny. Tato hodnota je v jednotkách (rad) a je tedy třeba přepočít na stupně pomocí vztahu $\Theta_{cal}(\text{deg}) = \frac{180}{\pi} \cdot \Theta_{cal}(\text{rad})$.



Obr. 6 Graf pro určení kalibrační chyby A_{cal} LCR metru 4284A [3]

Absolutní přesnost měřené kapacity C se počítá ze vztahu

$$C_a = A_e + A_{cal}, \quad (37)$$

kde je C_a ...absolutní přesnost kapacity.

Přesnost hodnoty ztrátového činitele $\text{tg } \delta$ se počítá podle vztahu (4) za podmínky, že je měřená hodnota $\text{tg } \delta_m \leq 0,1$:

$$\text{tg } \delta_a = \pm \frac{A_e}{100} + \Theta_{cal}, \quad (38)$$

kde je $\text{tg } \delta_a$...absolutní přesnost ztrátového činitele.

Je-li $\text{tg } \delta_m > 0,1$, potom se $\text{tg } \delta_a$ násobí výrazem $(1 + \text{tg } \delta_m)$.

2.2.2 Nepřesnost Agilent 4285A

Absolutní přesnost A_a přístroje 4285A je podle vztahu určena základní chybou A_b , která je závislá na délce kabelu K_d a koeficientu teploty K_t ,

$$A_a = \pm(A_b + K_d) \cdot K_t. \quad (39)$$

Základní chyba A_b je rovna jedné z hodnot A_1, A_2, \dots, A_{16} , které se určí podle tab. 15, kam se měřicí napětí dosazuje v jednotkách $V_s \approx 10^{-3} V_{\text{rms}}$ a frekvence v jednotkách $f_m \approx 10^6$ Hz. Výběr se řídí velikostí napětí měřicího signálu, dále se podle frekvence a naměřené hodnoty vybere koeficient A_i z obr. 7 pro napětí $V_s \leq 1 V_{\text{rms}}$ a z obr. 8 pro $V_s > 1 V_{\text{rms}}$ a dosadí se za koeficienty K_i, K_{osc} , popř. za K_i . Hodnoty koeficientů N_1, N_2 závisí na frekvenci a jejich hodnota je číselně rovna příslušným koeficientům uvedeným v tab. 14.

Tab. 14 Tabulka pro koeficienty N_1, N_2

f_m (Hz)	N_1	N_2
$75\text{k} \leq f_m \leq 200\text{k}$	0,15	0,15
$200\text{k} < f_m \leq 3\text{M}$	0,08	0,15
$3\text{M} < f_m \leq 5\text{M}$	0,15	0,38
$5\text{M} < f_m \leq 30\text{M}$	0,30	0,38

Tab. 15 Tabulka pro koeficienty A_i

$A_1 = N_1 \% + \left(\frac{f_m}{30}\right)^2 \cdot 3\% + \frac{50}{ Z_m } \left[0.02\% + \left(\frac{f_m}{30}\right) \cdot 0.1\% \right] \cdot K_i \cdot K_{osc}$	$A_9 = N_2 \% + \left(\frac{f_m}{30}\right)^2 \cdot 3\% + \frac{100}{ Z_m } \left[0.02\% + \left(\frac{f_m}{30}\right) \cdot 0.1\% \right] \cdot K_i$
$A_2 = N_1 \% + \left(\frac{f_m}{30}\right)^2 \cdot 3\% + \frac{ Z_m }{50} \left[0.02\% + \left(\frac{f_m}{30}\right) \cdot 0.05\% \right] \cdot K_i \cdot K_{osc}$	$A_{10} = N_2 \% + \left(\frac{f_m}{30}\right)^2 \cdot 3\% + \frac{ Z_m }{100} \left[0.02\% + \left(\frac{f_m}{30}\right) \cdot 0.05\% \right] \cdot K_i$
$A_3 = N_1 \% + \left(\frac{f_m}{5}\right)^2 \cdot 0.1\% + \frac{ Z_m }{500} \left[0.02\% + \left(\frac{f_m}{30}\right) \cdot 0.05\% \right] \cdot K_i \cdot K_{osc}$	$A_{11} = 0.18\% + \left(\frac{f_m}{5}\right)^2 \cdot 0.1\% + \frac{ Z_m }{1k} \left[0.02\% + \left(\frac{f_m}{30}\right) \cdot 0.05\% \right] \cdot K_i$
$A_4 = 0.3\% + \left(\frac{f_m}{30}\right)^2 \cdot 3\% + \frac{ Z_m }{500} \left[0.05\% + \left(\frac{f_m}{30}\right) \cdot 0.1\% \right] \cdot K_i \cdot K_{osc}$	$A_{12} = 0.3\% + \left(\frac{f_m}{30}\right)^2 \cdot 3\% + \frac{ Z_m }{1k} \left[0.05\% + \left(\frac{f_m}{30}\right) \cdot 0.1\% \right] \cdot K_i$
$A_5 = 0.18\% + \frac{ Z_m }{5k} \cdot 0.02\% \cdot K_i \cdot K_{osc}$	$A_{13} = 0.18\% + \frac{ Z_m }{10k} \cdot 0.02\% \cdot K_i$
$A_6 = 0.18\% + \left(\frac{f_m}{30}\right)^2 \cdot 3\% + \frac{ Z_m }{5k} \left[0.02\% + \left(\frac{f_m}{10}\right) \cdot 0.03\% \right] \cdot K_i \cdot K_{osc}$	$A_{14} = 0.18\% + \left(\frac{f_m}{30}\right)^2 \cdot 3\% + \frac{ Z_m }{10k} \left[0.02\% + \left(\frac{f_m}{10}\right) \cdot 0.03\% \right] \cdot K_i$
$A_7 = 0.5\% + \left(\frac{f_m}{30}\right)^2 \cdot 3\% + \frac{ Z_m }{5k} \cdot \left(\frac{f_m}{30}\right) \cdot 0.2\% \cdot K_i \cdot K_{osc}$	$A_{15} = 0.5\% + \left(\frac{f_m}{30}\right)^2 \cdot 3\% + \frac{ Z_m }{10k} \cdot \left(\frac{f_m}{30}\right) \cdot 0.2\% \cdot K_i$
$A_8 = 0.18\% + \frac{ Z_m }{50k} \cdot 0.03\% \cdot K_i \cdot K_{osc}$	$A_{16} = 0.18\% + \frac{ Z_m }{100k} \cdot 0.03\% \cdot K_i$

Koeficient délky kabelu K_d je závislý na měřicí frekvenci, počítá-li se s přidavnou chybou, která se uplatňuje při impedancích vyšších než $5 \text{ k}\Omega$, objevuje se vliv $|Z_m|$ a délky kabelu K_l . Koeficient se uplatní při délce kabelu 1 m, 2 m a zároveň při zapnutých korekcích OPEN/SHORT. Je-li délka kabelu 0 m, $K_d = 0\%$. V ostatních případech se stanovuje podle vztahu

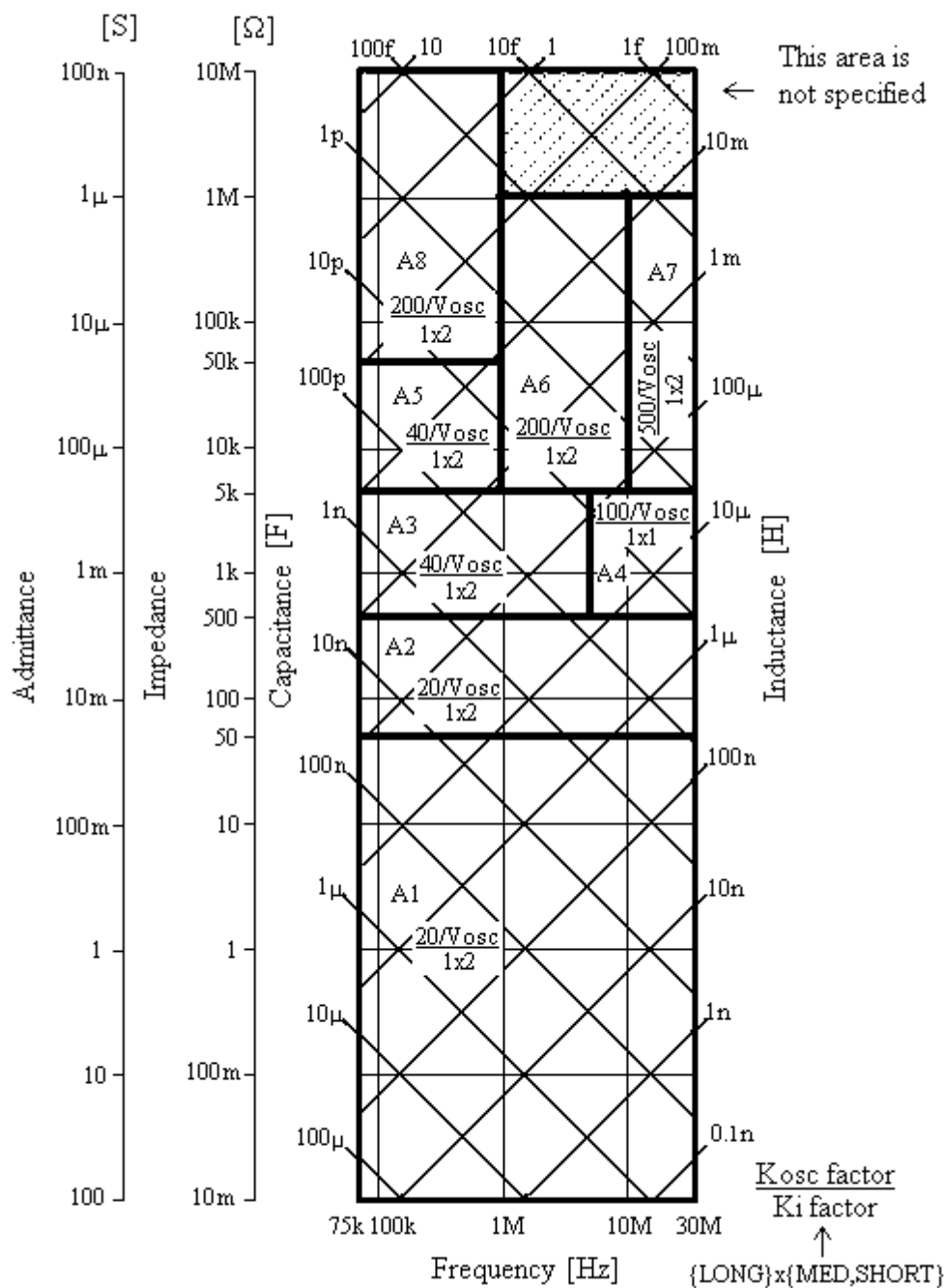
$$K_d = \frac{f_m}{15} + K_{d0}, \quad (40)$$

kde je K_{d0} ...přidavná chyba při impedancích vyšších než $5 \text{ k}\Omega$ a f_m se dosazuje v jednotkách $f_m \approx 10^6 \text{ Hz}$.

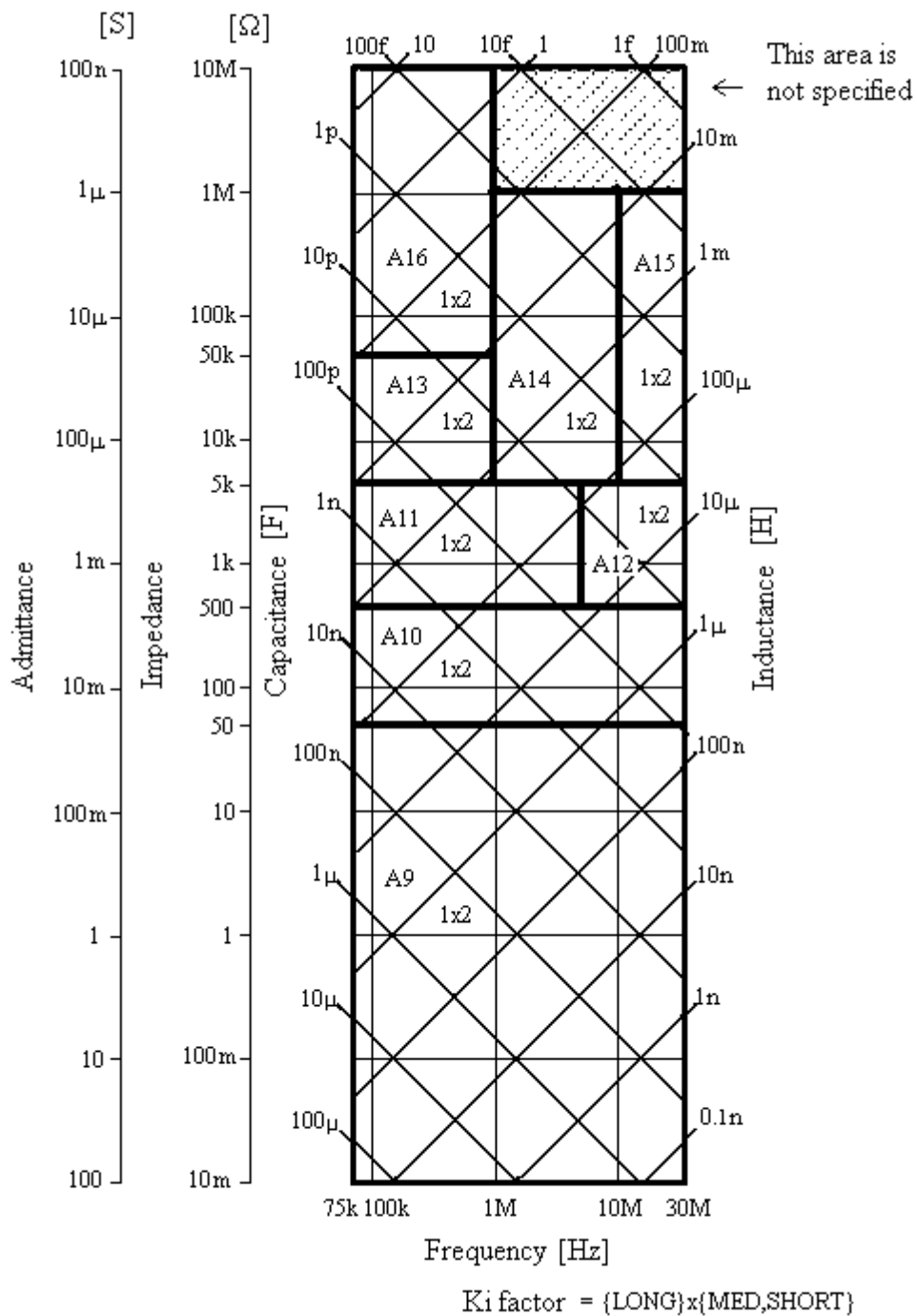
Přidavná chyba se počítá

$$K_{d0} = \frac{|Z_m| \cdot f_m \cdot K_l}{1000}, \quad (41)$$

kde je $|Z_m|$...modul měřené impedance, dosazuje se v jednotkách $|Z_m| \approx 10^3 \Omega$; f_m se dosazuje v jednotkách $f_m \approx 10^6 \text{ Hz}$; K_l ...délka kabelu.



Obr. 7 Graf pro určení základní chyby A_b LCR metru 4285A pro $V_s \leq 1 V_{rms}$ [4]



Obr. 8 Graf pro určení základní chyby A_b LCR metru 4285A pro $V_s > 1 V_{rms}$ [4]

Koeficientem teploty K_t (tab. 16) se násobí základní chyba a koeficient délky kabelu. Hraniční teploty se vždy zahrnují do intervalu s nižším koeficientem K_t .

Tab. 16 Tabulka pro koeficient teploty K_t

ϑ (°C)	0 - 8	8 - 18	18 - 28	28 - 38	38 - 48	48 - 55
K_t (-)	3	2	1	2	3	4

Přesnost hodnoty kapacity C odpovídá přesnosti absolutní A_a : $C_a \approx A_a$.

Přesnost hodnoty ztrátového činitele $\text{tg } \delta$ se počítá dle vztahu (42) za podmínky, že je měřená hodnota $\text{tg } \delta_m \leq 0,1$:

$$\text{tg } \delta_a = \pm \frac{A_a}{100}. \quad (42)$$

Je-li $\text{tg } \delta_m > 0,1$, potom se $\text{tg } \delta_a$ násobí výrazem $(1 + \text{tg } \delta_m)$.

2.2.3 Nepřesnost Agilent E4980

Absolutní přesnost A_a přístroje E4980 se vypočítá podle vztahu podobného u předchozích přístrojů

$$A_a = A_e + A_{cal}, \quad (43)$$

kde je A_e ...relativní přesnost, A_{cal} ...chyba kalibrační.

Relativní přesnost A_e se dále zjišťuje podle vztahu

$$A_e = \left[A_b + \frac{Z_s}{|Z_m|} \cdot 100 + Y_0 \cdot |Z_m| \cdot 100 \right] \cdot K_t, \quad (44)$$

kde je A_b ...základní chyba, Z_s ...SHORT offset, tj. impedance při zapojení nakrátko, $|Z_m|$...modul měřené impedance, Y_0 ...OPEN offset, tj. admitance při zapojení naprázdno, K_t ...koeficient teploty.

Základní chyba A_b se zvlášť určuje pro měřicí mód SHORT (tab. 17) a pro MEDIUM, LONG (tab. 18). Je to procentní chyba při daném napětí a frekvenci.

Tab. 17 Tabulka korekcí pro měřicí mód SHORT

f_m (Hz)	V_s (V_{rms})				
	5m – 50m	50m – 0.3	0.3 – 1	1 – 10	10 – 20
20 - 125	$(0,6\%) \cdot (50\text{ m} / V_s)$	0,60 %	0,30 %	0,30 %	0,30 %
125 - 1M	$(0,2\%) \cdot (50\text{ m} / V_s)$	0,20 %	0,10 %	0,15 %	0,15 %
1M - 2M	$(0,4\%) \cdot (50\text{ m} / V_s)$	0,40 %	0,20 %	0,30 %	0,30 %

Tab. 18 Tabulka korekcí pro měřicí módy MEDIUM, LONG

f_m (Hz)	V_s (V_{rms})				
	5m – 30m	30m – 0.3	0.3 – 1	1 – 10	10 – 20
20 - 100	$(0,25\%) \cdot (30\text{ m} / V_s)$	0,25 %	0,10 %	0,15 %	0,15 %
100 - 1M	$(0,1\%) \cdot (30\text{ m} / V_s)$	0,10 %	0,05 %	0,10 %	0,15 %
1M - 2M	$(0,2\%) \cdot (30\text{ m} / V_s)$	0,20 %	0,10 %	0,20 %	0,30 %

Nepřesnost impedance Z je dána hodnotou měřené, resp. počítané, impedance a připočítává se k základní chybě v případě, že je impedance počítaná v rozmezí $0 < |Z_m| < 30 \Omega$ (tab. 19) nebo $|Z_m| > 9,2 \text{ k}\Omega$ (tab. 20).

Tab. 19 Korekce měřené impedance $|Z_m| < 30 \Omega$

f_m (Hz)	$ Z_m $ (Ω)	
	$1,08 \Omega < Z_m < 30 \Omega$	$ Z_m \leq 1,08 \Omega$
20 – 1M	0,05 %	0,10 %
1M – 2M	0,10 %	0,20 %

Tab. 20 Korekce měřené impedance $|Z_m| > 92 \text{ k}\Omega$

f_m (Hz)	$ Z_m $ (Ω)	
	$9,2 \text{ k}\Omega \leq Z_m < 92 \Omega$	$92 \text{ k}\Omega \leq Z_m $
20 – 100k	0 %	0,05 %
100k – 1M	0,05 %	0,05 %
1M – 2M	0,10 %	0,10 %

Koeficient délky kabelu K_d , který se připočítává k základní chybě A_b pro každý metr délky, je dán vztahem

$$K_d = 0,015 (\%) \cdot \left(\frac{f_m}{10^6} \right)^2 \cdot K_l^2, \quad (45)$$

kde f_m ...měřicí frekvence a K_l ...délka kabelu.

Impedance při zapojení nakrátko Z_s (tab. 21, tab. 22) koriguje hodnotu měřené impedance, je nezávislá na frekvenci a dělí se podle měřicího módu.

Tab. 21 Tabulka pro korekce impedance $Z_m > 1,08 \Omega$

f_m (Hz)	měřicí mód	
	SHORT	MEDIUM, LONG
20 – 2M	$2,5 \text{ m}\Omega \cdot (1 + 0,4/V_s) \cdot (1 + \sqrt{1000/f_m})$	$0,6 \text{ m}\Omega \cdot (1 + 0,4/V_s) \cdot (1 + \sqrt{1000/f_m})$

Tab. 22 Tabulka pro korekce impedance $Z_m < 1,08 \Omega$

f_m (Hz)	měřicí mód	
	SHORT	MEDIUM, LONG
20 – 2M	$1 \text{ m}\Omega \cdot (1 + 1/V_s) \cdot (1 + \sqrt{1000/f_m})$	$0,2 \text{ m}\Omega \cdot (1 + 1/V_s) \cdot (1 + \sqrt{1000/f_m})$

Koeficient délky kabelu K_d (tab. 23) se připočítává k Z_s , není závislý na měřicím módu, ale na kmitočtu měření.

Tab. 23 Tabulka pro koeficient délky kabelu

f_m (Hz)	K_l (m)			
	0	1	2	4
20 – 1M	0	0,25 mΩ	0,5 mΩ	1 mΩ
1M – 2M	0	1 mΩ	2 mΩ	4 mΩ

Admitance při zapojení naprázdno Y_0 je primárně rozdělena měřicím napětím V_s - $V_s \leq 2 V_{\text{rms}}$ (tab. 24), $V_s > 2 V_{\text{rms}}$ (tab. 25) a podobně jako impedance Z_s závislá na měřicím módu SHORT a MEDIUM, LONG. Koeficient délky kabelu K_d (tab. 26) se násobí s Y_0 .

Tab. 24 Tabulka OPEN offset při $V_s \leq 2,0 V_{\text{rms}}$

f_m (Hz)	měřicí mód	
	SHORT	MEDIUM, LONG
20 – 100k	$2 \text{ nS} \cdot (1 + 0,100/V_s) \cdot (1 + \sqrt{100/f_m})$	$0,5 \text{ nS} \cdot (1 + 0,100/V_s) \cdot (1 + \sqrt{100/f_m})$
100k – 1M	$20 \text{ nS} \cdot (1 + 0,100/V_s)$	$5 \text{ nS} \cdot (1 + 0,100/V_s)$
1M – 2M	$40 \text{ nS} \cdot (1 + 0,100/V_s)$	$10 \text{ nS} \cdot (1 + 0,100/V_s)$

Tab. 25 Tabulka OPEN offset při $V_s > 2,0 V_{\text{rms}}$

f_m (Hz)	měřicí mód	
	SHORT	MEDIUM, LONG
20 – 100k	$2 \text{ nS} \cdot (1 + 2/V_s) \cdot (1 + \sqrt{100/f_m})$	$0,5 \text{ nS} \cdot (1 + 2/V_s) \cdot (1 + \sqrt{100/f_m})$
100k – 1M	$20 \text{ nS} \cdot (1 + 2/V_s)$	$5 \text{ nS} \cdot (1 + 2/V_s)$
1M – 2M	$40 \text{ nS} \cdot (1 + 2/V_s)$	$10 \text{ nS} \cdot (1 + 2/V_s)$

Tab. 26 Tabulka pro koeficient délky kabelu

f_m (Hz)	K_l (m)			
	0	1	2	4
100 – 100k	1	$1 + 5 \cdot f_m / 1 \text{ MHz}$	$1 + 10 \cdot f_m / 1 \text{ MHz}$	$1 + 20 \cdot f_m / 1 \text{ MHz}$
100k – 1M	1	$1 + 0,5 \cdot f_m / 1 \text{ MHz}$	$1 + 1 \cdot f_m / 1 \text{ MHz}$	$1 + 2 \cdot f_m / 1 \text{ MHz}$
1M – 2M	1	$1 + 1 \cdot f_m / 1 \text{ MHz}$	$1 + 2 \cdot f_m / 1 \text{ MHz}$	$1 + 4 \cdot f_m / 1 \text{ MHz}$

Koeficient teploty K_t (tab. 27) určuje optimální rozsah $(18 \div 28)^\circ\text{C}$ z celého možného intervalu teplot udávaného výrobcem. Hraniční teploty se vždy zahrnují do intervalu s nižším koeficientem.

Tab. 27 Tabulka pro koeficient teploty K_t

ϑ ($^\circ\text{C}$)	0 – 18	18 – 28	28 – 55
K_t (-)	4	1	4

Chyba kalibrační A_{cal} závisí na rozsahu nastavených impedancí, druhou složkou je chyba kalibrační Θ_{cal} použitá pro určení přesnosti sekundární měřené veličiny (tab. 28 až tab. 32). Je-li měřená impedance na hranici intervalu, používá se nižší hodnota impedančního rozsahu. Do vztahů v tab. 28 až tab. 32 se frekvence dosazuje v $f_m \approx 10^3$ Hz.

Tab. 28 Tabulka pro výpočet kalibrační přesnosti; impedanční rozsah $Z = 0,1; 1; 10 \Omega$

	f_m (Hz)					
	20 – 1k	1k – 10k	10k – 100k	100k – 300k	300k – 1M	1M - 2M
$ Z_m $ (%)	0,03	0,05	0,05	$0,05 + 5 \cdot 10^{-5} \cdot f_m$	$0,05 + 5 \cdot 10^{-5} \cdot f_m$	$0,1 + 1 \cdot 10^{-4} \cdot f_m$
Θ (rad)	10^{-4}	$2 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-4} + 2 \cdot 10^{-7} \cdot f_m$	$3 \cdot 10^{-4} + 2 \cdot 10^{-7} \cdot f_m$	$6 \cdot 10^{-4} + 4 \cdot 10^{-7} \cdot f_m$

Tab. 29 Tabulka pro výpočet kalibrační přesnosti; impedanční rozsah $Z = 100 \Omega$

	f_m (Hz)					
	20 – 1k	1k – 10k	10k – 100k	100k – 300k	300k – 1M	1M - 2M
$ Z_m $ (%)	0,03	0,05	0,05	$0,05 + 5 \cdot 10^{-5} \cdot f_m$	$0,05 + 5 \cdot 10^{-5} \cdot f_m$	$0,1 + 1 \cdot 10^{-4} \cdot f_m$
Θ (rad)	10^{-4}	$2 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-4}$	$6 \cdot 10^{-4}$

Tab. 30 Tabulka pro výpočet kalibrační přesnosti; impedanční rozsah $Z = 300 \Omega; 1 \text{ k}\Omega$

	f_m (Hz)					
	20 – 1k	1k – 10k	10k – 100k	100k – 300k	300k – 1M	1M - 2M
$ Z_m $ (%)	0,03	0,03	0,05	0,05	0,05	0,1
Θ (rad)	10^{-4}	$2 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-4}$	$6 \cdot 10^{-4}$

Tab. 31 Tabulka pro výpočet kalibrační přesnosti; impedanční rozsah $Z = 3 \text{ k}\Omega; 10 \text{ k}\Omega$

	f_m (Hz)			
	20 – 100k	100k – 300k	300k – 1M	1M - 2M
$ Z_m $ (%)	$0,03 + 10^{-4} \cdot f_m$	$0,03 + 10^{-4} \cdot f_m$	$0,03 + 10^{-4} \cdot f_m$	$0,06 + 2 \cdot 10^{-4} \cdot f_m$
Θ (rad)	$(100 + 2,5 \cdot f_m) \cdot 10^{-6}$	$(100 + 2,5 \cdot f_m) \cdot 10^{-6}$	$(100 + 2,5 \cdot f_m) \cdot 10^{-6}$	$(200 + 5 \cdot f_m) \cdot 10^{-6}$

Tab. 32 Tabulka pro výpočet kalibrační přesnosti; impedanční rozsah $Z = 30 \text{ k}; 100 \text{ k}\Omega$

	f_m (Hz)			
	20 – 100k	100k – 300k	300k – 1M	1M - 2M
$ Z_m $ (%)	$0,03 + 10^{-3} \cdot f_m$	$0,03 + 10^{-3} \cdot f_m$	$0,03 + 10^{-4} \cdot f_m$	$0,06 + 2 \cdot 10^{-4} \cdot f_m$
Θ (rad)	$(100 + 20 \cdot f_m) \cdot 10^{-6}$	$(100 + 20 \cdot f_m) \cdot 10^{-6}$	$(100 + 2,5 \cdot f_m) \cdot 10^{-6}$	$(200 + 5 \cdot f_m) \cdot 10^{-6}$

Absolutní přesnost měřené kapacity C se počítá dle vztahu

$$C_a = A_e + A_{cal}, \quad (46)$$

kde je C_a ...absolutní přesnost kapacity.

Přesnost hodnoty ztrátového činitele $\text{tg } \delta$ se počítá dle vztahu (47) za podmínky, že je měřená hodnota $\text{tg } \delta_m \leq 0,1$:

$$\text{tg } \delta_a = \pm \frac{A_e}{100} + \Theta_{cal}, \quad (47)$$

kde je $\text{tg } \delta_a$...absolutní přesnost ztrátového činitele.

Je-li $\text{tg } \delta_m > 0,1$, potom se $\text{tg } \delta_a$ násobí výrazem $(1 + \text{tg } \delta_m)$.

2.2.4 Nepřesnost elektrodového systému Agilent 16452A

Absolutní přesnost elektrodového systému A_a pro měření kapalin je definována jako

$$A_a = A + B, \quad (48)$$

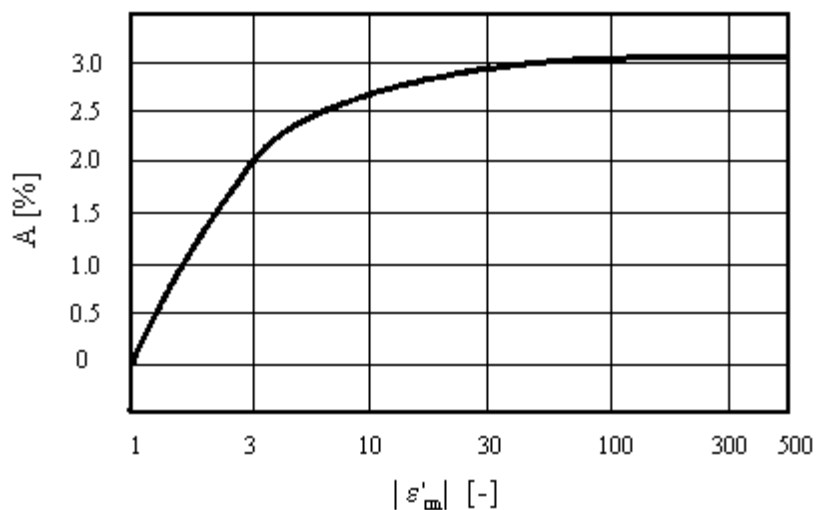
kde je A ...hodnota odečtená z obr. 9, B ...hodnota odečtená z obr. 10. Přičemž chyba A je závislá na permitivitě a chyba B na frekvenci.

Hodnotu A lze, mimo odečtu z grafu, získat výpočtem ze vztahu

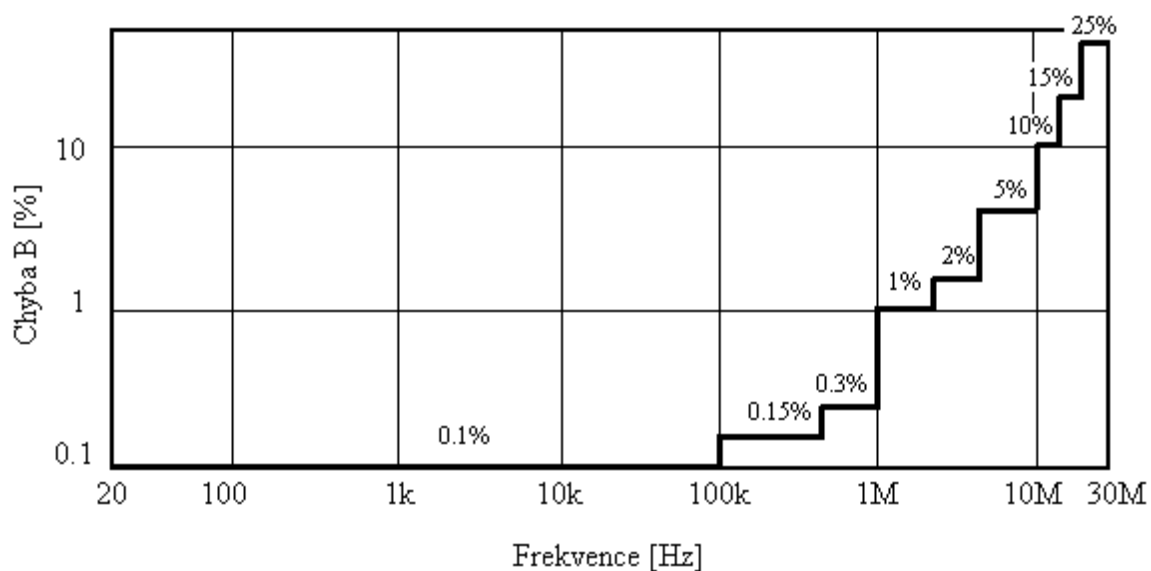
$$A = \left(\frac{100 \cdot |\epsilon^*|}{97,0442 \cdot |\epsilon^*| + 2,9558} - 1 \right) \cdot 100, \quad (49)$$

kde se po odvození modul permitivity $|\varepsilon^*|$ získá ze vztahu

$$|\varepsilon^*| = \sqrt{\frac{C^2 \cdot (1 + \operatorname{tg} \delta)^2}{C_0^2}}. \quad (50)$$



Obr. 9 Závislost chyby A přípravku na frekvenci [2]



Obr. 10 Závislost chyby B přípravku na frekvenci [2]

2.2.5 Nepřesnost elektrodového systému Agilent 16451B

Elektrodový systém lze využít pro měření třemi různými způsoby; kontaktní metodou využívající pevné kovové elektrody, nebo druhou kontaktní metodou, kdy jsou na materiálu vytvořeny tenké filmové elektrody, a bezkontaktní metodou, kde se záměrně vytvoří vzduchová mezera mezi elektrodou a materiálem.

První kontaktní metoda využívá kovové elektrody, které jsou v přímém kontaktu s povrchem materiálu. Metoda je aplikovatelná na tenké, hladké a mírně stlačitelné tuhé materiály. Mezi výhody patří jednoduchý proces měření kapacity, přičemž není nutné aplikovat napařené elektrody a rovněž vztahy určené pro výpočet relativní permitivity jsou jednoduché. Nevýhodou je přítomnost vzduchové mezery mezi elektrodami a povrchem materiálu vnášející dodatečnou chybu měření. Elektrody využitelné pro danou metodu existují ve dvojnásobném provedení.

Ostatní metody nejsou předmětem experimentální práce a jejich popis lze nalézt v [1].

Pro výše popsanou metodu platí vztah pro výpočet permitivity

$$\varepsilon' = \frac{t_a \cdot C}{S \cdot \varepsilon_0} = \frac{t_a \cdot C}{\pi \cdot \left(\frac{d}{2}\right)^2 \cdot \varepsilon_0 \cdot \alpha}, \quad (51)$$

kde je t_a ...průměrná tloušťka materiálu, C ...měřená kapacita, S ...plocha měřicí elektrody, d ...průměr měřicí elektrody a α ...konstanta pro efektivní plochu elektrody. Ochranná elektroda částečně redukuje vlivy způsobené rozptylovou kapacitou na okrajových hranách elektrod a současně vytváří zdánlivě větší plochu měřicí elektrody. Míra ovlivnění měřené kapacity ochrannou elektrodou se zahrnuje do konstanty pro efektivní plochu elektrody α , který nabývá pro relativní permitivity materiálů $\varepsilon' \approx 1$ hodnot podle vztahu

$$\alpha_a = \left(1 + \frac{g}{d} \cdot B_a\right)^2 \quad (52)$$

a pro relativní permitivity $\varepsilon' \gg 1$ podle vztahu

$$\alpha_b = \left(1 + \frac{g}{d} \cdot B_b\right)^2. \quad (53)$$

Konstanty B_a , B_b se počítají podle vztahů

$$B_a = 1 - \frac{\pi}{2} \cdot \arctan\left(\frac{g}{2 \cdot t}\right) + \frac{\pi}{2} \cdot \frac{t}{g} \cdot \ln\left[1 + \left(\frac{g}{2 \cdot t}\right)^2\right], \quad (54)$$

$$B_b = 1 - \frac{4}{\pi} \cdot \frac{t}{g} \cdot \ln\left[\cosh\left(\frac{\pi \cdot g}{4 \cdot t}\right)\right], \quad (55)$$

kde g ...mezera mezi měřicí a ochrannou elektrodou, t ...tloušťka materiálu odpovídající tloušťce t_a pro kontaktní metodu.

Vybrané konstanty pro efektivní plochu α_a , α_b jsou uvedeny v tab. 33 a slouží k redukci vlivu rozptylové kapacity, započítávají se do vztahu pro výpočet relativní permitivity.

Tab. 33 Vybrané konstanty pro efektivní plochu

t_a (mm)	α_i pro $\varepsilon' = \varepsilon'_{vz}$	α_i pro $\varepsilon' \gg \varepsilon'_{vz}$
0,6	1,0100	1,0092
0,3	1,0095	1,0079

Zdrojem nepřesnosti se stává tolerance rozměrů elektrod, která je u použité elektrody daná výrobcem hodnotou $\pm 0,13$ % .

Přesnost elektrodového systému při měření kontaktními metodami se stanovuje zvlášť pro C a $\text{tg } \delta$. Pro odchylku kapacity platí vztah za podmínky, že měřená hodnota ztrátového činitele $\text{tg } \delta_m \leq 0,1$:

$$C_{as} = C_a + 0,04 \cdot f_m^2 \cdot \varepsilon' \cdot \varepsilon_0 \cdot \frac{\pi \cdot \left(\frac{d}{2}\right)^2}{t_a} + \frac{100 \cdot (\varepsilon' - 1)}{\varepsilon' + \frac{t_a}{0,01}} \quad (56)$$

a přesnost ztrátového činitele $\text{tg } \delta$ pro tutéž podmínku je dána součtem

$$\text{tg } \delta_{as} = \text{tg } \delta_a + E_a + E_b, \quad (57)$$

kde E_a , E_b jsou koeficienty získané ze vztahů

$$E_a = 0,005 + 0,0004 \cdot f_m^2 \cdot \varepsilon' \cdot \varepsilon_0 \cdot \frac{\pi \cdot \left(\frac{d}{2}\right)^2}{t_a}, \quad (58)$$

$$E_b = \frac{\operatorname{tg} \delta}{100} \cdot C_{as}. \quad (59)$$

2.3 Postup měření

Experimentálně měřenými veličinami jsou kapacita C a ztrátový činitel $\operatorname{tg} \delta$ vzorku kapalného a tuhého dielektrického materiálu v závislosti na frekvenci f_m . Z měřených hodnot je vypočítána relativní permitivita ε' a ztrátové číslo ε'' , tj. složky komplexní permitivity.

Samotný postup měření silně ovlivňuje fakt, že mají být vypočítány složky nejistot přímo a nepřímo měřených veličin. Zde se předpokládá minimální počet opakovaných měření $n = 10$, aby byly výsledky nejistoty měření relevantní.

Před začátkem měření výrobce doporučuje splnit několik kroků. Prvním z nich je ustálení přístrojů, potom je možné uvažovat nepřesnost přístrojů uvedenou v kapitolách 2.2.1, 2.2.2 a 2.2.3 a k nim příslušné hodnoty nepřesností elektrodových systémů z kapitol 2.2.4 a 2.2.5. Chyba je uvažována za vyhovující, jsou-li splněny tyto podmínky:

1. Přístroj je zapnut déle než 30 minut, aby byl stabilizován.
2. Kabel mezi elektrodovým systémem a přístrojem má délku 0 m, 1 m, 2 m, nebo 4 m.
3. Je zapnuta a nastavena korekce OPEN nebo SHORT.
4. Optimální měřicí oblast je buď automaticky vybírána podle hodnoty impedance vzorku, nebo podle ní musí být nastavena.

Druhým krokem je kalibrace elektrodového systému před začátkem každého měření, kdy se provedou kalibrace SHORT, OPEN nebo LOAD všechny nebo jednotlivě použité. Postup kalibrací je podrobně uveden v [2] a [1]. Postupně se u elektrodového systému 16452A pro měření kapalin provede kalibrace OPEN a SHORT, popřípadě LOAD, pomocí kalibračního přípravku a zkontrolují se parametry $L_s - R_s$, které by při frekvenci $f_m = 1 \text{ MHz}$ měly být $L_s < 20 \text{ nH}$ a $R_s < 0,5 \Omega$. U elektrodového systému pro tuhá dielektrika se musí elektrody srovnat do paralelní pozice, což v praxi znamená dosažení

kapacity mezi elektrodami v intervalu $C = 700 - 1000$ pF na vzdálenosti elektrod $t = 0,01$ mm.

Po provedení předchozích kroků lze přistoupit k měření veličin, které jsou proměřeny opakovaně desetkrát. Důležité parametry, jako jsou korekce, měřicí mód, měřicí napětí a délka kabelu mezi přístrojem a elektrodovým systémem, jsou odečítány automaticky. Uživatel zjišťuje teplotu a relativní vlhkost okolí.

K vyhodnocení slouží program MS Excel, se kterým je kompatibilní i program obsluhující dané přístroje a který ve své podstatě dovoluje zpracovat naměřené hodnoty s grafickým výstupem. V tabulkovém procesoru MS Excel jsou pomocí jazyka Visual Basic for Application (VBA) naprogramovány výpočty středních hodnot měřených veličin, nepřesností přístrojů a elektrodových systémů i nejistot. Výstupem této práce jsou grafické závislosti kapacity, ztrátového činitele, relativní permitivity a ztrátového čísla na frekvenci s vertikálními chybovými úsečkami, znázorňujícími nejistoty měření pro danou veličinu a odpovídající příslušnému nastavení měřicího přístroje.

2.4 Výpočet a vyhodnocení

2.4.1 Výpočet pro kapalná dielektrika

Příklad výpočtu pro kapalná dielektrika je uveden pro přístroj Agilent E4980 a elektrodový systém 16452A; $f_m = 100$ kHz, $V_s = 1$ V a integrační dobu LONG.

Pro měřené veličiny C , $\text{tg } \delta$ lze vypočítat střední hodnoty pomocí vztahu (16), kde

$$\overline{C} = \frac{1}{10} \cdot (1,39394 \cdot 10^{-11} + 1,39383 \cdot 10^{-11} + \dots) = 1,39336 \cdot 10^{-11} \cong 1,39 \cdot 10^{-11} \text{ F},$$

$$\overline{\text{tg } \delta} = \frac{1}{10} \cdot (1,55099 \cdot 10^{-3} + 1,55221 \cdot 10^{-3} + \dots) = 1,55276 \cdot 10^{-3} \cong 1,55 \cdot 10^{-3},$$

nejistotu typu A ze vztahu (15)

$$u_A(C) = \sqrt{\frac{1}{10 \cdot (10-1)} \cdot \left[(1,39394 \cdot 10^{-11} - 1,39336 \cdot 10^{-11})^2 + \dots \right]} \cong 1,86 \cdot 10^{-15} \text{ F},$$

$$u_A(\text{tg } \delta) = \sqrt{\frac{1}{10 \cdot (10-1)} \cdot \left[(1,55099 \cdot 10^{-3} - 1,55276 \cdot 10^{-3})^2 + \dots \right]} \cong 3,98 \cdot 10^{-7}$$

a nejistotu typu B ze vztahu (19)

$$u_B(C) = \sqrt{(2,89 \cdot 10^{-17})^2 + (1,93 \cdot 10^{-14})^2 + (1,57 \cdot 10^{-13})^2} \cong 1,58 \cdot 10^{-13} \text{ F},$$

$$u_B(\operatorname{tg} \delta) = \sqrt{(2,89 \cdot 10^{-7})^2 + (1,84 \cdot 10^{-3})^2 + (1,75 \cdot 10^{-5})^2} \cong 1,85 \cdot 10^{-3},$$

kde u_{BZ} jsou zdroje nejistot pro veličiny C , $\operatorname{tg} \delta$ ze vztahu (18), uvažováno je rovnoměrné rozdělení $\chi = \sqrt{3}$ a jako zdroje nejistot postupně poslední platná číslice u_{B1} , nepřesnost přístroje u_{B2} a nepřesnost elektrodového systému u_{B3}

$$u_{B1}(C) = \frac{10^{-16}}{2 \cdot \sqrt{3}} = 2,89 \cdot 10^{-17} \text{ F},$$

$$u_{B1}(\operatorname{tg} \delta) = \frac{10^{-6}}{2 \cdot \sqrt{3}} = 2,89 \cdot 10^{-7},$$

$$u_{B2}(C) = \frac{3,34 \cdot 10^{-14}}{\sqrt{3}} = 1,93 \cdot 10^{-14} \text{ F},$$

$$u_{B2}(\operatorname{tg} \delta) = \frac{3,20 \cdot 10^{-3}}{\sqrt{3}} = 1,84 \cdot 10^{-3},$$

$$u_{B3}(C) = \frac{2,72 \cdot 10^{-13}}{\sqrt{3}} = 1,57 \cdot 10^{-13} \text{ F},$$

$$u_{B3}(\operatorname{tg} \delta) = \frac{3,03 \cdot 10^{-5}}{\sqrt{3}} = 1,75 \cdot 10^{-5}.$$

Poslední složkou nejistoty typu B je nepřesnost odečtení poslední platné číslice digitálního měřicího přístroje. Z manuálu pro LCR metr E4980 lze odvodit, že $\delta(C) = 10^{-16}$ a $\delta(\operatorname{tg} \delta) = 10^{-6}$. Počítá se podle vztahu

$$u_B(x_i) = \frac{\delta(z_i)}{2 \cdot \sqrt{3}}.$$

Vyjádřením paralelního odporu R_p ze vztahu (14)

$$R_p = \frac{1}{2 \cdot \pi \cdot 10^5 \cdot 1,39 \cdot 10^{-11} \cdot 1,55 \cdot 10^{-3}} = 7,36 \cdot 10^7 \text{ } \Omega$$

a dosazením do výpočtu modulu impedance podle vztahu (13) se lze získat

$$|Z_m| = \sqrt{\frac{(7,36 \cdot 10^7)^2}{1 + (2 \cdot \pi \cdot 10^5)^2 \cdot (1,39 \cdot 10^{-11})^2 \cdot (7,36 \cdot 10^7)^2}} = 1,14 \cdot 10^5 \text{ } \Omega.$$

Jednou ze zdrojů nejistot je nepřesnost přístroje E4980, která se počítá z (43), resp. (46),

$$A_a = 0,11 + 0,13 \cong 0,24 \text{ } \%. .$$

Jednotlivé složky jsou převzaty z tabulek výrobce, nebo počítány.

Základní chyba je rovna $A_b = 0,05 \%$ (tab. 17), korekce impedance $K_Z = 0,05 \%$ (tab. 20) a koeficient délky kabelu pro základní chybu určuje vztah (45)

$$K_d = 0,015 (\%) \cdot \left(\frac{10^5}{10^6} \right)^2 \cdot 1^2 = 1,5 \cdot 10^{-4} \%$$

Impedance při zapojení nakrátko Z_s z tab. 21 je roven

$$Z_s = 2,5 \cdot 10^{-3} \cdot \left(1 + \frac{0,400}{10^{-3}} \right) \cdot \left(1 + \sqrt{\frac{1000}{10^5}} \right) = 9,24 \cdot 10^{-4} \Omega$$

a koeficient délky kabelu pro $K_l = 1$ m je podle tab. 23 roven $K_d = 0,25 \text{ m}\Omega$.

Admitance při zapojení naprázdno Y_0 je daná v tab. 24 vztahem

$$Y_0 = 0,5 \cdot 10^{-9} \cdot \left(1 + \frac{0,100}{1} \right) \cdot \left(1 + \sqrt{\frac{100}{10^5}} \right) = 6,67 \cdot 10^{-10} \text{ S}$$

a násobí se s příslušným koeficientem délky kabelu z tab. 26

$$K_d = 1 + 5 \cdot \frac{10^5}{10^6 (\text{Hz})} = 1,5.$$

Koeficient vlivu teploty se pro $\vartheta = 23 \text{ }^\circ\text{C}$ rovná $K_t = 1$ (tab. 27).

Výsledky výše uvedených výpočtů se dosadí do vztahu (44) pro relativní nepřesnost přístroje

$$A_e = \left[(0,05 + 0,05 + 1,5 \cdot 10^{-4}) + \frac{9,24 \cdot 10^{-4}}{1,14 \cdot 10^5} \cdot 100 + 5,67 \cdot 10^{-10} \cdot 1,14 \cdot 10^5 \cdot 100 \right] \cdot 1 = 0,11 \%$$

Poslední složkou nepřesnosti přístroje jsou chyby kalibrační, v daném případě z tab. 32, jejíž výběr se řídí srovnávací impedancí přístroje

$$A_{cal} = |Z_m| = 0,03 + 1 \cdot 10^{-3} \cdot 10^5 \cdot 10^{-3} = 0,13 \%$$

$$\Theta_{cal} = (100 + 20 \cdot 10^5 \cdot 10^{-3}) \cdot 10^{-6} = 2,1 \cdot 10^{-3}$$

Nepřesnost pro kapacitu C se počítá jako procento hodnoty z absolutní nepřesnosti přístroje

$$C_a (F) = \frac{1,39 \cdot 10^{-11}}{100} \cdot 0,23 = 3,34 \cdot 10^{-14} \text{ F}$$

zatímco nepřesnost ztrátového činitele je vyjádřena v absolutní hodnotě podle vztahu (47)

$$\operatorname{tg} \delta_a = \pm \frac{0,11}{100} + 2,1 \cdot 10^{-3} = \pm 3,19 \cdot 10^{-3}.$$

Nepřesnost elektrodového systému Agilent 16452A, nebo také druhého zdroje nejistoty, sestává z nepřesnosti A dané orientačním grafem (obr. 9), nebo odvozeným vztahem (49)

$$A = \left(\frac{100 \cdot 2,60}{97,0442 \cdot 2,60 + 2,9558} - 1 \right) \cdot 100 = 1,85 \% ,$$

kde se modul komplexní permitivity stanoví z měřených veličin vztahem (50)

$$|\varepsilon'| = \sqrt{\frac{(1,39 \cdot 10^{-11})^2 \cdot (1 + 1,55 \cdot 10^{-3})^2}{(5,37 \cdot 10^{-12})^2}} = 2,60$$

a druhou složku tvoří koeficient závislý na frekvenci, obr. 10, pro daný případ má hodnotu $B = 0,1 \%$. Odtud se celková nepřesnost rovná součtu obou složek (48)

$$A_a = 1,85 + 0,1 = 1,95 \% .$$

Nepřesnost elektrodového systému pro měřené veličiny se stanoví jako procento hodnoty příslušné veličiny

$$C_a(F) = \frac{1,39 \cdot 10^{-11}}{100} \cdot 1,95 = 2,72 \cdot 10^{-13} \text{ F} ,$$

$$\operatorname{tg} \delta_a(F) = \frac{1,55 \cdot 10^{-3}}{100} \cdot 1,95 = 3,03 \cdot 10^{-5} .$$

Kombinovaná standardní nejistota stanovená ze vztahu (20) zahrnuje standardní nejistoty typu A i B do jedné hodnoty

$$u_c(C) = \sqrt{(1,86 \cdot 10^{-15})^2 + (1,58 \cdot 10^{-13})^2} = 1,58 \cdot 10^{-13} \text{ F} ,$$

$$u_c(\operatorname{tg} \delta) = \sqrt{(3,98 \cdot 10^{-7})^2 + (1,85 \cdot 10^{-3})^2} = 1,85 \cdot 10^{-3}$$

a její rozšíření podobě (21) odpovídá vyšší pravděpodobnost výskytu pravé hodnoty

$$U(C) = 2 \cdot 1,58 \cdot 10^{-13} = 3,16 \cdot 10^{-13} \text{ F} ,$$

$$U(\operatorname{tg} \delta) = 2 \cdot 1,85 \cdot 10^{-3} = 3,69 \cdot 10^{-3} ,$$

kde $k_u = 2$ značí rozšíření intervalu pravděpodobnosti z 68 % na 95 %.

Stejným postupem jako pro měřenou kapacitu C lze vyjádřit střední hodnotu a nejistoty pro kapacitu geometricky shodného vzduchového (vakuového) kondenzátoru C_0 .

Další částí výpočtu jsou hodnoty nepřímo měřených veličin, složek komplexní permitivity, kde relativní permitivita podle vztahu (9) eliminuje vliv parazitních parametrů, jako je rozptylová kapacita, protože se počítá z hodnot měřených stejných podmínkách a rozměrech mezi elektrodami

$$\varepsilon' = \frac{1,39 \cdot 10^{-11}}{5,37 \cdot 10^{-12}} = 2,59,$$

a ztrátové číslo se stanoví podle vztahu (11)

$$\varepsilon'' = 1,55 \cdot 10^{-3} \cdot 2,59 = 4,03 \cdot 10^{-3}.$$

Při stanovování nejistot nepřímo měřených veličin se vychází ze vztahu (26), kde jsou zahrnuty i koeficienty citlivosti a vzájemné kovariance mezi měřenými veličinami. Pro jednotlivé složky komplexní permitivity lze na základě vztahu (26), (28) a (32) odvodit následující vztahy pro výslednou nejistotu a kovariance typu A a B

$$\begin{aligned} u_C(\varepsilon') &= \sqrt{A_C^2 \cdot u_C^2(C) + A_{C_0}^2 \cdot u_{C_0}^2(C_0) + 2 \cdot A_C \cdot A_{C_0} \cdot u_{AK}(C, C_0) + 2 \cdot A_C \cdot A_{C_0} \cdot u_{BK}(C, C_0)} = \\ &= \sqrt{(1,86 \cdot 10^{11})^2 \cdot (1,58 \cdot 10^{-13})^2 + (-4,84 \cdot 10^{11})^2 \cdot (8,49 \cdot 10^{-15})^2 +} \\ &\quad + 2 \cdot 1,86 \cdot 10^{11} \cdot 1,58 \cdot 10^{-13} \cdot 8,66 \cdot 10^{-35} + 2 \cdot 1,86 \cdot 10^{11} \cdot 1,58 \cdot 10^{-13} \cdot 1,34 \cdot 10^{-27}} = 2,95 \cdot 10^{-2} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} u_C(\varepsilon'') &= \sqrt{A_C^2 \cdot u_C^2(C) + A_{C_0}^2 \cdot u_{C_0}^2(C_0) + A_{\text{tg } \delta}^2 \cdot u_C^2(\text{tg } \delta) + 2 \cdot A_C \cdot A_{C_0} \cdot u_{CK}(C, C_0) +} \\ &\quad + 2 \cdot A_C \cdot A_{\text{tg } \delta} \cdot u_{CK}(C, \text{tg } \delta) + 2 \cdot A_{C_0} \cdot A_{\text{tg } \delta} \cdot u_{CK}(C_0, \text{tg } \delta)} = \\ &= \sqrt{(2,89 \cdot 10^8)^2 \cdot (1,58 \cdot 10^{-13})^2 + (-7,52 \cdot 10^8)^2 \cdot (8,49 \cdot 10^{-15})^2 + (2,59)^2 \cdot (1,85 \cdot 10^{-3})^2 +} \\ &\quad + 2 \cdot 2,89 \cdot 10^8 \cdot (-7,52 \cdot 10^8) \cdot (8,66 \cdot 10^{-35} + 1,34 \cdot 10^{-27}) +} \\ &\quad + 2 \cdot 2,89 \cdot 10^8 \cdot 2,59 \cdot (2,22 \cdot 10^{-22} + 2,92 \cdot 10^{-16}) +} \\ &\quad + 2 \cdot (-7,52 \cdot 10^8) \cdot (2,59 \cdot 3,18 \cdot 10^{-25} + 1,57 \cdot 10^{-17})} = \\ &= 4,84 \cdot 10^{-3} \end{aligned}$$

Kovariance pro nejistotu relativní permitivity

$$u_{AK}(C, C_0) = \frac{1}{10 \cdot (10 - 1)} \cdot \left[\left((1,39394 \cdot 10^{-11} - 1,39336 \cdot 10^{-11}) \cdot (5,36537 \cdot 10^{-12} - 5,36537 \cdot 10^{-12}) + \dots \right) \right] = 8,66 \cdot 10^{-35} \text{ F}^2$$

$$u_{BK}(C, C_0) = +1 \cdot 1,58 \cdot 10^{-13} \cdot 8,50 \cdot 10^{-15} = 1,34 \cdot 10^{-27} \text{ F}^2.$$

Stejným způsobem se určí kovariance pro nejistotu ztrátového čísla. Hodnoty jednotlivých výpočtů jsou stanoveny

$$\begin{aligned} u_{AK}(C, C_0) &= 8,66 \cdot 10^{-35} \text{ F}^2, & u_{BK}(C, C_0) &= 1,34 \cdot 10^{-27} \text{ F}^2, \\ u_{AK}(C, \text{tg } \delta) &= 2,22 \cdot 10^{-22} \text{ F}, & u_{BK}(C, \text{tg } \delta) &= 2,92 \cdot 10^{-16} \text{ F}, \\ u_{AK}(C_0, \text{tg } \delta) &= 3,18 \cdot 10^{-25} \text{ F}, & u_{BK}(C_0, \text{tg } \delta) &= 1,57 \cdot 10^{-17} \text{ F}. \end{aligned}$$

V těchto vztazích citlivostní koeficienty odpovídají parciálním derivacím podle vztahu (27)

$$A_C = \frac{\partial \varepsilon'}{\partial C} = \frac{1}{C_0} = \frac{1}{5,37 \cdot 10^{-12}} = 1,86 \cdot 10^{11} \text{ F}^{-1},$$

$$A_{C_0} = \frac{\partial \varepsilon'}{\partial C_0} = -\frac{C}{C_0^2} = -\frac{1,39 \cdot 10^{-11}}{(5,37 \cdot 10^{-12})^2} = -4,84 \cdot 10^{11} \text{ F}^{-1},$$

$$A_C = \frac{\partial \varepsilon''}{\partial C} = \frac{\text{tg } \delta}{C_0} = \frac{1,55 \cdot 10^{-3}}{5,37 \cdot 10^{-12}} = 2,89 \cdot 10^8 \text{ F}^{-1},$$

$$A_{C_0} = \frac{\partial \varepsilon''}{\partial C} = -\frac{C \cdot \text{tg } \delta}{C_0^2} = -\frac{1,39 \cdot 10^{-11} \cdot 1,55 \cdot 10^{-3}}{(5,37 \cdot 10^{-12})^2} = -7,52 \cdot 10^8 \text{ F}^{-1},$$

$$A_{\text{tg } \delta} = \frac{\partial \varepsilon''}{\partial \text{tg } \delta} = \frac{C}{C_0} = \frac{1,39 \cdot 10^{-11}}{5,37 \cdot 10^{-12}} = 2,59.$$

2.4.2 Výpočet pro tuhá dielektrika

Příklad výpočtu pro kapalná dielektrika je uveden pro přístroj Agilent E4980 a elektrodový systém 16451B; $f_m = 100 \text{ kHz}$, $V_s = 1 \text{ V}$ a integrační dobu LONG.

Pro měřené veličiny C , $\text{tg } \delta$, t_a lze vypočítat střední hodnoty vztahu (16), nejistotu typu A ze vztahu (15) a nejistotu typu B ze vztahu (19), kde u_{BZ} jsou zdroje nejistot pro veličiny C ,

tg δ , t_a ze vztahu (18), uvažováno je rovnoměrné rozdělení $\chi = \sqrt{3}$ a jako zdroje nejistot postupně poslední platná číslice u_{B1} a nepřesnost elektrodového systému u_{B2} . Pro nepřesnost odečtení poslední platné číslice digitálního měřicího přístroje pro LCR metr E4980 lze odvodit, že $\delta(z_1) = 10^{-16}$, a pro posuvné měřítka je $\delta(z_1) = 10^{-4}$. Po dosazení vychází

$$u_{B1}(C) = \frac{10^{-16}}{2 \cdot \sqrt{3}} = 2,89 \cdot 10^{-17} \text{ F}, \quad u_{B2}(\text{tg } \delta) = \frac{3,20 \cdot 10^{-3}}{\sqrt{3}} = 1,84 \cdot 10^{-3},$$

$$u_{B2}(C) = \frac{3,34 \cdot 10^{-14}}{\sqrt{3}} = 1,93 \cdot 10^{-14} \text{ F}, \quad u_B(t_a) = \frac{4 \cdot 10^{-6}}{2 \cdot \sqrt{3}} = 1,15 \cdot 10^{-6} \text{ m}$$

$$u_{B1}(\text{tg } \delta) = \frac{10^{-6}}{2 \cdot \sqrt{3}} = 2,89 \cdot 10^{-7}, \quad u_B(d) = 0,0013 \cdot 38 \cdot 10^{-3} = 4,94 \cdot 10^{-5} \text{ m}.$$

Nepřesnost elektrodového systému Agilent 16451B, nebo také druhého zdroje nejistoty, sestává z nepřesnosti pro kapacitu

$$C_{as} = 8,91 \cdot 10^{-14} + 0,04 \cdot (10^5)^2 \cdot 5,82 \cdot \varepsilon_0 \cdot \frac{\pi \cdot \left(\frac{38 \cdot 10^{-3}}{2}\right)^2}{6,07 \cdot 10^{-4}} + \frac{100 \cdot (5,82 - 1)}{5,82 + \frac{6,07 \cdot 10^{-4}}{0,01}} = 7,24 \%,$$

odkud procento hodnoty pro kapacitu je rovno

$$C_a(F) = \frac{9,73 \cdot 10^{-11}}{100} \cdot 7,24 = 7,13 \cdot 10^{-12} \text{ F}.$$

a z nepřesnosti pro ztrátového činitele

$$\text{tg } \delta_a = 8,66 \cdot 10^{-4} + 0,005 + 1,86 \cdot 10^{-5} = 5,88 \cdot 10^{-3},$$

$$\text{kde } E_a = 0,005 + 0,0004 \cdot (10^5)^2 \cdot 5,82 \cdot \varepsilon_0 \cdot \frac{\pi \cdot \left(\frac{38 \cdot 10^{-3}}{2}\right)^2}{6,07 \cdot 10^{-4}} = 0,005$$

$$\text{a } E_b = \frac{2,53 \cdot 10^{-4}}{100} \cdot 7,24 = 1,86 \cdot 10^{-3}.$$

Obě tyto nepřesnosti již zahrnují ve své číselné hodnotě nepřesnost přístroje E4980, která se počítá z (43), resp. (46), postupem uvedeným v kapitole 2.4.1. Hodnoty chyb pro měřené veličiny se rovnají $C_a = 8,91 \cdot 10^{-14} \text{ F}$ a $\text{tg } \delta_a = 8,66 \cdot 10^{-4}$.

Kombinovaná standardní nejistota stanovená ze vztahu (20) zahrnuje standardní nejistoty typu A i B do jedné hodnoty, výsledné hodnoty jsou po dosazení do vztahu rovny

$$u_C(C) = 4,12 \cdot 10^{-12} \text{ F}, \quad u_C(t_a) = 3,30 \cdot 10^{-6} \text{ m},$$

$$u_C(\text{tg } \delta) = 3,4 \cdot 10^{-3}, \quad u_C(d) = u_B(d) = 4,94 \cdot 10^{-5} \text{ m},$$

a její rozšířené podobě (21) odpovídá vyšší pravděpodobnost výskytu pravé hodnoty, kde dosazením za koeficient rozšíření $k_u = 2$ lze získat hodnoty $U(C) = 8,24 \cdot 10^{-12} \text{ F}$, $U(\text{tg } \delta) = 6,79 \cdot 10^{-3}$ a $U(t_a) = 6,6 \cdot 10^{-6} \text{ m}$.

Další částí výpočtu jsou hodnoty nepřímo měřených veličin, složek komplexní permitivity, kde relativní permitivita podle vztahu (51) eliminuje vliv parazitních parametrů, jako je rozptylová kapacita, protože je vztah doplněn konstantou pro efektivní plochu elektrody α

$$\varepsilon' = \frac{6,07 \cdot 10^{-4} \cdot 9,73 \cdot 10^{-11}}{\pi \cdot \left(\frac{38 \cdot 10^{-3}}{2}\right)^2 \cdot \varepsilon_0 \cdot 1,0092} = 5,82,$$

kde $\alpha = 1,0092$ je hodnota odečtena z tab. 33 a ztrátové číslo se stanoví podle vztahu (11)

$$\varepsilon'' = 5,82 \cdot 2,53 \cdot 10^{-4} = 1,47 \cdot 10^{-3}.$$

Při stanovování nejistot nepřímo měřených veličin se vychází ze vztahu (26), kde jsou zahrnuty i koeficienty citlivosti a vzájemné kovariance mezi měřenými veličinami. Pro jednotlivé složky komplexní permitivity lze na základě vztahu (26), (28) a (32) odvodit vztahy výslednou nejistotu a kovariance typu A a B, jak je uvedeno v kapitole 2.4.1.

Citlivostní koeficienty odpovídají příslušným parciálním derivacím podle vztahu (27)

$$A_C = \frac{\partial \varepsilon'}{\partial C} = \frac{t_a}{\left[\varepsilon_0 \cdot \frac{\pi}{4} \cdot (d^2 + 2 \cdot g \cdot d + g^2 \cdot B_i^2) \right]} =$$

$$= \frac{6,07 \cdot 10^{-4}}{\varepsilon_0 \cdot \frac{\pi}{4} \cdot \left[(38 \cdot 10^{-4})^2 + 2 \cdot 2 \cdot 10^{-4} \cdot 38 \cdot 10^{-4} + (2 \cdot 10^{-4})^2 \cdot 1,0092^2 \right]} = 5,99 \cdot 10^{10}$$

$$A_C = \frac{\partial \mathcal{E}'}{\partial t_a} = \frac{C}{\left[\varepsilon_0 \cdot \frac{\pi}{4} \cdot (d^2 + 2 \cdot g \cdot d + g^2 \cdot B_i^2) \right]} =$$

$$= \frac{9,73 \cdot 10^{-11}}{\varepsilon_0 \cdot \frac{\pi}{4} \cdot \left[(38 \cdot 10^{-4})^2 + 2 \cdot 2 \cdot 10^{-4} \cdot 38 \cdot 10^{-4} + (2 \cdot 10^{-4})^2 \cdot 1,0092^2 \right]} = 9,58 \cdot 10^{10}$$

$$A_C = \frac{\partial \mathcal{E}'}{\partial d} = - \frac{t_a \cdot C \cdot (d + g)}{\varepsilon_0 \cdot \frac{\pi}{2} \cdot (d^2 + 2 \cdot g \cdot d + g^2 \cdot B_i^2)^2} =$$

$$= \frac{6,07 \cdot 10^{-4} \cdot 9,73 \cdot 10^{-11} \cdot (38 \cdot 10^{-4} + 2 \cdot 10^{-4})}{\varepsilon_0 \cdot \frac{\pi}{2} \cdot \left[(38 \cdot 10^{-4})^2 + 2 \cdot 2 \cdot 10^{-4} \cdot 38 \cdot 10^{-4} + (2 \cdot 10^{-4})^2 \cdot 1,0092^2 \right]^2} = -3,05 \cdot 10^2$$

$$A_C = \frac{\partial \mathcal{E}''}{\partial C} = \frac{t_a \cdot \text{tg } \delta}{\left[\varepsilon_0 \cdot \frac{\pi}{4} \cdot (d^2 + 2 \cdot g \cdot d + g^2 \cdot B_i^2) \right]} =$$

$$= \frac{6,07 \cdot 10^{-4} \cdot 2,53 \cdot 10^{-4}}{\varepsilon_0 \cdot \frac{\pi}{4} \cdot \left[(38 \cdot 10^{-4})^2 + 2 \cdot 2 \cdot 10^{-4} \cdot 38 \cdot 10^{-4} + (2 \cdot 10^{-4})^2 \cdot 1,0092^2 \right]} = 1,51 \cdot 10^7$$

$$A_C = \frac{\partial \mathcal{E}''}{\partial t_a} = \frac{C \cdot \text{tg } \delta}{\left[\varepsilon_0 \cdot \frac{\pi}{4} \cdot (d^2 + 2 \cdot g \cdot d + g^2 \cdot B_i^2) \right]} =$$

$$= \frac{9,73 \cdot 10^{-11} \cdot 2,53 \cdot 10^{-4}}{\varepsilon_0 \cdot \frac{\pi}{4} \cdot \left[(38 \cdot 10^{-4})^2 + 2 \cdot 2 \cdot 10^{-4} \cdot 38 \cdot 10^{-4} + (2 \cdot 10^{-4})^2 \cdot 1,0092^2 \right]} = 2,42$$

$$A_C = \frac{\partial \mathcal{E}''}{\partial d} = - \frac{t_a \cdot C \cdot (d + g) \cdot \text{tg } \delta}{\varepsilon_0 \cdot \frac{\pi}{2} \cdot (d^2 + 2 \cdot g \cdot d + g^2 \cdot B_i^2)^2} =$$

$$= \frac{6,07 \cdot 10^{-4} \cdot 9,73 \cdot 10^{-11} \cdot (38 \cdot 10^{-4} + 2 \cdot 10^{-4}) \cdot 2,53 \cdot 10^{-4}}{\varepsilon_0 \cdot \frac{\pi}{2} \cdot \left[(38 \cdot 10^{-4})^2 + 2 \cdot 2 \cdot 10^{-4} \cdot 38 \cdot 10^{-4} + (2 \cdot 10^{-4})^2 \cdot 1,0092^2 \right]^2} = -7,71 \cdot 10^{-2}$$

$$A_C = \frac{\partial \mathcal{E}''}{\partial \text{tg } \delta} = \frac{t_a \cdot C}{\left[\varepsilon_0 \cdot \frac{\pi}{4} \cdot (d^2 + 2 \cdot g \cdot d + g^2 \cdot B_i^2) \right]} =$$

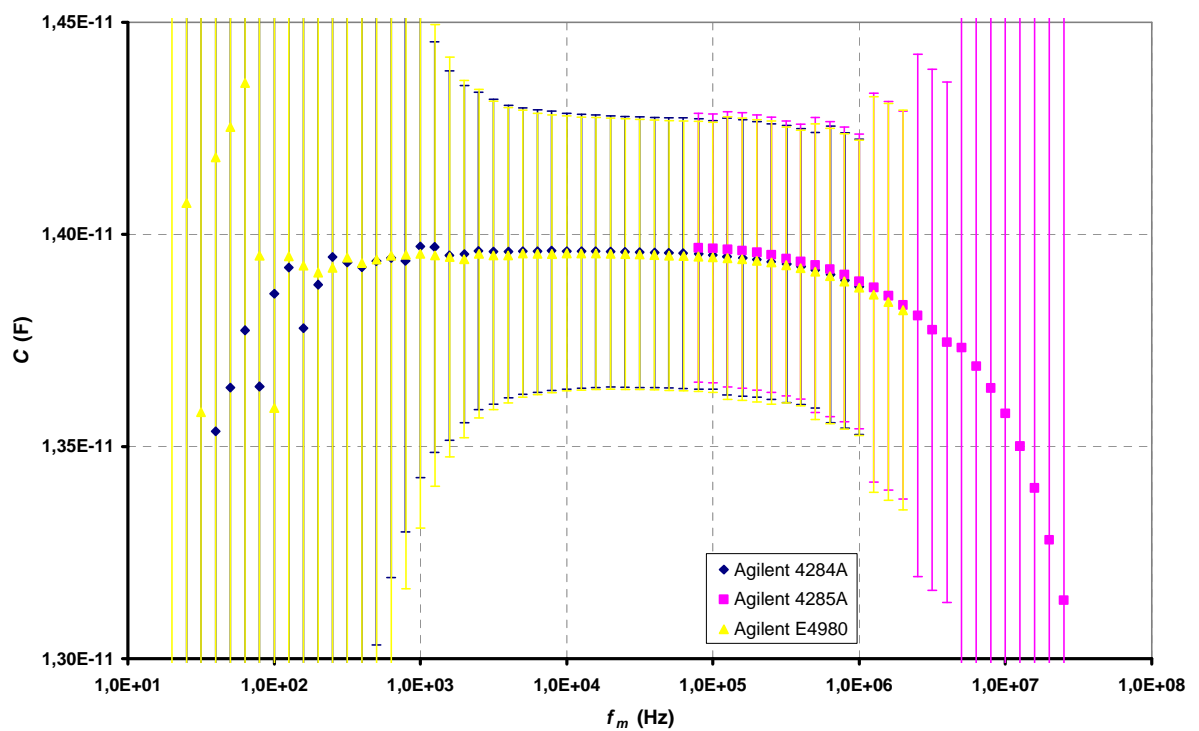
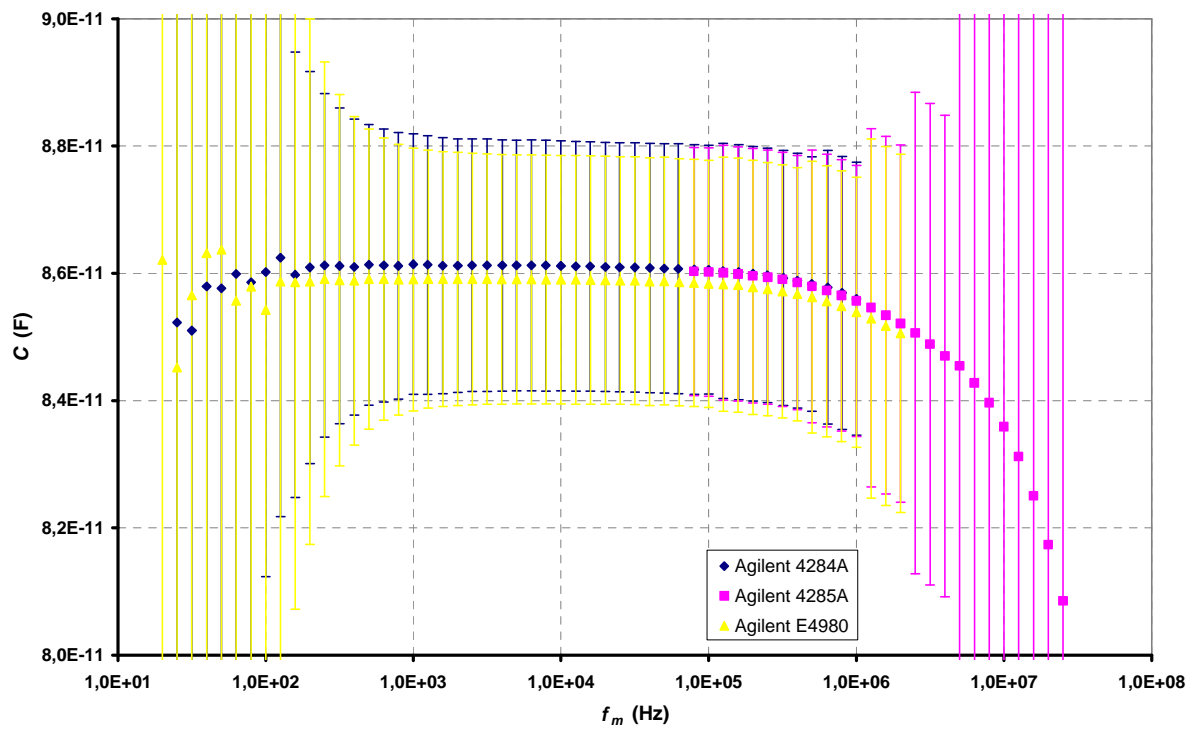
$$= \frac{6,07 \cdot 10^{-4} \cdot 9,73 \cdot 10^{-11}}{\varepsilon_0 \cdot \frac{\pi}{4} \cdot \left[(38 \cdot 10^{-4})^2 + 2 \cdot 2 \cdot 10^{-4} \cdot 38 \cdot 10^{-4} + (2 \cdot 10^{-4})^2 \cdot 1,0092^2 \right]} = 5,82$$

2.4.3 Výsledky měření pro kapalná dielektrika

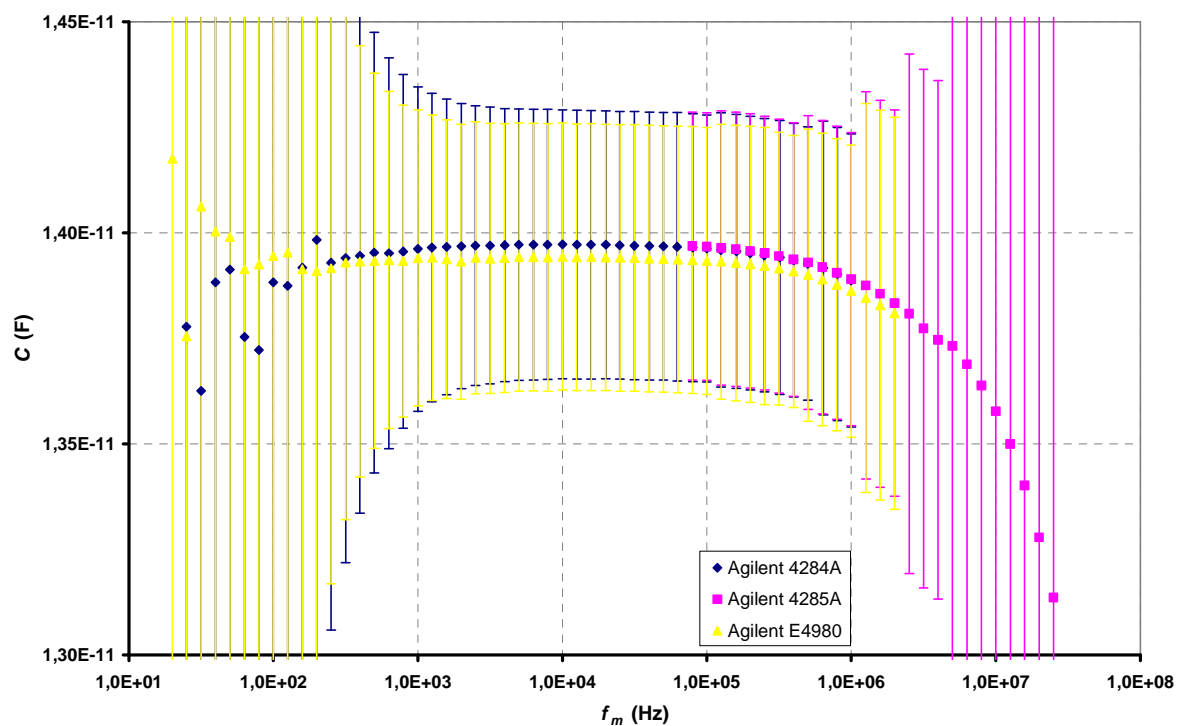
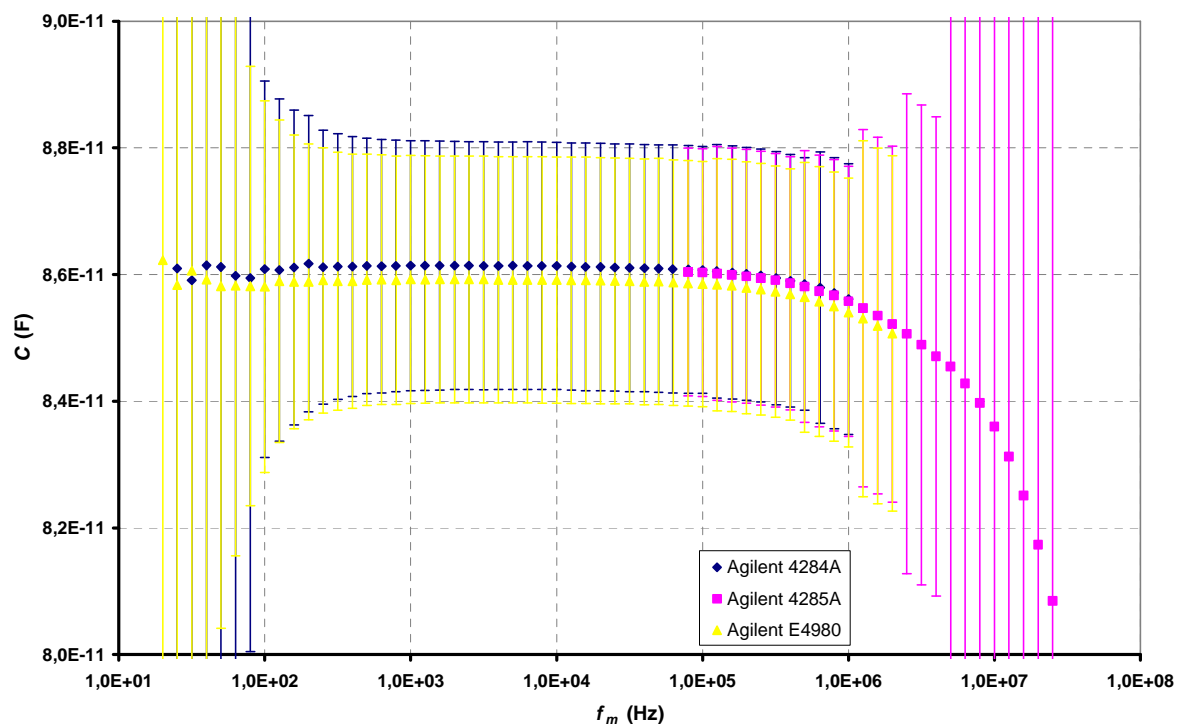
Data experimentálního měření jsou zpracována v grafických závislostech kapacity, ztrátového činitele, relativní permitivity a ztrátového čísla na frekvenci s vertikálními chybovými úsečkami, znázorňujícími nejistoty měření pro danou veličinu a odpovídající příslušnému nastavení měřicího přístroje.

Z kapacitních důvodů jsou v tištěné podobě uvedeny vybrané grafické závislosti $C = F(f_m)$ (obr. 11, obr. 12, obr. 15, obr. 16) a $\text{tg } \delta = F(f_m)$ (obr. 13, obr. 14, obr. 17, obr. 18) pro tloušťku vzorku $t = 0,3 \text{ mm}$ a $t = 2 \text{ mm}$, měřicí módy SHORT a LONG a napětí $V_s = 1 \text{ V}$ a $V_s = 2 \text{ V}$ pro všechny použité měřicí přístroje. Následně jsou vybrány grafické závislosti složek komplexní permitivity na frekvenci, tj. $\epsilon' = F(f_m)$ a $\epsilon'' = F(f_m)$, systémem nejlepší – nejhorší, tzn. podle průběhu a velikosti nejistoty příslušné veličiny se na základě parametrů zvolí závislost obou složek komplexní permitivity na frekvenci. Nejpresnější (obr. 19) se zdá být měření kapacity při měřicím módu LONG, tloušťce vzorku $t = 2 \text{ mm}$ a napětí $V_s = 1 \text{ V}$ jako hlavního činitele vlivu na relativní permitivitu a měření ztrátového činitele při měřicím módu LONG, tloušťce vzorku $t = 0,3 \text{ mm}$ a napětí $V_s = 1 \text{ V}$ jako hlavního činitele vlivu na ztrátové číslo. Stejný postup se uplatní při výběru potenciálně nejméně přesného (obr. 20) měření, kde se zdá být měření kapacity při měřicím módu SHORT, $t = 0,3 \text{ mm}$ a napětí $V_s = 2 \text{ V}$ jako hlavního činitele vlivu na relativní permitivitu a měření ztrátového činitele při měřicím módu SHORT, tloušťce vzorku $t = 0,3 \text{ mm}$ a napětí $V_s = 2 \text{ V}$ jako hlavního činitele vlivu na ztrátové číslo.

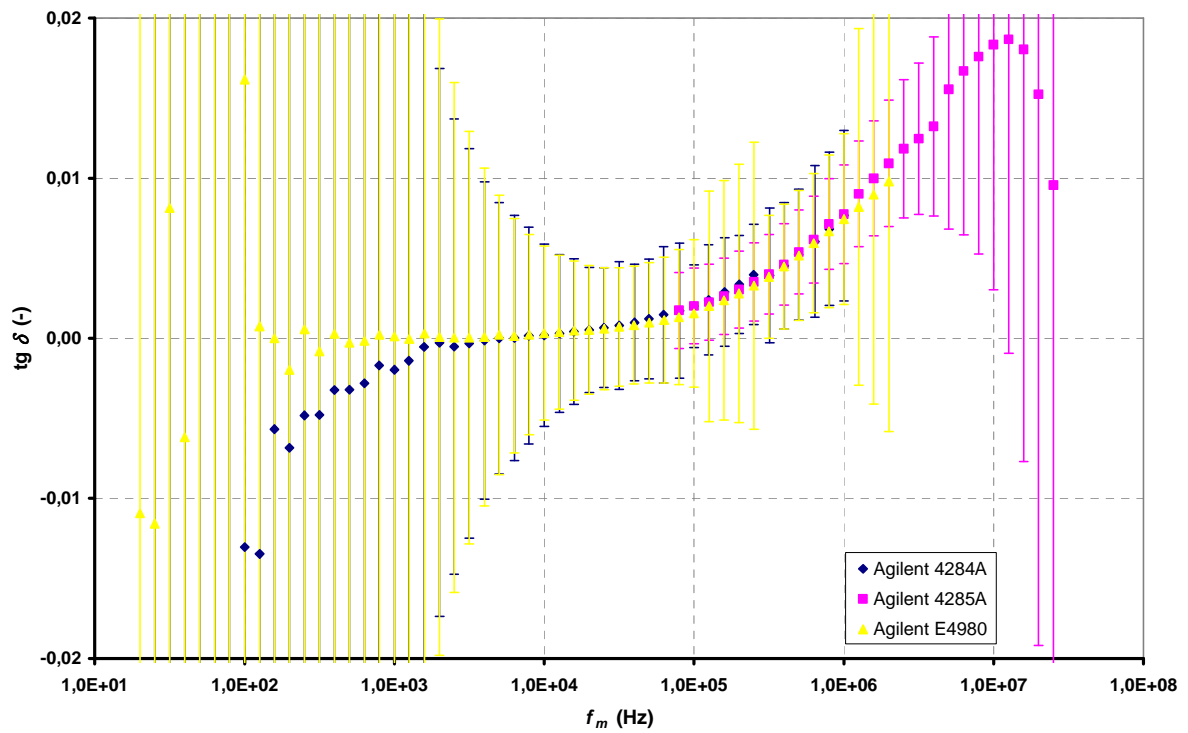
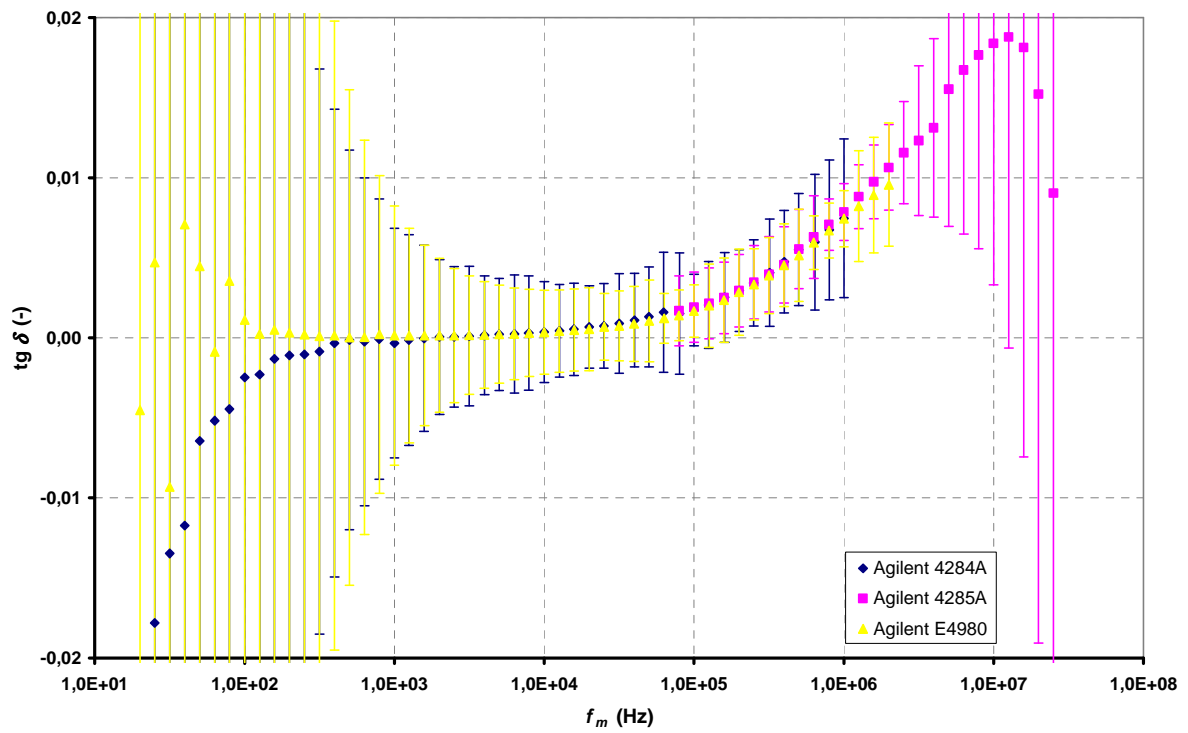
Celkový souhrn grafických závislostí je uveden na přiloženém digitálním mediu CD v adresáři „Grafické závislosti“.



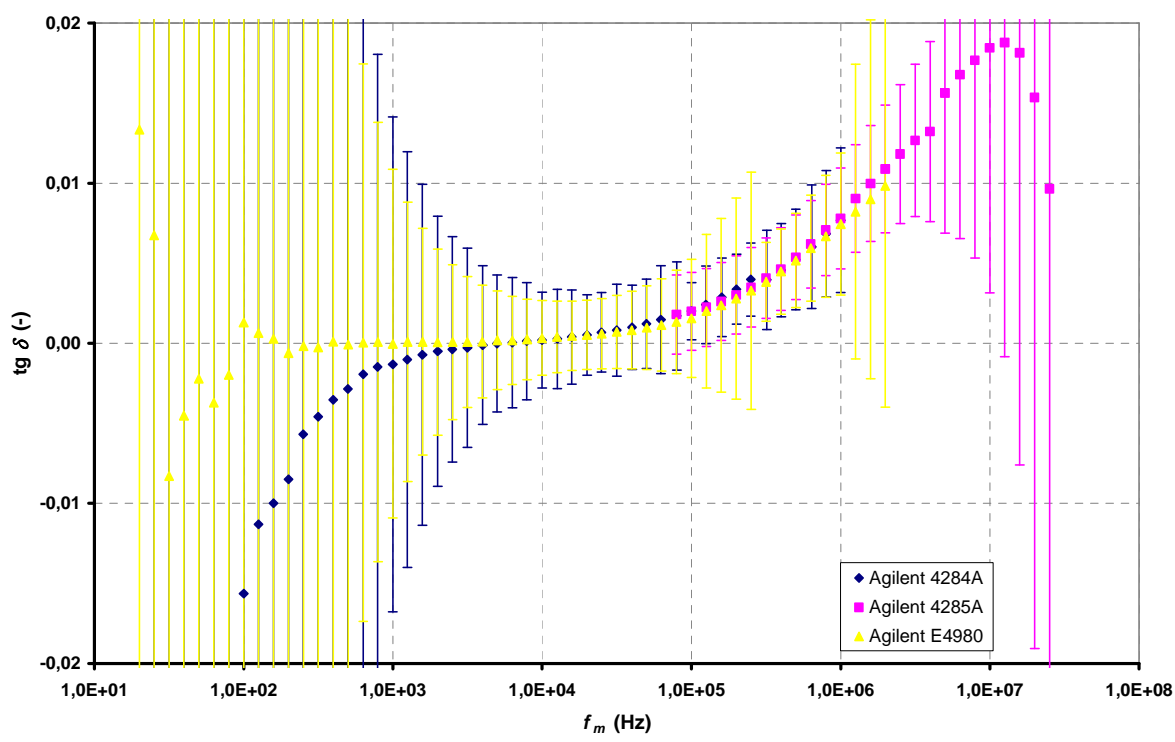
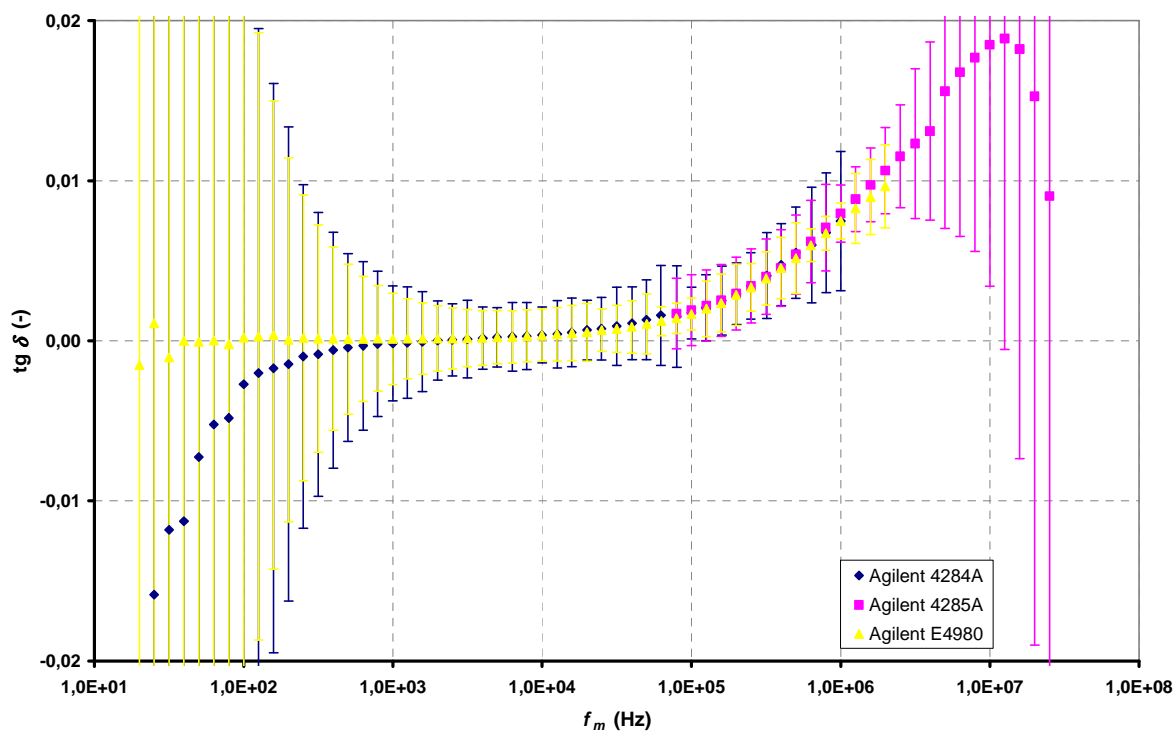
Obr. 11 Grafické závislosti kapacity na frekvenci pro měřicí mód SHORT, napětí $V_s = 1$ V a tloušťku vzorku a) $t = 0,3$ mm b) $t = 2$ mm



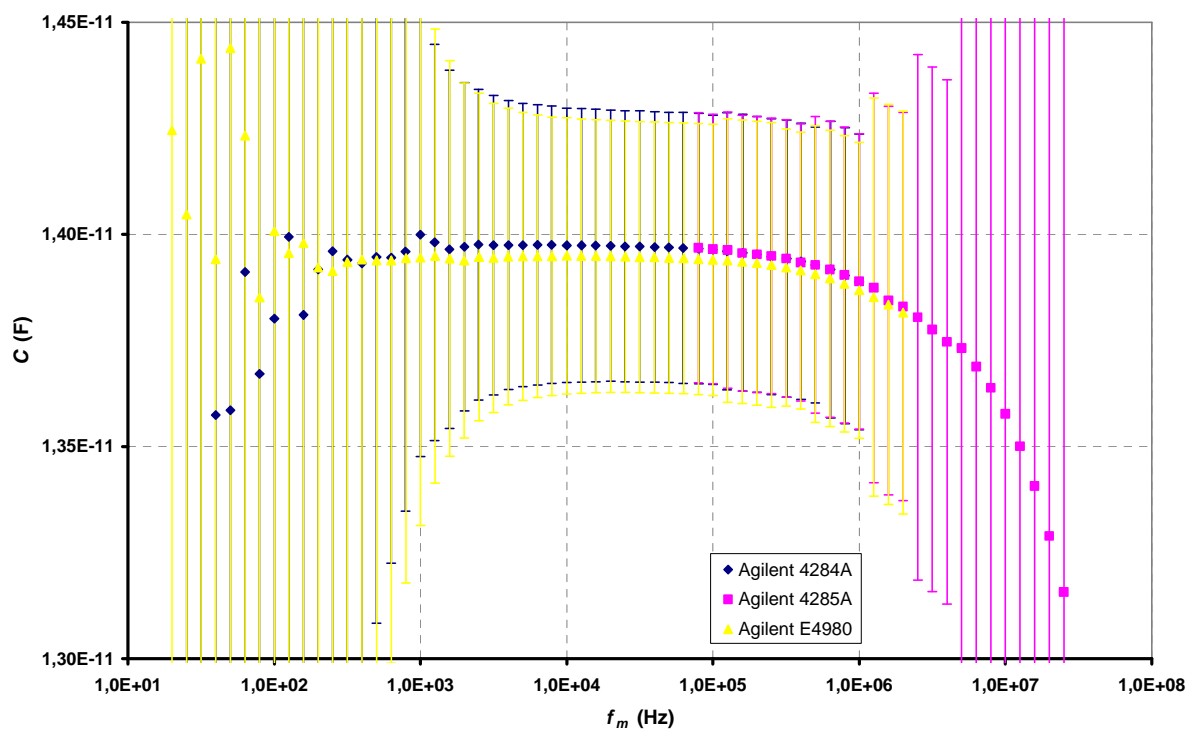
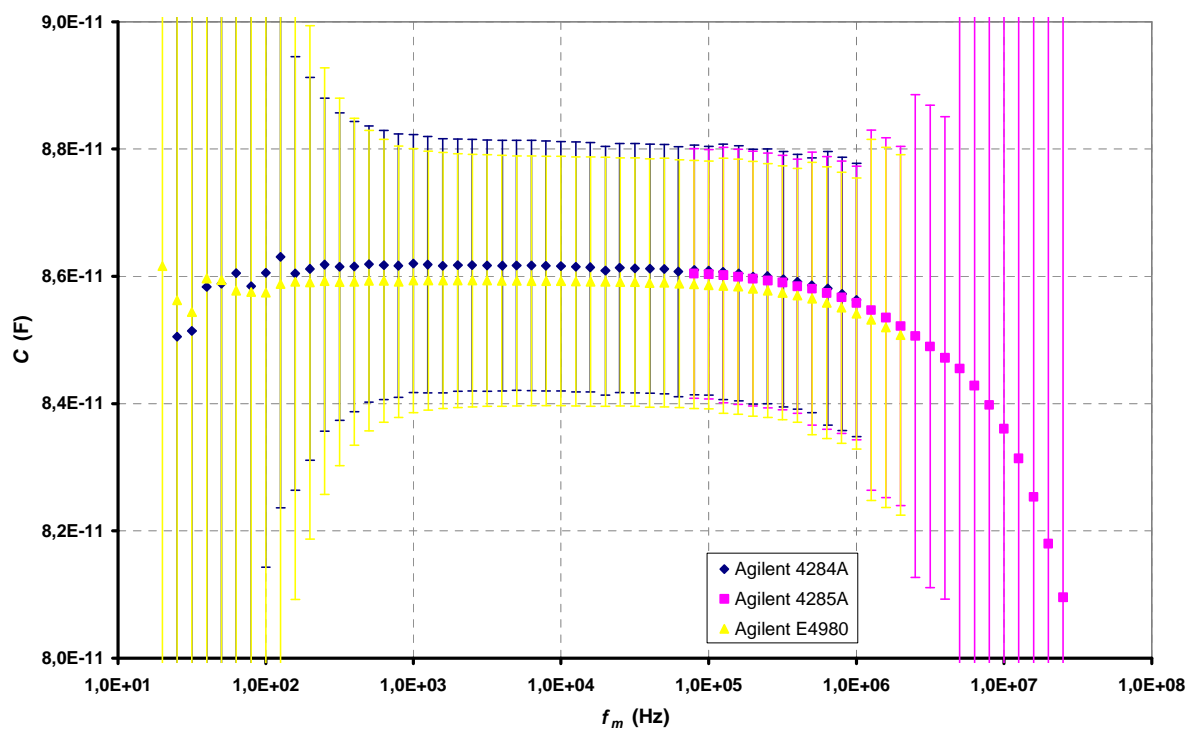
Obr. 12 Grafické závislosti kapacity na frekvenci pro měřicí mód LONG, napětí $V_s = 1$ V a tloušťku vzorku
a) $t = 0,3$ mm , b) $t = 2$ mm



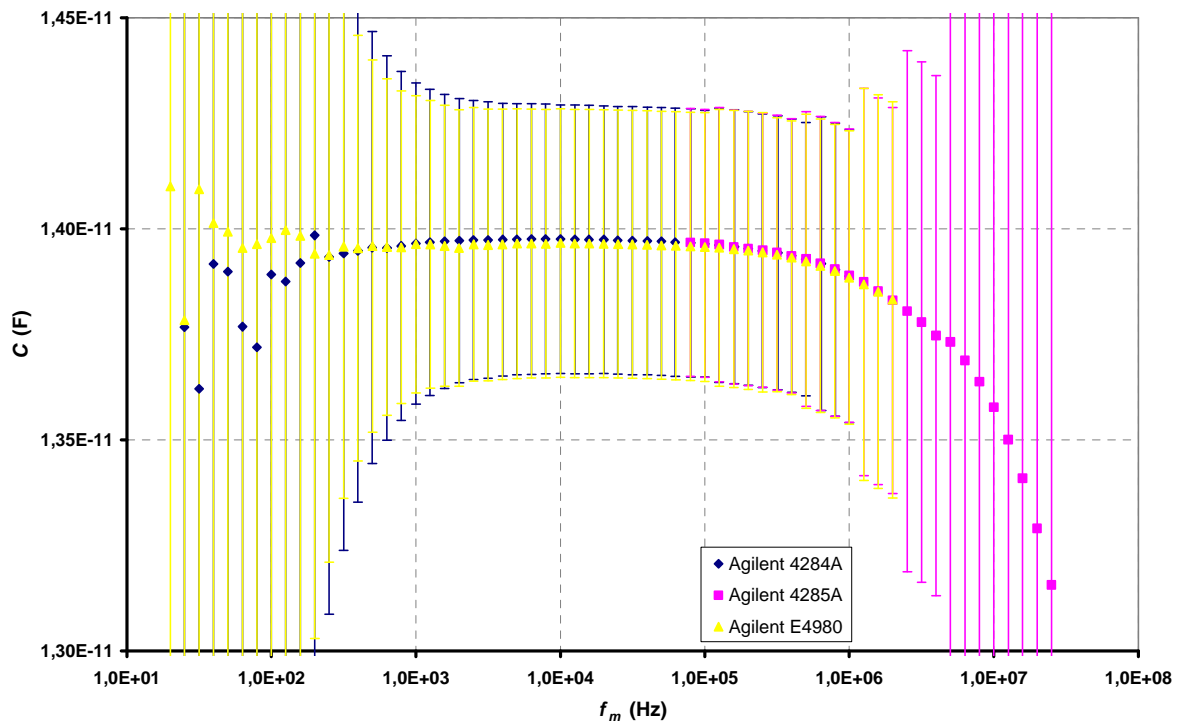
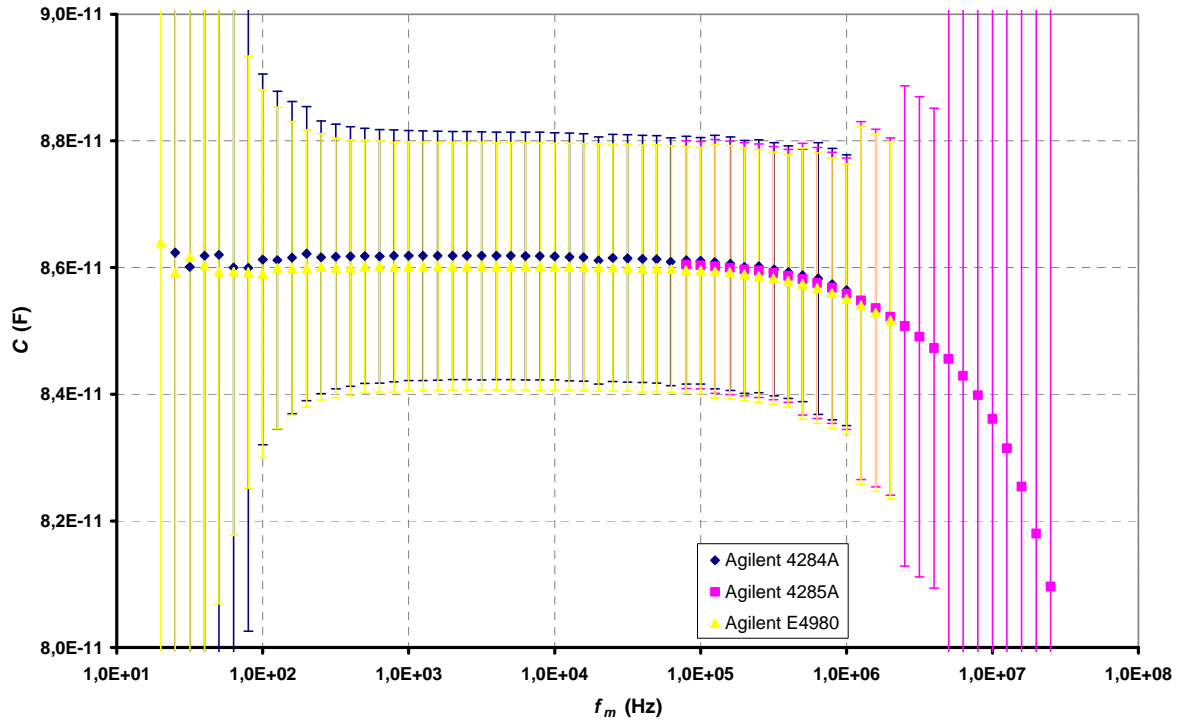
Obr. 13 Grafické závislosti ztrátového činitele na frekvenci pro měřicí mód SHORT, napětí $V_s = 1$ V a tloušťku vzorku a) $t = 0,3$ mm , b) $t = 2$ mm



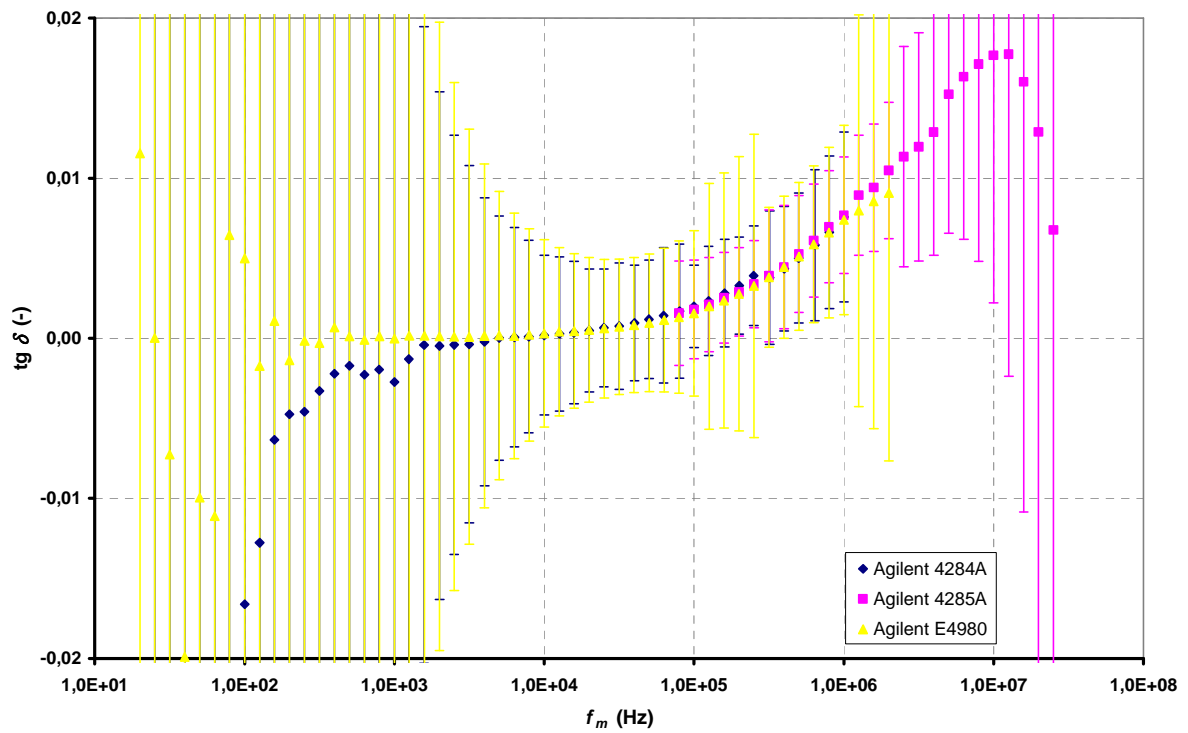
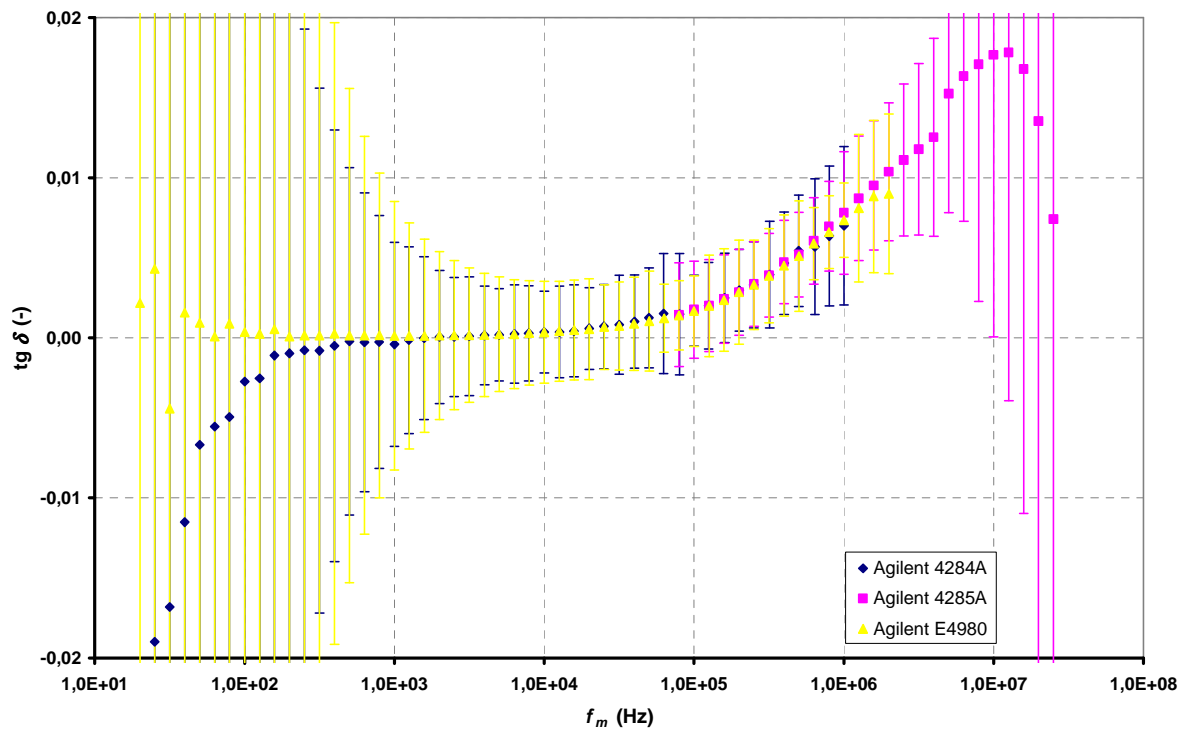
Obr. 14 Grafické závislosti ztrátového činitele na frekvenci pro měřicí mód LONG, napětí $V_s = 1$ V a tloušťku vzorku $t = 0,3; 2$ mm



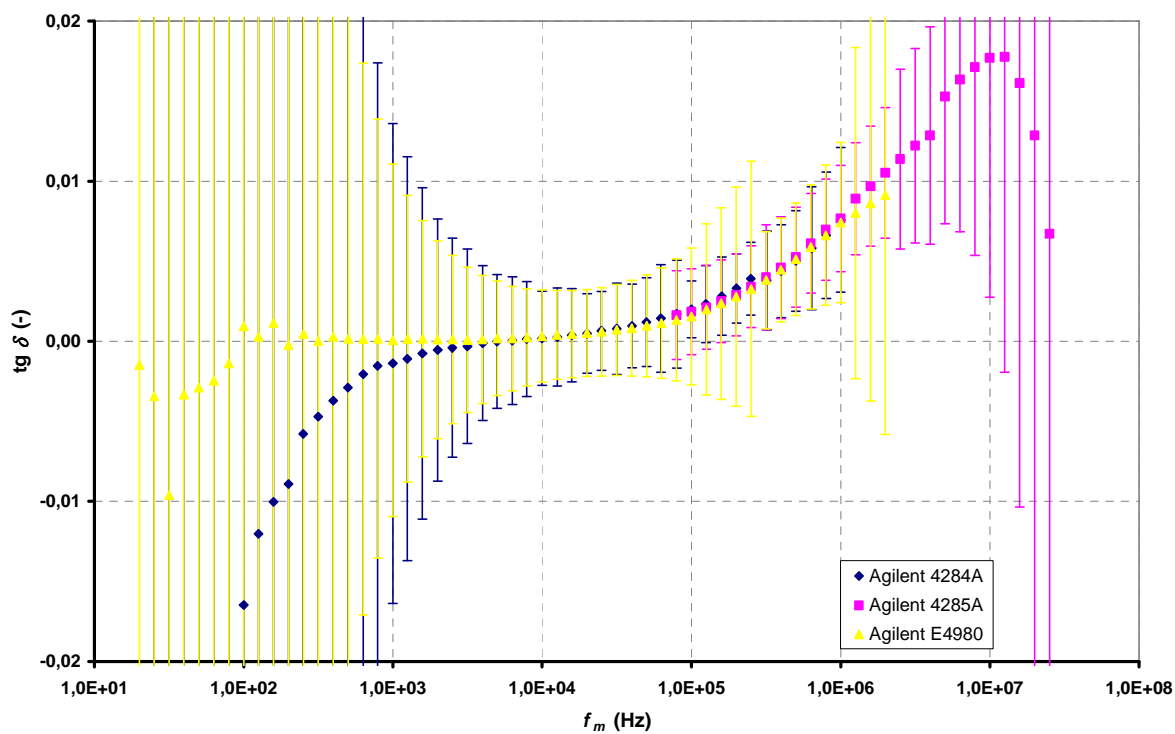
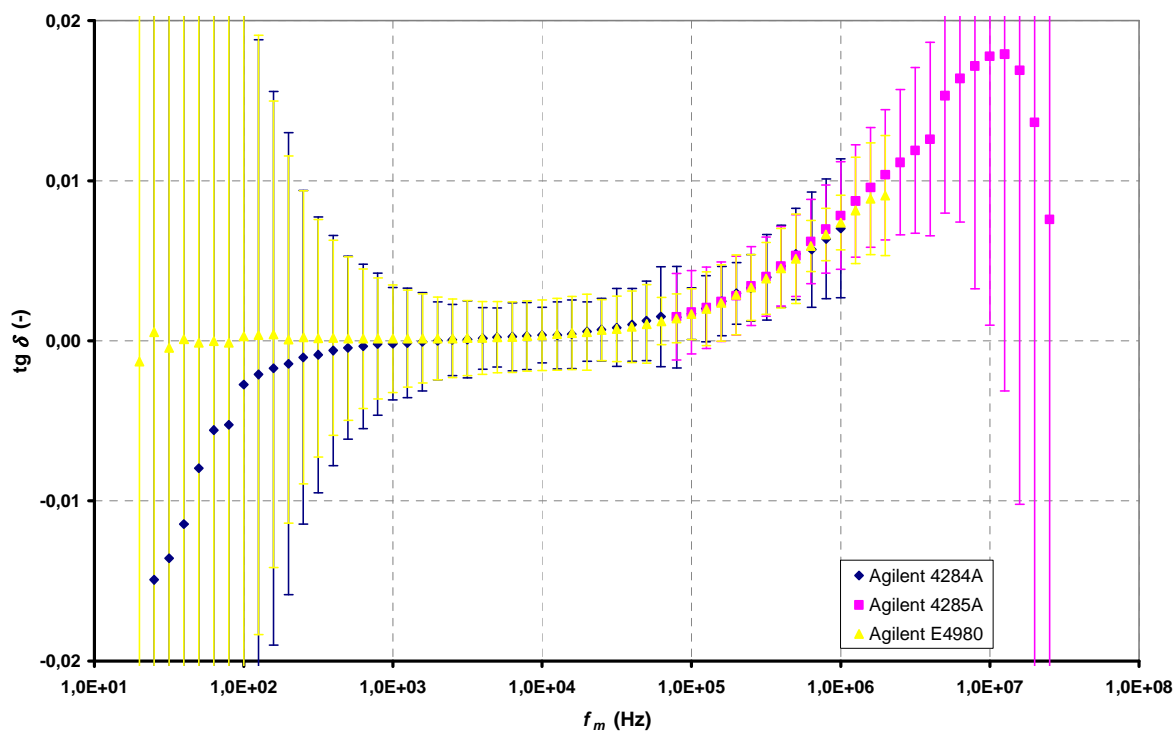
Obr. 15 Grafické závislosti kapacity na frekvenci pro měřicí mód SHORT, napětí $V_s = 2 \text{ V}$ a tloušťku vzorku a) $t = 0,3 \text{ mm}$, b) $t = 2 \text{ mm}$



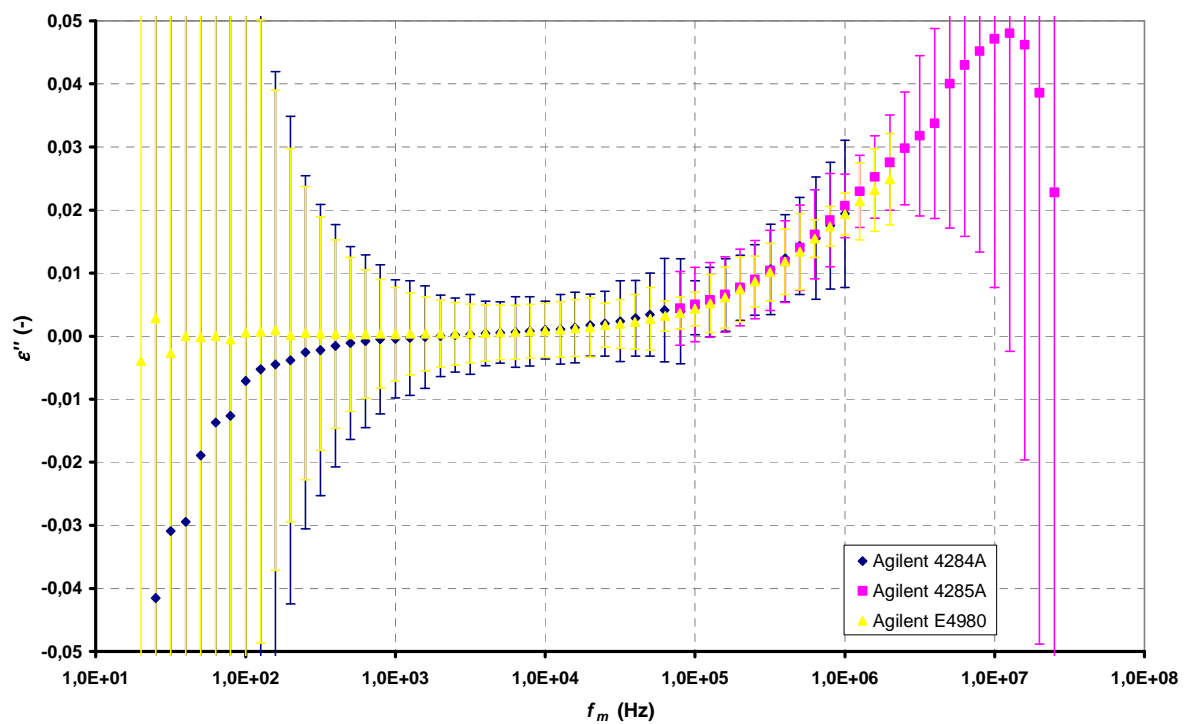
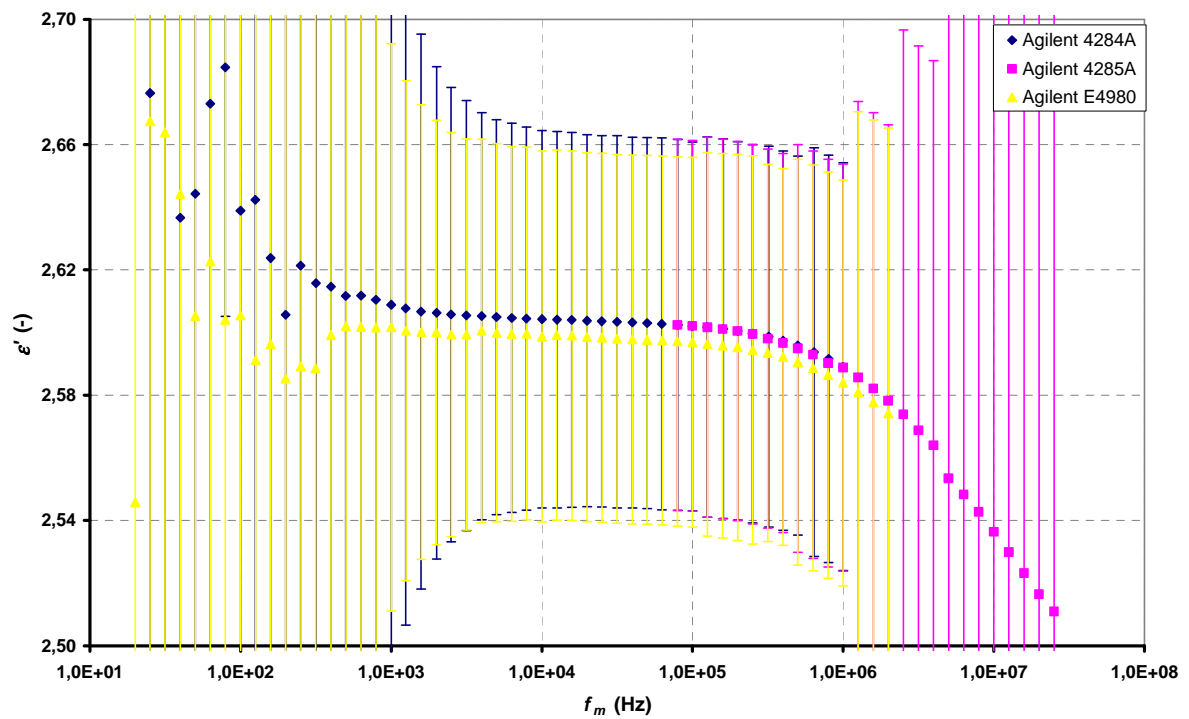
Obr. 16 Grafické závislosti kapacity na frekvenci pro měřicí mód LONG, napětí $V_s = 2$ V a tloušťku vzorku
a) $t = 0,3$ mm , b) $t = 2$ mm



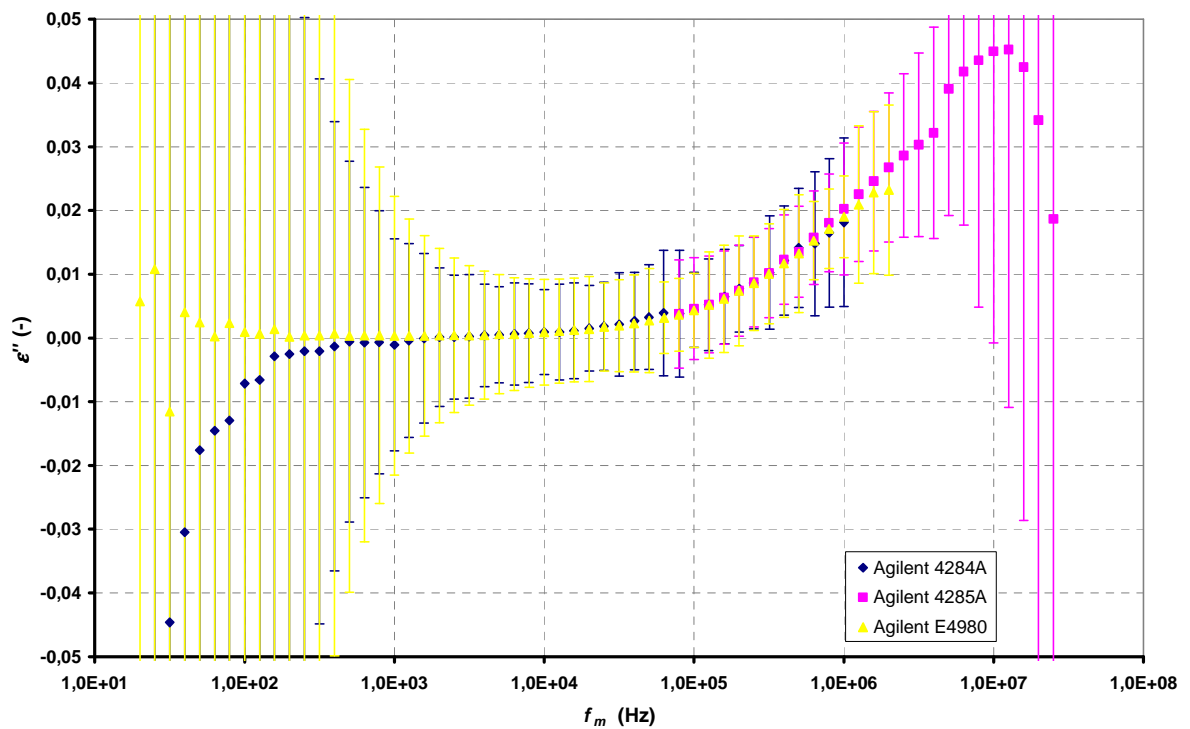
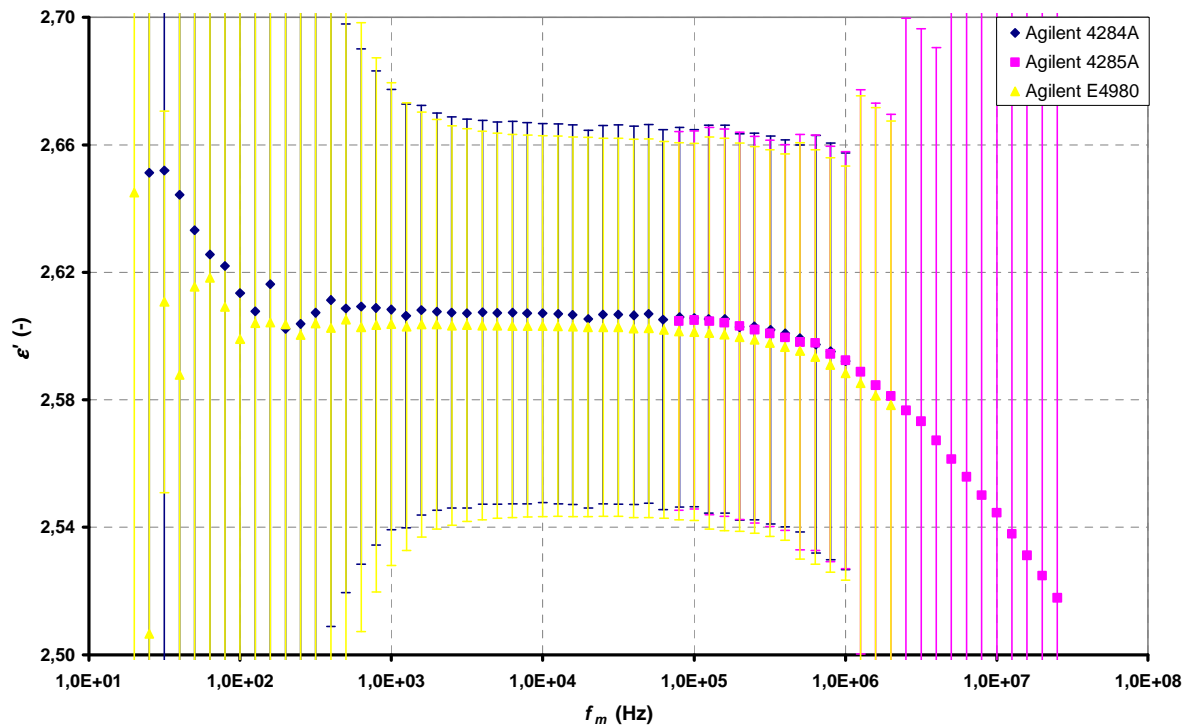
Obr. 17 Grafické závislosti ztrátového činitele na frekvenci pro měřicí mód SHORT, napětí $V_s = 2$ V a tloušťku vzorku a) $t = 0,3$ mm , b) $t = 2$ mm



Obr. 18 Grafické závislosti ztrátového činitele na frekvenci pro měřicí mód LONG, napětí $V_s = 2$ V a tloušťku vzorku a) $t = 0,3$ mm , b) $t = 2$ mm



Obr. 19 Grafické závislosti složek komplexní permivity na frekvenci pro nejpřesnější měření, a) měřicí mód LONG, napětí $V_s = 1$ V a tloušťku vzorku $t = 2$ mm , b) měřicí mód LONG, napětí $V_s = 1$ V a tloušťku vzorku $t = 0,3$ mm



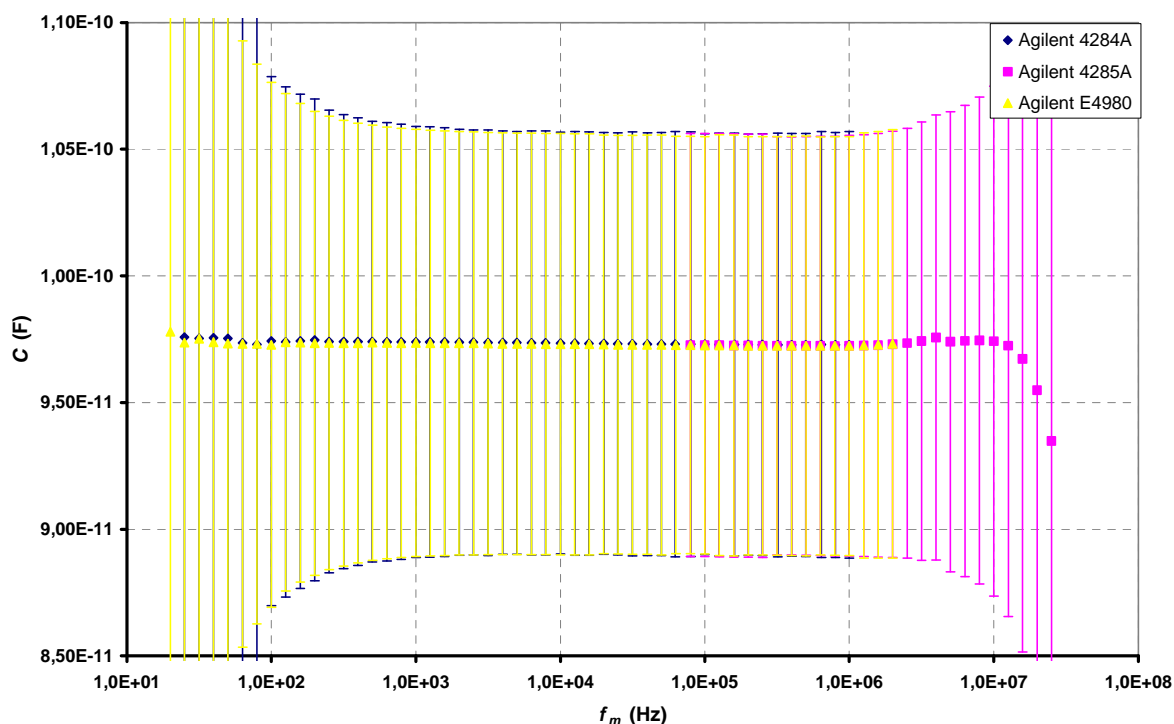
Obr. 20 Grafické závislosti složek komplexní permitivity na frekvenci pro nejméně přesné měření, a) měřicí mód SHORT, napětí $V_s = 2$ V a tloušťku vzorku $t = 0,3$ mm , b) měřicí mód SHORT, napětí $V_s = 2$ V a tloušťku vzorku $t = 0,3$ mm

2.4.4 Výsledky měření pro tuhá dielektrika

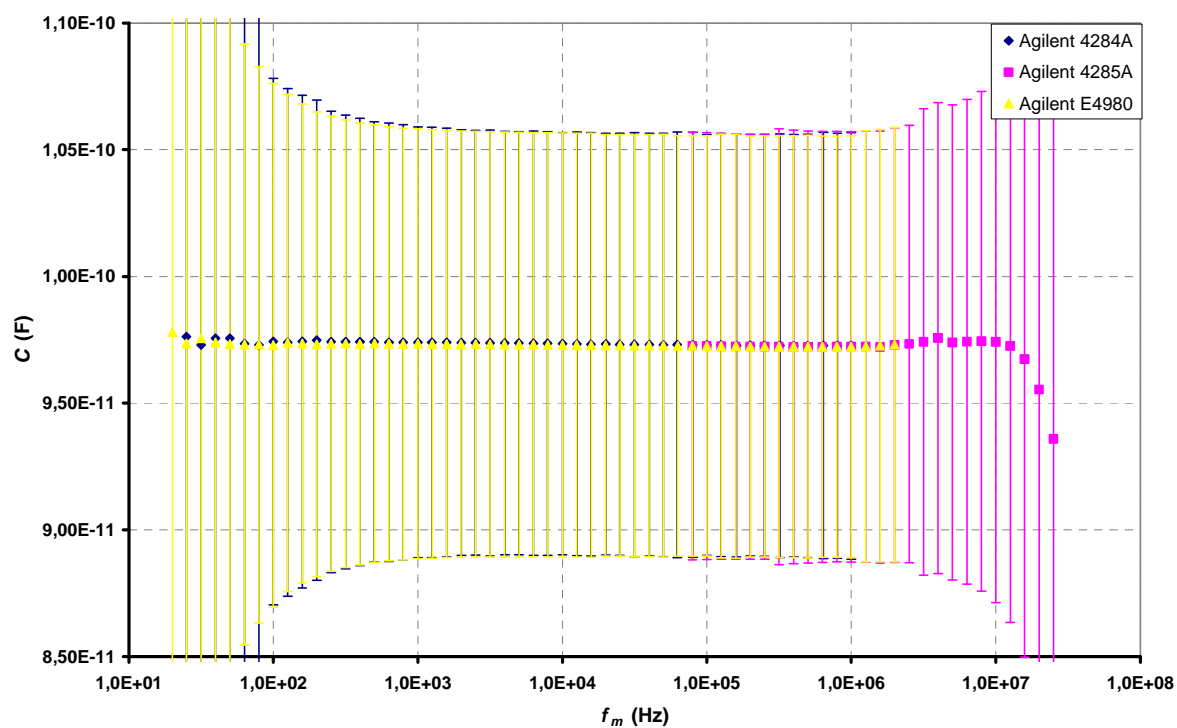
Data experimentálního měření jsou zpracována v grafických závislostech kapacity, ztrátového činitele, relativní permitivity a ztrátového čísla na frekvenci s vertikálními chybovými úsečkami, znázorňujícími nejistoty měření pro danou veličinu a odpovídající příslušnému nastavení měřicího přístroje.

Z kapacitních důvodů jsou v tištěné podobě uvedeny vybrané grafické závislosti $C = F(f_m)$ (obr. 21, obr. 22) a $\text{tg } \delta = F(f_m)$ (obr. 23, obr. 24) pro tloušťku vzorku $t = 0,6 \text{ mm}$, měřicí mód LONG a napětí $V_s = 1 \text{ V}$ a $V_s = 2 \text{ V}$ pro všechny měřicí přístroje. Následně jsou vybrány více přesné grafické závislosti složek komplexní permitivity na frekvenci, tj. $\varepsilon' = F(f_m)$ a $\varepsilon'' = F(f_m)$, stejným systémem jako pro kapalná dielektrika. Obr. 25 a obr. 26 vychází z měřených závislostí kapacity a ztrátového činitele na frekvenci při měřicím módu LONG, tloušťce vzorku $t_a = 0,6 \text{ mm}$ a napětí $V_s = 1 \text{ V}$.

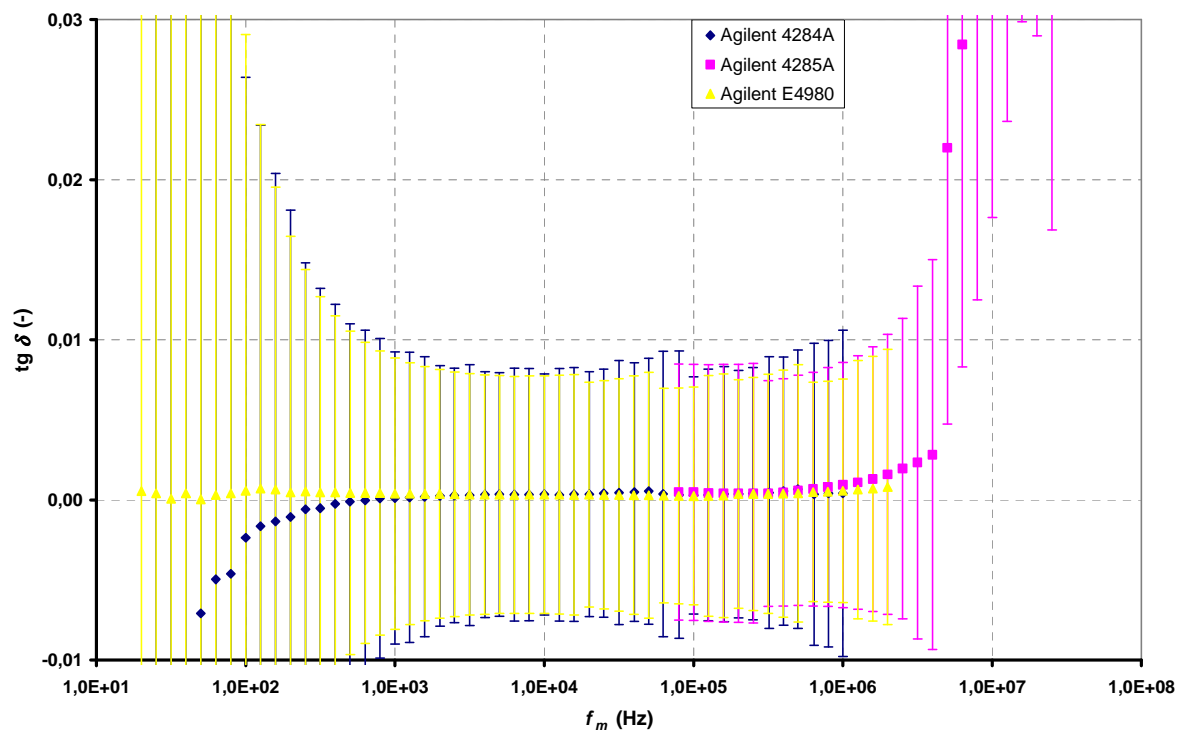
Celkový souhrn grafických závislostí je uveden na přiloženém digitálním mediu CD v adresáři „Grafické závislosti“.



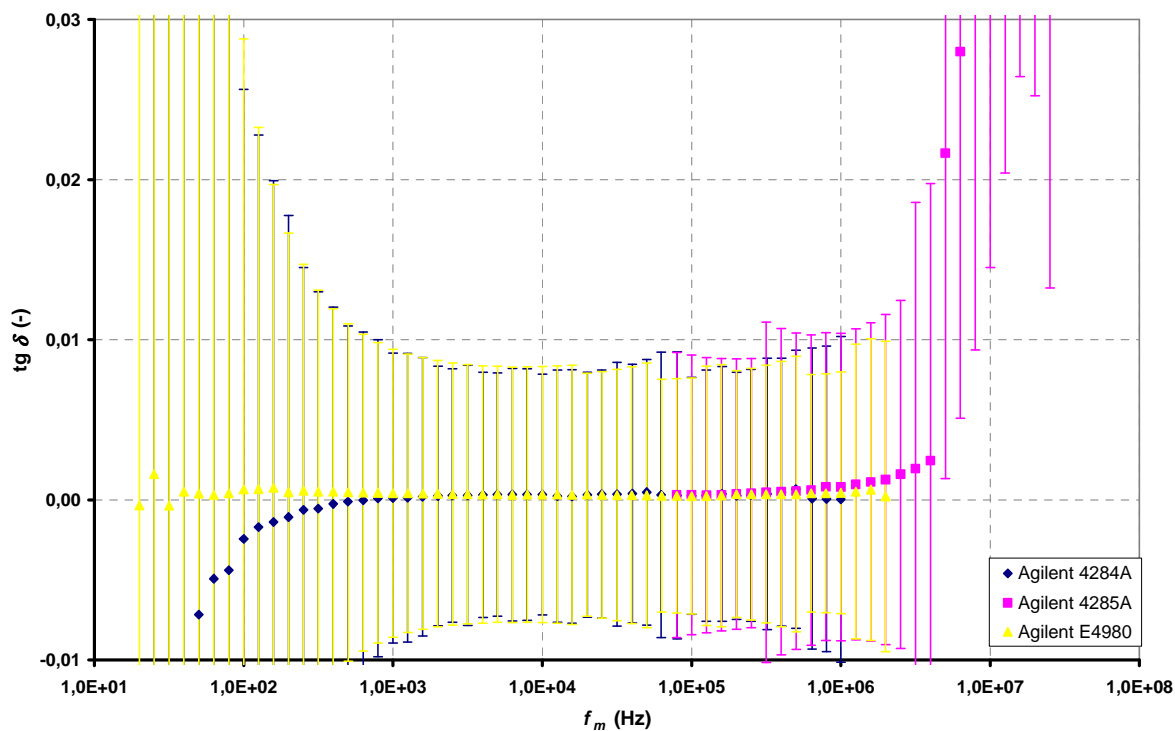
Obr. 21 Grafická závislost kapacity na frekvenci pro měřicí mód LONG, napětí $V_s = 1 \text{ V}$ a tloušťku vzorku $t = 0,6 \text{ mm}$



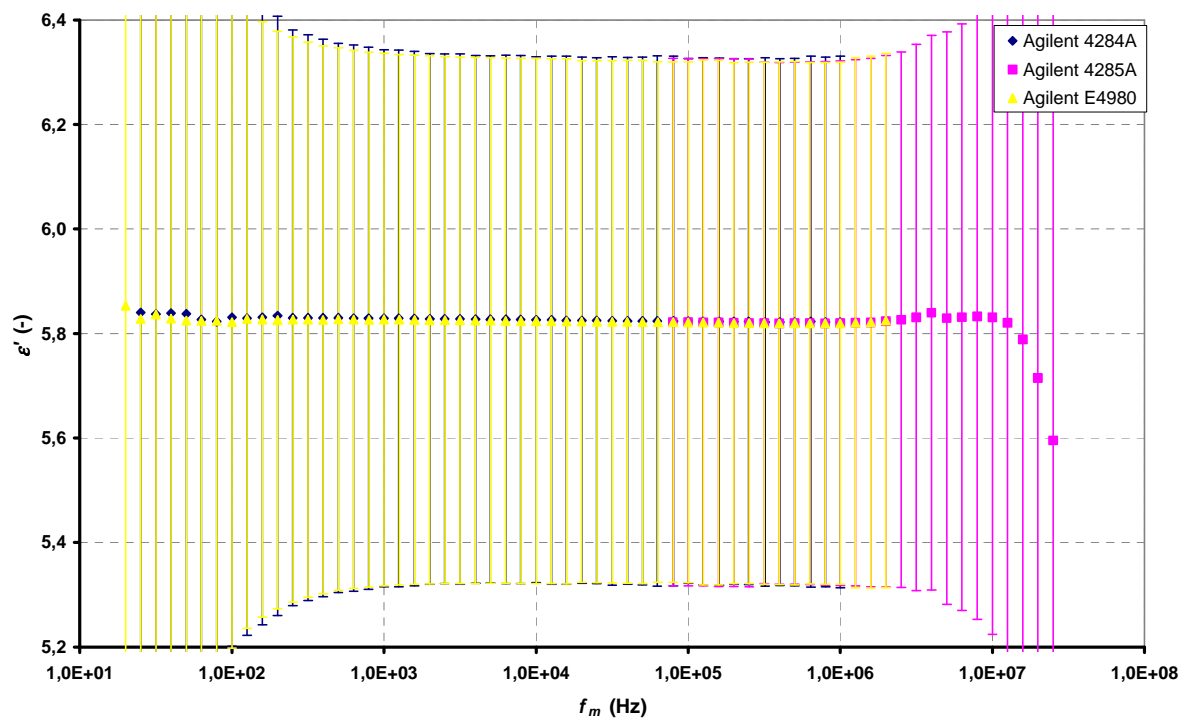
Obr. 22 Grafická závislost kapacity na frekvenci pro měřicí mód LONG, napětí $V_s = 2$ V a tloušťku vzorku $t = 0,6$ mm



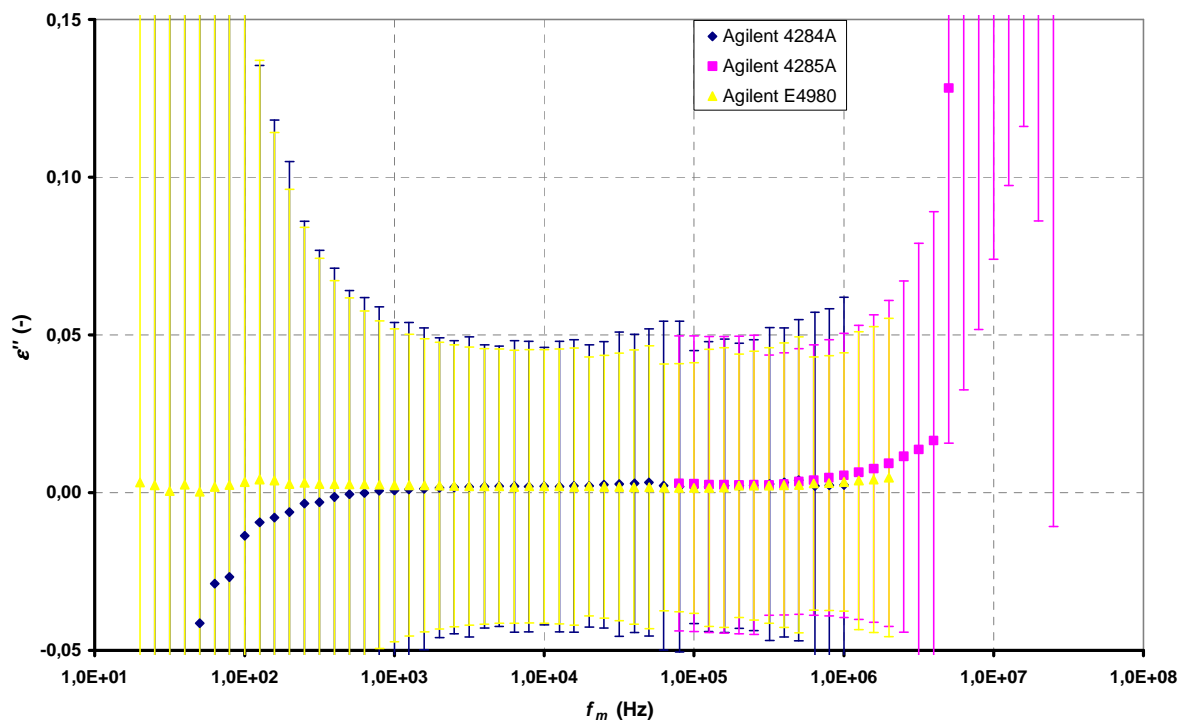
Obr. 23 Grafická závislost ztrátového činitele na frekvenci pro měřicí mód LONG, napětí $V_s = 1$ V a tloušťku vzorku $t = 0,6$ mm



Obr. 24 Grafická závislost ztrátového činitele na frekvenci pro měřicí mód LONG, napětí $V_s = 2 \text{ V}$ a tloušťku vzorku $t = 0,6 \text{ mm}$



Obr. 25 Grafická závislost relativní permitivity na frekvenci pro měřicí mód LONG, napětí $V_s = 1 \text{ V}$ a tloušťku vzorku $t = 0,6 \text{ mm}$



Obr. 26 Grafická závislost ztrátového čísla na frekvenci pro měřicí mód LONG, napětí $V_s = 1$ V a tloušťku vzorku $t = 0,6$ mm

2.4.5 Vyhodnocení experimentu

Experimentálně jsou změřeny závislosti kapacity a ztrátového činitele na frekvenci a z nich vypočítané složky komplexní permitivity, přičemž každá z měřených veličin je proměřena desetkrát pro každé měření. Odtud vyplývá, že mohou být vypočteny složky nejistot ze vztahů uvedených v kapitole 1.3 bez použití korekčního součinitele.

Měření probíhá na LCR metrech Agilent 4284A, Agilent 4285A a Agilent E4980 metodou dielektrické relaxační spektroskopie ve frekvenční oblasti. Oblast použitých frekvencí je dána součtem pásem jednotlivých přístrojů, tj. 20 Hz - 30 MHz, napětí $V_s = 1, 2$ a 5 V jsou experimentálně zvolena, využity jsou měřicí módy SHORT a LONG a tloušťka vzorku se odvozuje od rozměrů distančních kroužků u kapalných dielektrik a u tuhých je pevně dána tloušťkou vzorku t_a . Experiment není zaměřen na vliv vnějších podmínek, proto série měření probíhá při teplotě a relativní vlhkosti okolí.

Uvedená metoda měření a postupy výpočtů jsou aplikovány na kapalný a tuhý dielektrický materiál. Kapalným materiálem je Oligobutadien KRASOL LBH 2000, který se díky přidání aditiv vyznačuje nízkou reakcí na vlhkost a mezi sledované vlastnosti patří velmi malý ztrátový činitel. Elektrodotový systém Agilent 16452A disponuje čtyřmi originálními

distančními kroužky, které vytváří konečnou tloušťku měřeného materiálu $t_a = 0,3; 0,5; 1$ a 2 mm a umožňují proto vyhodnotit vliv tloušťky materiálu na sledované veličiny. Jednou z vlastností oligobutadienu je velmi nízký ztrátový činitel, což se projevuje na frekvenčních charakteristikách v oblasti nízkých frekvencí, kde se hodnoty pohybují v záporných číslech. Z fyzikálního hlediska toto nelze akceptovat a možné vysvětlení spočívá v nedostatečné rozlišovací schopnosti použitých přístrojů. Výška (intenzita) relaxačního maxima se nepatrně mění s použitým měřicím módem, při módu SHORT je vyšší. Pravděpodobnou příčinou může být rychlost konverze analogového signálu na digitální. V závislosti na druhu použitého měřicího módu a tloušťce vzorku je patrné, že hodnoty vhodné k vyhodnocení se pohybují nad frekvencemi $f_m = 10^2 - 10^4$ Hz. Měřená kapacita je nepřímo úměrná tloušťce vzorku, proto se vzrůstajícím t_a klesá kapacita, která nabývá hodnot v intervalu od $C = 86$ pF pro $t_a = 0,3$ mm až po $C = 14$ pF pro $t_a = 2$ mm. Velikost kapacity není ovlivněna měřicím módem na frekvencích od $f_m \geq 10^2 - 10^3$ Hz, na nižších frekvencích při módu SHORT jsou hodnoty rozházené, to však lze částečně eliminovat změnou módu na LONG. Experimentem je dále ověřen klesající průběh relativní permitivity se vzrůstající frekvencí. Pro všechny měřené frekvenční závislosti složek komplexní permitivity lze dát do souvislosti inflexní bod relativní permitivity a relaxační maximum ztrátového čísla přibližně na frekvenci $f_m = 10$ MHz. Rozšířená standardní nejistota pokrývá pravděpodobnost výskytu konvenčně pravé hodnoty v uvedeném intervalu 95 %. Pro kapacitu se pohybuje mezi 0,5 a 2 pF v závislosti na tloušťce vzorku, kdy s rostoucí tloušťkou klesá nejistota a zároveň se snižuje pásmo konstantní nejistoty, na měřicím módu, kdy je pro mód LONG nižší než pro SHORT, a na napětí signálu, které při $V_s = 2$ V zvyšuje úroveň nejistoty na frekvencích $f_m \approx 10^3$ Hz. Vypočítaná nejistota se v oblasti frekvencí $f_m \approx 10^3 - 2 \cdot 10^3$ až 10^6 Hz chová přibližně konstantně. Rozšířená nejistota pro ztrátový činitel se pohybuje přibližně v intervalu $U(\text{tg } \delta) = 0,003 - 0,005$ pro frekvence $f_m \approx 10^3$ až $2 \cdot 10^6$ Hz, který se s vzrůstající tloušťkou vzorku snižuje. Ovlivněna je podobně jako u kapacity úrovní signálu a měřicím módem. Stejným principem lze naznačit nejistotu pro relativní permitivitu a ztrátové číslo. Zde se nejistota $U(C) = 0,04 - 0,06$ na frekvencích $f_m \approx 10^4$ až 10^6 Hz pro relativní permitivitu a pro ztrátové číslo $U(\text{tg } \delta) = 0,005 - 0,01$ na $f_m \approx 2 \cdot 10^3$ až $3 \cdot 10^6$ Hz.

Reprezentativním vzorkem v případě vyhodnocení nejistot měření tuhých dielektrik je korundová keramika, jejíž parametry jsou měřeny pomocí tříelektrodového systému Agilent

16451B, který využívá kovových elektrod pro měření kontaktní metodou. Nevýhodou se stává skutečnost, že nerovnost povrchu vzorku tuhého dielektrika vyvolává dodatečnou, systematickou chybu, která vzniká nedokonalým přilnutím kovových elektrod na povrch vzorku. Výsledným efektem mezery je parazitní vzduchová kapacita, v náhradním obvodu by byla zapojena v sérii s měřeným kondenzátorem. Eliminace této chyby se, podle [1], provádí zavedením korekce, která závisí na poměru tloušťky vzorku a vzduchové mezery. Daný poměr nelze stanovit, protože není známa konvenčně pravá hodnota měřeného materiálu. Vyhodnocení experimentu je v principu stejné jako u kapalných dielektrik. Změnou měřicího módu ze SHORT na LONG lze dosáhnout přibližně stejných hodnot na nízkých kmitočtech pod $f_m \leq 10^3$ Hz, zvýšením napětí na $V_s = 2$ V dochází ke snížení pásma frekvencí s přibližně konstantní nejistotou měření a zvýšením tloušťky vzorku dochází ke snížení kapacity a nejistoty měření, přitom se ztrátový činitel nemění a stále pro něho platí, že záporné hodnoty jsou nepoužitelné. Výsledná nejistota je silně ovlivněna chybou elektrodového systému. Pro vzorek o $t_a = 0,24$ mm je tato chyba pro relativní permitivitu přibližně 12 % v celém frekvenčním rozsahu. Rozšířená standardní nejistota se pro kapacitu pohybuje $U(C) \cong 30$ pF a pro ztrátový činitel $U(\text{tg } \delta) = 0,01$. Změnou poměru tloušťky vzorku a vzduchové mezery klesá chyba elektrodového systému na 7,5 % u vzorku o $t_a = 0,6$ mm. Nejistota se sníží na $U(C) = 7$ pF pro kapacitu a pro ztrátový činitel na $U(\text{tg } \delta) \cong 0,008$. Nejistoty jsou uvažovány na frekvencích $f_m \approx 10^3$ až 10^6 Hz pro obě veličiny a oba vzorky. Složky komplexní permitivity vycházejí z měřených veličin a proto je výsledná nejistota kombinací nejistot dílčích složek vstupních měřených veličin.

Na základě předchozího textu lze doporučit vhodné nastavení jednotlivých měřicích přístrojů, popřípadě v kombinaci s elektrodovými systémy.

Přístroj Agilent 4284A se vyznačuje vysokou nepřesností na frekvencích nižších než $f_m = 10^3$ Hz a velmi nepřesným měřením ztrátového činitele, kdy se hodnoty překlápí ze záporných čísel do kladné oblasti v okolí frekvence $f_m \approx 5 \cdot 10^3$ Hz pro větší tloušťky vzorku. Naopak překvapivá je nízká nejistota v oblasti vysokých frekvencí, kde jsou hraniční hodnoty frekvenčního rozsahu nepřesné pro ostatní přístroje. Doporučené nastavení se pohybuje nad $f_m \approx 10^4$ Hz, měřicím módu LONG a napětí $V_s = 1$ V.

Přístroj Agilent 4285A je v převážné oblasti frekvencí nevhodný pro měření kapacity a ztrátového činitele. Nejistota se na frekvencích vyšších než $f_m > 4$ MHz dostává za hranici použitelnosti, na druhou stranu změřené hodnoty naznačují možné relaxační maximum

ztrátového čísla a inflexní bod u relativní permitivity. V kombinaci s elektrodovým systémem pro měření kapalných dielektrik vzniká chyba na frekvencích nad $f_m \geq 10$ MHz více než 10 %. Doporučené nastavení se v tomto případě určuje komplikovaně, protože ani jeden ze sledovaných parametrů nemá výrazný vliv na výslednou nejistotu. Na nižších frekvencích se nepatrně sníží nejistota při změně měřicího módu na LONG a při napětí $V_s = 1$ V, na vysokých frekvencích je chyba velká, proto by bylo jistější prezentovat naměřená data jako přibližná, orientační.

Přístroj Agilent E4980 má největší frekvenční rozsah, proto lze pozorovat výraznější vlivy na nízkých i vysokých hodnotách frekvencí. Tento přístroj je nejnovější a k výpočtu nepřesnosti využívá srovnávacího impedančního rozsahu, automaticky nastavovaného přístrojem. Výhodou oproti předchozím přístrojům v praxi tedy je odečítání kalibračních chyb z tabulek. Z grafických závislostí je patrný vliv na nízkých a vysokých frekvencích, i tak je použitelné frekvenční pásmo poměrně široké $f_m \approx 10^3$ až 10^6 Hz. V této oblasti je viditelný vliv měřicího módu a napětí. Doporučené nastavení jasně vyplývá z grafických charakteristik, frekvence v intervalu $f_m \approx 10^3$ až 10^6 Hz, měřicí mód LONG a napětí $V_s = 2$ V.

Přehled doporučeného nastavení pro dané experimentální měření je uveden v tab. 34. Mimo doporučené frekvence se u všech přístrojů vyskytuje výrazná rozšířená standardní nejistota, která vyvolává nespolehlivost naměřených dat, zejména na nízkých frekvencích. Dalším zdrojem nejistot se stává připojení elektrodového systému, který do experimentu vnáší chybu připevněním vzorku a parazitní parametry připojovacího kabelu.

Tab. 34 Doporučené nastavení jednotlivých přístrojů Agilent

přístroj	frekvence*	měřicí mód	napětí
4284A	$f_m \approx 10^3$ až 10^6 Hz	LONG	$V_s = 1$ V
4285A	$f_m < 4$ MHz	LONG	$V_s = 1$ V
E4980	$f_m \approx 10^3$ až 10^6 Hz	LONG	$V_s = 2$ V

*v závislosti na tloušťce vzorku se pásmo snižuje, s rostoucí tloušťkou roste dolní mez

3 Závěr

Vzorky materiálu jsou metodou dielektrické relaxační spektroskopie vyhodnoceny ve frekvenčním rozsahu 20 Hz až 30 MHz. Z experimentálně zjištěných hodnot kapacity a ztrátového činitele a vypočítaných složek komplexní permitivity jsou získány a porovnány nejistoty měření pro různá nastavení měřicích přístrojů Agilent. Jako nejspolehlivější se ukázal být LCR metr Agilent E4980, který je zároveň nejnovějším typem z použitých přístrojů. Z porovnání přístrojů Agilent E4980 a Agilent 4284A vyplývá, že na společných frekvencích je prvně jmenovaný přístroj přesnější a citlivější v oblasti nízkých hodnot ztrátového činitele pod frekvencemi $f_m \approx 10^3$ Hz. V oblasti frekvencí, která se u Agilent E4980 a Agilent 4285A překrývají, je druhý jmenovaný přístroj přednější. Na frekvencích vyšších než $f_m = 2$ MHz je Agilent 4285A naopak zcela nevyhovující pro daný experiment, protože má pro všechna nastavení vysokou nejistotu pohybující se v desítkách procent. Doporučené nastavení přístrojů pro daný experiment se nachází v tab. 34.

Použity jsou dva typy elektrodových systémů, pro kapalné dielektrické materiály Agilent 16452A, který je přesný na nízkých frekvencích, ale od $f_m > 4$ MHz se jeho chyba zvyšuje nad 10 %. Pro tuhá dielektrika je využit tříelektrodový systém Agilent 16451B, aplikací vzorku o tloušťce $t_a = 0,24$ mm je vyvolána chyba přibližně 12 %, kterou lze vlivem zvýšení tloušťky vzorku snížit.

4 Seznam symbolů a zkratek

$A; B$	$(S \cdot m^{-1}); (K)$	materiálové konstanty
A_a	(%)	absolutní chyba
A_b	(%)	základní chyba
A_{cal}	(%)	kalibrační chyba
A_e	(%)	relativní chyba
A_i	-	citlivostní koeficient
A_{il}	(-)	pomocná hodnota
$B_a; B_b$	(-)	konstanty pro efektivní plochu elektrody
$C; C_0$	(F)	kapacita reálného, vakuového kondenzátoru
$C_0; G_0$	(F); (S)	kapacita a vodivost popisující admitanci
C_a	(F)	absolutní přesnost kapacity
d	(m)	průměr měřicí elektrody
\vec{D}_m	$(C \cdot m^{-2})$	vektor elektrické indukce
$E; \vec{E}_m$	$(V \cdot m^{-1})$	intenzita elektrického pole; vektor intenzity elektrického pole
$E_a; E_b$	(-)	koeficienty pro výpočet chyby ztrátového činitele
E_P	$(V \cdot m^{-1})$	elektrická pevnost
f_m	(Hz)	měřicí frekvence
g	(m^{-3})	počet vzniklých iontů
g	(m)	mezera mezi měřicí a ochrannou elektrodou
I_C	(A)	proud kondenzátorem
K_a	(-)	koeficient zahrnující faktory při měření impedancí do 500 Ω
K_{aa}	(-)	koeficient zahrnující délku kabelu
K_b	(-)	koeficient zahrnující faktory při měření impedancí nad 500 Ω
K_{bb}	(-)	koeficient zahrnující délku kabelu
K_c	(-)	koeficient pro nekalibrované frekvence
K_d	-	koeficient délky kabelu

K_{d0}	(%)	přídavný koeficient délky kabelu
$K_i; K_{osc}$	(-)	koeficienty přístroje Agilent 4285A
K_l	(m)	délka kabelu
k_s	(-)	korekční koeficient pro daný počet měření
K_t	(-)	koeficient teploty
k_u	(-)	koeficient rozšíření
n	(-)	počet měření
$N_1; N_2$	(-)	konstanty přístroje Agilent 4285A
q	(C)	náboj částice
r	(m^{-3})	počet zaniklých částic
$r(x_i; x_j)$	(-)	korelační koeficient
$R_P; C_P$	(Ω); (F)	odpor a kapacita náhradního paralelního zapojení kondenzátoru
$R_S; L_S$	(Ω); (H)	odpor a indukčnost popisující impedanci
$s^2; s$	-	výběrový rozptyl; směrodatná odchylka výběrového průměru
$t; t_a$	(mm)	tloušťka vzorku
$tg \delta; tg \delta_a$	(-)	ztrátový činitel; absolutní přesnost ztrátového činitele
U	-	rozšířená standardní nejistota
$u(x_i; x_j)$	(-)	kovariance mezi dvěma odhady
$u_A; u_B$	-	standardní nejistota typu A, typu B
$u_{AK}(x_i; x_j)$	(-)	kovariance mezi dvěma odhady, metoda typu A
$u_{BK}(x_i; x_j)$	(-)	kovariance mezi dvěma odhady, metoda typu B
u_C	-	kombinovaná standardní nejistota
V_s	(V)	napětí
$X; x; \bar{x}$	-	měřená veličina; odhad veličiny; výběrový průměr veličiny
$Y; y; \bar{y}$	-	výstupní veličina; odhad veličiny; výběrový průměr veličiny
Y_0	(S)	rozptylová admitance
\bar{Z}	(Ω)	komplexní impedance

$ Z_m $	(Ω)	modul měřené impedance
Z_S	(Ω)	ztrátová impedance
Θ_{cal}	(rad)	kalibrační chyba
α	(-)	parametr charakterizující šířku relaxačního spektra, $\alpha \in \langle 0; 1 \rangle$
α	(-)	konstanta pro efektivní plochu elektrody
β	(-)	parametr charakterizující rozptyl relaxačních dob, $\beta \in \langle 0; 1 \rangle$
χ	(-)	koeficient pro rozdělení
δ	($^\circ$)	ztrátový úhel
ε	($F \cdot m^{-1}$)	absolutní permitivita vakua
ε^*	(-)	komplexní permitivita
ε'	(-)	relativní permitivita
ε''	(-)	ztrátové číslo
ε_0	($F \cdot m^{-1}$)	absolutní permitivita vakua
ε_s	(-)	statická permitivita pro $f \rightarrow 0$
ε_∞	(-)	optická permitivita pro $f \rightarrow \infty$
γ	($S \cdot m^{-1}$)	vodivost
φ	($^\circ$)	fázový úhel
$\mu_+ ; \mu_-$	($m \cdot s^{-1} \cdot V^{-1}$)	pohyblivost kladných, záporných nosičů náboje
μ_i	($C \cdot m^{-1}$)	indukovaný dipólový moment
ϑ	($^\circ C$)	teplota
ρ_P	(Ω)	povrchová rezistivita
ρ_V	($\Omega \cdot m$)	vnitřní rezistivita
τ_0	(s)	relaxační doba

5 Seznam tabulek

Tab. 1	Hodnoty korekčních koeficientů pro různé počty opakovaných měření.....	17
Tab. 2	Koeficienty rozšíření.....	18
Tab. 3	Vybrané vlastnosti oligobutadienu LBH 2000.....	24
Tab. 4	Vlastnosti korundové keramiky [16].....	26
Tab. 5	Tabulka pro koeficienty A_1, A_2, A_3, A_4 pro měřicí módy LONG/MEDIUM.....	30
Tab. 6	Tabulka pro koeficienty A_1, A_2, A_3, A_4 pro měřicí mód SHORT.....	30
Tab. 7	Tabulka pro stanovení koeficientů K_a, K_b	32
Tab. 8	Tabulka pro koeficient délky kabelu K_{aa}	32
Tab. 9	Tabulka pro koeficient délky kabelu K_{bb}	32
Tab. 10	Tabulka pro koeficient uplatňující se na jiných než kalibrovaných frekvencích.....	33
Tab. 11	Tabulka kalibrovaných frekvencí.....	33
Tab. 12	Tabulka pro koeficient délky kabelu K_d	33
Tab. 13	Tabulka pro koeficient teploty K_t	33
Tab. 14	Tabulka pro koeficienty N_1, N_2	35
Tab. 15	Tabulka pro koeficienty A_i	36
Tab. 16	Tabulka pro koeficient teploty K_t	39
Tab. 17	Tabulka korekcí pro měřicí mód SHORT.....	40
Tab. 18	Tabulka korekcí pro měřicí módy MEDIUM, LONG.....	40
Tab. 19	Korekce měřené impedance $ Z_m < 30 \Omega$	40
Tab. 20	Korekce měřené impedance $ Z_m > 92 \text{ k}\Omega$	40
Tab. 21	Tabulka pro korekce impedance $Z_m > 1,08 \Omega$	41
Tab. 22	Tabulka pro korekce impedance $Z_m < 1,08 \Omega$	41
Tab. 23	Tabulka pro koeficient délky kabelu.....	41

Tab. 24 Tabulka OPEN offset při $V_s \leq 2,0 V_{\text{rms}}$	42
Tab. 25 Tabulka OPEN offset při $V_s > 2,0 V_{\text{rms}}$	42
Tab. 26 Tabulka pro koeficient délky kabelu	42
Tab. 27 Tabulka pro koeficient teploty K_t	42
Tab. 28 Tabulka pro výpočet kalibrační přesnosti; impedanční rozsah $Z = 0,1; 1; 10 \Omega$	43
Tab. 29 Tabulka pro výpočet kalibrační přesnosti; impedanční rozsah $Z = 100 \Omega$	43
Tab. 30 Tabulka pro výpočet kalibrační přesnosti; impedanční rozsah $Z = 300 \Omega; 1 \text{ k}\Omega$	43
Tab. 31 Tabulka pro výpočet kalibrační přesnosti; impedanční rozsah $Z = 3 \text{ k}; 10 \text{ k}\Omega$	43
Tab. 32 Tabulka pro výpočet kalibrační přesnosti; impedanční rozsah $Z = 30 \text{ k}; 100 \text{ k}\Omega$	44
Tab. 33 Vybrané konstanty pro efektivní plochu	47
Tab. 34 Doporučené nastavení jednotlivých přístrojů Agilent.....	75

6 Seznam obrázků

Obr. 1 Náhradní obvod kondenzátoru s ideálním dielektrikem.....	12
Obr. 2 Přehled rozdělení [13]	16
Obr. 3 Struktura oligobutadienu LBH α, ω – di(2 – hydroxyl) – polybutadiene	23
Obr. 4 Graf pro určení základní chyby A_b LCR metru 4284A [3]	29
Obr. 5 Závislost pro určení chyby A_b LCR metru 4284A [3].....	31
Obr. 6 Graf pro určení kalibrační chyby A_{cal} LCR metru 4284A [3].....	34
Obr. 7 Graf pro určení základní chyby A_b LCR metru 4285A pro $V_s \leq 1 V_{rms}$ [4]	37
Obr. 8 Graf pro určení základní chyby A_b LCR metru 4285A pro $V_s > 1 V_{rms}$ [4]	38
Obr. 9 Závislost chyby A přípravku na frekvenci [2]	45
Obr. 10 Závislost chyby B přípravku na frekvenci [2].....	45
Obr. 11 Grafické závislosti kapacity na frekvenci pro měřicí mód SHORT, napětí $V_s = 1 V$ a tloušťku vzorku a) $t = 0,3 mm$ b) $t = 2 mm$	59
Obr. 12 Grafické závislosti kapacity na frekvenci pro měřicí mód LONG, napětí $V_s = 1 V$ a tloušťku vzorku a) $t = 0,3 mm$, b) $t = 2 mm$	60
Obr. 13 Grafické závislosti ztrátového činitele na frekvenci pro měřicí mód SHORT, napětí $V_s = 1 V$ a tloušťku vzorku a) $t = 0,3 mm$, b) $t = 2 mm$	61
Obr. 14 Grafické závislosti ztrátového činitele na frekvenci pro měřicí mód LONG, napětí $V_s = 1 V$ a tloušťku vzorku $t = 0,3; 2 mm$	62
Obr. 15 Grafické závislosti kapacity na frekvenci pro měřicí mód SHORT, napětí $V_s = 2 V$ a tloušťku vzorku a) $t = 0,3 mm$, b) $t = 2 mm$	63
Obr. 16 Grafické závislosti kapacity na frekvenci pro měřicí mód LONG, napětí $V_s = 2 V$ a tloušťku vzorku a) $t = 0,3 mm$, b) $t = 2 mm$	64
Obr. 17 Grafické závislosti ztrátového činitele na frekvenci pro měřicí mód SHORT, napětí $V_s = 2 V$ a tloušťku vzorku a) $t = 0,3 mm$, b) $t = 2 mm$	65

Obr. 18 Grafické závislosti ztrátového činitele na frekvenci pro měřicí mód LONG, napětí $V_s = 2$ V a tloušťku vzorku a) $t = 0,3$ mm , b) $t = 2$ mm	66
Obr. 19 Grafické závislosti složek komplexní permitivity na frekvenci pro nejpřesnější měření, a) měřicí mód LONG, napětí $V_s = 1$ V a tloušťku vzorku $t = 2$ mm , b) měřicí mód LONG, napětí $V_s = 1$ V a tloušťku vzorku $t = 0,3$ mm	67
Obr. 20 Grafické závislosti složek komplexní permitivity na frekvenci pro nejméně přesné měření, a) měřicí mód SHORT, napětí $V_s = 2$ V a tloušťku vzorku $t = 0,3$ mm , b) měřicí mód SHORT, napětí $V_s = 2$ V a tloušťku vzorku $t = 0,3$ mm	68
Obr. 21 Grafická závislost kapacity na frekvenci pro měřicí mód LONG, napětí $V_s = 1$ V a tloušťku vzorku $t = 0,6$ mm	69
Obr. 22 Grafická závislost kapacity na frekvenci pro měřicí mód LONG, napětí $V_s = 2$ V a tloušťku vzorku $t = 0,6$ mm	70
Obr. 23 Grafická závislost ztrátového činitele na frekvenci pro měřicí mód LONG, napětí $V_s = 1$ V a tloušťku vzorku $t = 0,6$ mm	70
Obr. 24 Grafická závislost ztrátového činitele na frekvenci pro měřicí mód LONG, napětí $V_s = 2$ V a tloušťku vzorku $t = 0,6$ mm	71
Obr. 25 Grafická závislost relativní permitivity na frekvenci pro měřicí mód LONG, napětí $V_s = 1$ V a tloušťku vzorku $t = 0,6$ mm	71
Obr. 26 Grafická závislost ztrátového čísla na frekvenci pro měřicí mód LONG, napětí $V_s = 1$ V a tloušťku vzorku $t = 0,6$ mm	72

7 Použitá literatura

- [1] HP 16451B Dielectric Test Fixture: *Operation Manual*. Japan – Agilent Technologies Ltd – Fifth Edition, October 2000.
- [2] HP 16452A Liquid Test Fixture: *Operation Manual*. Japan – Agilent Technologies Ltd – Third Edition, January 2000.
- [3] HP 4284A Precision LCR Meter: *Operation Manual*. Japan – Agilent Technologies Ltd, January 2000.
- [4] HP 4285A Precision LCR Meter: *Operation Manual*. Japan – Agilent Technologies Ltd, March 2000.
- [5] HP E4980 Precision LCR Meter: *Operation Manual*. Japan – Agilent Technologies Ltd – Sixth Edition, October 2007.
- [6] Chudý, V., Palenčár, R., Kureková, E., Halaj, M. *Meranie technických veličín*. Bratislava: Slovenská technická univerzita v Bratislave, 1999.
- [7] Jiráček, J., Autrata, R., Lierdemann, K., Rozsivalová, Z., Sedlaříková, M. *Materiály a technická dokumentace – část: Materiály v elektrotechnice*. Brno: Vysoké učení technické v Brně. Elektronická skripta.
- [8] *LBHPProductInfo* [cit. 2009-04-14]. Dostupné z WWW: <http://www.kaucuk.cz> .
- [9] Meloun, M., Militký, J. *Kompendium statistického zpracování dat*. Academia 2002.
- [10] Mentlík, V. *Dielektrické prvky a systémy*. Praha: BEN – technická literatura, 2006. 235 stran. ISBN 80-7300-189-6.
- [11] Palenčár, R., Vdoleček, F., Halaj, M. *Nejistoty měření I: vyjadřování nejistot*. Automa, 7, 2001, č. 7-8, s. 50-54.
- [12] Palenčár, R., Vdoleček, F., Halaj, M. *Nejistoty měření II: nejistoty přímých měření*. Automa, 7, 2001, č. 10, s. 52-56.
- [13] Palenčár, R., Vdoleček, F., Halaj, M. *Nejistoty měření III: nejistoty nepřímých měření*. Automa, 7, 2001, č. 12, s. 28-33.
- [14] Polsterová, H., Rozsivalová, Z. *Řízení jakosti – elektronická skripta*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, 2004.
- [15] ZČU *Přednáškový materiál*. [cit. 2009-05-12]. Dostupné z WWW: <http://stag.zcu.cz/fel/ket/mse/Prednasky/08.%20prednaska%20MSE.pdf> .

[16] ZČU *Přednáškový materiál.* [cit. 2009-05-12]. Dostupné z WWW:
<http://ateam.zcu.cz/download/keramika.pdf> .