

Politechnika Śląska Wydział Automatyki, Elektroniki i Informatyki Kierunek Automatyka i Robotyka

Praca dyplomowa magisterska

Stanowisko pomiarowe do badań metodą spektroskopii impedancyjnej

Autor: inż. Marcin Kir Kierujący pracą: dr inż. Józef Wiora

Gliwice, listopad 2014

Spis treści

Wstęp)		5
1.	Cel i zakres pracy		
2.	Spe	ektroskopia impedancyjna	8
2.1.	Syg	ınały wymuszające	8
2.2.	Tra	nsmitancja widmowa, impedancja	9
3.	Od	oowiedź układów elektrycznych1	0
3.1.	Sta	le napięcie wejściowe1	0
3.2.	Zmi	enne napięcie wejściowe1	1
4.	Imp	edancja obwodów elektrycznych1	4
4.1.	Sze	eregowy obwód RC1	6
4.2.	Ró	vnoległy obwód RC1	8
4.3.	Sze	regowe połączenie rezystancji R_1 i równoległego obwodu R_2 -C 2	21
4.4.	Spe	ecyficzne elementy obwodów w EIS2	23
4.4	l.1.	Impedancja Warburga2	24
4.4 4.4	⊧.1. ⊧.2.	Impedancja Warburga	24 27
4.4 4.4 5.	⊧.1. ⊧.2. Me	Impedancja Warburga2 Element stało-fazowy2 tody pomiarowe w EIS2	24 27 29
4.4 4.4 5. 5.1.	l.1. l.2. Me Mo:	Impedancja Warburga	24 27 29 29
4.4 4.4 5. 5.1. 5.2.	I.1. I.2. Me ^r Mos Krz	Impedancja Warburga	24 27 29 29 30
4.4 4.4 5. 5.1. 5.2. 5.3.	I.1. Me ^r Mos Krz Det	Impedancja Warburga	24 27 29 29 30
4.4 4.4 5. 5.1. 5.2. 5.3. 5.4.	I.1. Me ^r Mos Krz Det	Impedancja Warburga	24 27 29 29 30 31 33
4.4 5. 5.1. 5.2. 5.3. 5.4. 5.5.	I.1. Me ^r Mos Krz Det Ana Szy	Impedancja Warburga	24 27 29 30 31 33 37
4.4 5. 5.1. 5.2. 5.3. 5.4. 5.5. 5.5.	I.1. Me ^r Mos Krz Det Ana Szy 5.1.	Impedancja Warburga 2 Element stało-fazowy 2 tody pomiarowe w EIS 2 stki AC 2 ywe Lissajous 3 ekcja fazo-czuła – PSD 3 aliza odpowiedzi częstotliwościowej – FRA 3 vbka transformata Fouriera – FFT 3 Sygnał impulsowy 3	24 27 29 29 30 31 33 37 39
4.4 4.4 5. 5.1. 5.2. 5.3. 5.4. 5.5. 5.5 5.5	.1. Me ⁻ Mo: Krz Det Ana Szy 5.1.	Impedancja Warburga 2 Element stało-fazowy 2 tody pomiarowe w EIS 2 stki AC 2 ywe Lissajous 3 ekcja fazo-czuła – PSD 3 aliza odpowiedzi częstotliwościowej – FRA 3 vbka transformata Fouriera – FFT 3 Sygnał impulsowy 3 Szum 4	24 27 29 30 31 33 37 39
4.4 5. 5.1. 5.2. 5.3. 5.4. 5.5. 5.5 5.5 5.5	.1. Me ^r Mos Krz Det Szy 5.1. 5.2.	Impedancja Warburga 2 Element stało-fazowy 2 tody pomiarowe w EIS 2 stki AC 2 ywe Lissajous 3 ekcja fazo-czuła – PSD 3 aliza odpowiedzi częstotliwościowej – FRA 3 bka transformata Fouriera – FFT 3 Sygnał impulsowy 3 Szum 4 Suma sygnałów sinusoidalnych 4	24 27 29 30 31 33 37 39 40
4.4 4.4 5. 5.1. 5.2. 5.3. 5.4. 5.5. 5.5 5.5 6.	i.1. Me ⁻ Mo: Krz Det Ana Szy 5.1. 5.2. Apl	Impedancja Warburga 2 Element stało-fazowy 2 tody pomiarowe w EIS 2 stki AC 2 ywe Lissajous 3 ekcja fazo-czuła – PSD 3 aliza odpowiedzi częstotliwościowej – FRA 3 rbka transformata Fouriera – FFT 3 Sygnał impulsowy 3 Szum 4 Suma sygnałów sinusoidalnych 4 ikacja pomiarowa 4	24 27 29 30 31 33 37 39 40 40

6.2.	Karta pomiarowa NI PXI-6251 oraz zakres pomiarowy43			
6.3.	Apli	ikacja pomiarowa	.44	
6.3	8.1.	Panel użytkownika	.44	
6.3	3.2.	Diagram blokowy	.46	
7.	Płyt	tka testowa	.51	
8.	Bac	dania	.54	
8.1.	Prz	edmiot badań	.54	
8.2.	Kali	ibracja	.54	
8.3.	Por	niar impedancji	.56	
8.3	8.1.	Ścieżka nr 1 - rezystancja R	.56	
8.3	8.2.	Ścieżka nr 2 – rezystancja R	.58	
8.3	3.3.	Ścieżka nr 4 – szeregowy obwód RC	.61	
8.3	8.4.	Ścieżka nr 5 – równoległy obwód RC	.64	
8.4.	Wp	ływ zastosowania goldpinów na wynik pomiaru impedancji	.68	
8.4	l.1.	Pomiar rezystancji	.69	
8.4	I.2.	Pomiar pojemności	.71	
8.5.	Wp imp	ływ kierunku zmiany częstotliwości wymuszenia na wynik pomiaru edancji	.75	
8.6.	Wp	ływ ilości okresów sygnału wymuszającego na wynik pomiaru		
	imp	edancji	.78	
9.	Poo	dsumowanie	.86	
9.1.	Wn	ioski	.86	
9.2.	Moz	żliwe kierunki rozwoju projektu	.87	
Literat	tura.		.88	
Spis r	ysun	ków	.90	
Spis ta	abel		.94	

Wstęp

Elektrochemiczna spektroskopia impedancyjna to potężne narzędzie analityczne wykorzystywane w wielu obszarach badawczych. Pierwotnie służyła głównie do pomiarów warstwy podwójnej na elektrodzie, jednak wraz z rozwojem elektroniki i komputeryzacji zyskała znacząco na popularności. Współcześnie metoda ta stosowana jest między innymi w badaniach parametrów powłok korozyjnych, baterii, materiałów wykorzystywanych w elektronice i optoelektronice, a także w dziedzinach takich jak biologia i biomedycyna.

Przedmiotem niniejszej pracy jest opracowanie oraz wykonanie stanowiska laboratoryjnego umożliwiającego pomiary metodą spektroskopii impedancyjnej. Prostota metody w połączeniu z jej popularnością oraz dostarczanym przez wyniki bogactwem informacji pozwala na wysoką ocenę walorów dydaktycznych tworzonego stanowiska. Cel pracy oraz stawiane wymagania zostały opisane w rozdziale 1.

W rozdziałach 2 oraz 3 zawarto wstęp teoretyczny pozwalający na wprowadzenie czytelnika w problematykę omawianego zagadnienia. W rozdziale 2 skupiono się na krótkim opisie metody i stosowanych w niej sygnałach wymuszających. Omówiono również takie zagadnieniach jak transmitancja widmowa czy impedancja. Rozdział 3 to matematyczne wyprowadzenia odpowiedzi układów elektrycznych na stałe oraz zmienne napięcie wyjściowe.

Rozdział 4 to omówienie zagadnienia impedancji obwodów elektrycznych wraz z matematycznymi wyprowadzeniami impedancji dla elementów RLC. W dalszej części rozdziału zostały omówione przykłady obwodów charakterystycznych dla spektroskopii impedancyjnej. W opisach zostały zawarte charakterystyki Nyquista oraz Bodego wraz komentarzem. Wykresy te stanowią sposób prezentacji wyników w opisywanej metodzie. Rozdział kończy się opisem impedancji Warburga i elementu stało-fazowego.

W rozdziale 5 zostały przedstawione metody pomiarowe stosowane w spektroskopii impedancyjnej. Omawiane metody to m. in.: FRA, FTT, czy też metoda mostków AC. Rozdział ten kończy opis zagadnień teoretycznych w pracy.

5

W rozdziale 6 skupiono się na omówieniu wykonanej aplikacji pomiarowej wchodzącej w skład stanowiska pomiarowego. W rozdziale został zawarty krótki opis środowiska programistycznego, karty pomiarowej oraz panelu użytkownika i diagramu blokowego aplikacji.

Rozdział 7 to opis projektu płytki testowej. W opisie zostały omówione ścieżki stanowiące element badany w projekcie oraz przedstawiono zestawienie elementów wykorzystanych do stworzenia płytki.

W rozdziale 8 został przedstawiony przedmiot badań oraz wyniki wraz z wnioskami. Badania podzielono na 4 obszary: pomiar impedancji, wpływ zastosowania goldpinów na wynik pomiaru, wpływ kierunku zmiany częstotliwości wymuszenia na wynik pomiaru oraz wpływ ilości okresów sygnału pobudzającego na wynik pomiaru. Dla dwóch ścieżek wyznaczono schematy układów zastępczych.

W rozdziale 9 zawarto podsumowanie wykonanych prac oraz wniosków uzyskanych w procesie analizy badań. Praca dyplomowa zakończona jest opisem możliwych kierunków rozwoju projektu.

1. Cel i zakres pracy

Celem pracy magisterskiej jest zaprojektowanie i zbudowanie stanowiska laboratoryjnego do badań układów RLC metodą spektroskopii impedancyjnej. W skład stanowiska powinna wchodzić płytka testowa z obwodami RLC oraz aplikacja pomiarowa. Aplikacja powinna charakteryzować się następującymi cechami:

- generowanie sygnału wymuszającego,
- akwizycja danych,
- automatyczny pomiar dla całego zakresu częstotliwości,
- prezentacja danych pomiarowych na wykresie oraz w postaci tabelarycznej,
- zapis danych pomiarowych do pliku.

Zakres pracy obejmuje:

- przedstawienie zagadnień teoretycznych związanych z spektroskopią impedancyjną,
- omówienie metod pomiarowych stosowanych w spektroskopii impedancyjnej,
- zaprojektowanie płytki testowej z układami RLC,
- stworzenie aplikacji pomiarowej,
- przeprowadzenie badań,
- prezentacja i omówienie wyników,
- przygotowanie instrukcji laboratoryjnej.

2. Spektroskopia impedancyjna

Spektroskopia impedancyjna (EIS Electrochemical Impedance _ Spectroscopy) metoda powszechnie stosowana badaniach to w elektrochemicznych oraz korozyjnych [1]. Polega na pomiarze liniowej, elektrycznej odpowiedzi badanego materiału pobudzonego małym sygnałem elektromagnetycznym w szerokim zakresie częstotliwości. Wyniki pomiarów są przedstawiane najczęściej za pomocą admitancji lub impedancji obiektu i mogą zależeć od zewnętrznych czynników wymuszających. Do czynników zewnętrznych parametrów – są zaliczane [2]:

- temperatura,
- wilgotność,
- fala świetlna,
- gaz,
- ciśnienie, itp.

2.1. Sygnały wymuszające

Odpowiedzi elektryczne są uzyskiwane poprzez zastosowanie różnych sygnałów wymuszających w postaci funkcji:

- harmonicznej,
- skokowej,
- liniowej,
- δ Diraca,
- losowej lub pseudolosowej.

Zastosowanie różnych rodzajów sygnałów wymuszających pozwala na zebranie większej ilości informacji o cechach badanego materiału. Przykładowo zastosowanie wymuszenia w postaci skoku jednostkowego napięcia jest przydatne do badania właściwości izolacyjnych materiału [2]. W niniejszej pracy stosowanym sygnałem wymuszającym jest napięcie sinusoidalne.

2.2. Transmitancja widmowa, impedancja

W wyniku pomiarów przeprowadzonych metodą spektroskopii impedancyjnej, otrzymuje się zbiór wartości zespolonej wielkości elektrycznej w funkcji częstotliwości w przedziale kilku dekad. Na jego podstawie możliwe jest przeprowadzenie pełnej analizy właściwości dynamicznych badanego obiektu.

Właściwości dynamiczne układów liniowych w dziedzinie częstotliwości są zazwyczaj opisane przez transmitancję widmową $H(\omega)$. Wielkość ta przedstawia zależność pomiędzy wejściowym sygnałem sinusoidalnym $x(t) = Xsin(\omega t)$, a sinusoidalnym sygnałem wyjściowym (odpowiedzią) przesuniętym w fazie $y(t) = Ysin(\omega t + \varphi)$ dla takiej samej częstotliwości (pulsacji) ω [2]:

$$H(\omega) = |H(\omega)|e^{j\varphi(\omega)}$$
(2.1)

gdzie: moduł $|H(\omega)| = \frac{Y}{X}$ jest znany jako amplitudowa, a argument $\varphi = argH(\omega) = \varphi(\omega)$, jako fazowa charakterystyka transmitancji widmowej $H(\omega)$. W spektroskopii impedancyjnej transmitancja widmowa $H(\omega)$ przyjmuje postać admitancji $Y(\omega)$ lub impedancji $Z(\omega)$. Impedancję definiują równania:

$$Z(\omega) = \frac{U(\omega)}{I(\omega)} = |Z(\omega)|e^{j\varphi(\omega)},$$
(2.2)

$$Z(\omega) = ReZ + jImZ, \qquad (2.3)$$

gdzie: *ReZ* oraz *ImZ* są odpowiednio częścią rzeczywistą i urojoną impedancji.

Zależności pomiędzy przedstawionymi wielkościami są następujące:

$$|Z| = \sqrt{(ReZ)^2 + (ImZ)^2},$$
(2.4)

$$\varphi(\omega) = \operatorname{arctg} \frac{ImZ(\omega)}{ReZ(\omega)},$$
(2.5)

$$ReZ(\omega) = |Z|\cos\varphi,$$
 (2.6)

$$ImZ(\omega) = |Z|\sin\varphi.$$
(2.7)

Z definicji impedancji $Z(\omega)$ (2.2) wynika, iż pomiar sprowadza się do określenia wartości amplitudy prądu płynącego przez badany obiekt oraz przesunięcia fazowego pomiędzy przyłożonym napięciem a tym prądem [2].

3. Odpowiedź układów elektrycznych

3.1. Stałe napięcie wejściowe

Przyłożenie wymuszenia (napięcia, prądu) do układów elektrycznych skutkuje wystąpieniem odpowiedzi. Przyłożenie stałego napięcia u(t) do rezystancji R powoduje przepływ prądu definiowanego jako $i(t) = \frac{u(t)}{R}$. Jeśli takie samo napięcie przyłożone zostanie do szeregowego połączenia rezystancji R i pojemności C, całkowity spadek napięcia jest równy sumie spadków napięć na każdym z elementów. Zakładając, że $u(t) = \frac{q(t)}{c}$, gdzie q jest ładunkiem zmagazynowanym w kondensatorze, dane jest następujące równanie:

$$u(t) = i(t)R + \frac{q(t)}{C} = i(t)R + 1/C \int_{0}^{t} i(t)dt$$
(3.1)

Powyższe równanie może być rozwiązane przy użyciu transformaty Laplace'a lub różniczkowania. Różniczkując równanie (3.1) otrzymujemy:

$$\frac{di(t)}{dt} + \frac{i(t)}{RC} = \frac{1}{R} \frac{du(t)}{dt}$$
(3.2)

które dla znanego u(t) może być rozwiązane przy użyciu standardowych metod dla równań różniczkowych.

Transformatą Laplace'a funkcji f(t) nazywamy funkcję:

$$\mathcal{L}[f(t)] = f(s) = F(s) = \int_{0}^{\infty} f(t)e^{-st}dt$$
(3.3)

Transformata Laplace'a jest często używana do rozwiązywania równań różniczkowych i całkowych. Parametr *s* jest parametrem zespolonym $s = v + j\omega$, gdzie $j = \sqrt{-1}$, jednak w tym rozdziale będzie rozważana tylko jego część rzeczywista s = v. Poddając równanie (3.1) transformacie Laplace'a, biorąc pod uwagę, że $\mathcal{L}(\int_0^t i(t)dt) = \frac{I(s)}{s}$, otrzymujemy:

$$U(s) = I(s)R + \frac{I(s)}{sC}$$
(3.4)

co prowadzi do:

$$I(s) = \frac{U(s)}{R + \frac{1}{sC}}$$
(3.5)

Stosunek transformat Laplace'a napięcia i prądu $\frac{U(s)}{I(s)}$ jest wyrażany w jednostce rezystancji Ω i nazywany impedancją Z(s). Przekształcając równanie (3.5) otrzymujemy:

$$Z(s) = \frac{U(s)}{I(s)} = R + \frac{1}{sC}$$
(3.6)

Odwrotnością impedancji jest admitancja, $Y(s) = \frac{1}{Z(s)}$. Obie wielkości są transmitancjami i przekształcają jeden sygnał (np. przyłożone napięcie) w inny (np. prąd) i nazywane są immitancją.

Dla szeregowego połączenia rezystancji *R* i indukcyjności *L*, całkowity spadek napięcia jest równy sumie spadków napięć na obu elementach:

$$u(t) = i(t)R + L\frac{di(t)}{dt}$$
(3.7)

Zakładając, że $\mathcal{L}\left[\frac{di(t)}{dt}\right] = sI(s) - i(0^+)$ oraz i = 0 dla t = 0, otrzymujemy odpowiedź prądową w przestrzeni Laplace'a:

$$I(s) = \frac{U(s)}{R+sL}$$
(3.8)

Uogólniając impedancja elementu rezystancyjnego wynosi R, pojemności $\frac{1}{sC}$, a indukcyjności sL. Sumowanie impedancji jest analogiczne do sumowania rezystancji [3].

3.2. Zmienne napięcie wejściowe

W niniejszej pracy sygnałem pobudzającym jest sygnał sinusoidalny postaci $u = U_0 \sin(\omega t)$, gdzie U_0 jest amplitudą sygnału, $\omega = 2\pi f$ jest pulsacją sygnału, a *f* częstotliwością sygnału.

Odpowiedź szeregowego połączenia rezystancji *R* i pojemności *C* na podstawie równania (3.5), przy założeniu, że transformata Laplace'a z funkcji sinusoidalnej jest równa $\mathcal{L} = [\sin(\omega t)] = \frac{\omega}{(s^2 + \omega^2)}$, wynosi:

$$I(s) = \frac{U_0\omega}{s^2 + \omega^2} \frac{1}{R + \frac{1}{sC}} = \frac{U_0\omega}{R} \frac{1}{s^2 + \omega^2} \frac{1}{s + \frac{1}{RC}}$$
(3.9)

Rozkładając na ułamki proste:

$$I(s) = \frac{U_0}{R\left[\omega^2 + \left(\frac{1}{RC}\right)^2\right]} \left[\omega^2 \frac{\omega}{s^2 + \omega^2} + \frac{\omega}{RC} \frac{s}{s^2 + \omega^2} - \frac{\omega}{RC} \frac{1}{s + \frac{1}{RC}}\right]$$
(3.10)

Stosując odwrotną transformatę Laplace'a, przy założeniu, że $\mathcal{L}^{-1}\left[\frac{s}{s^2+\omega^2}\right] = \cos(\omega t)$ otrzymujemy:

$$i(t) = \frac{U_0}{R\left[\omega^2 + \left(\frac{1}{RC}\right)^2\right]} \left[\omega^2 \sin(\omega t) + \frac{\omega}{RC}\cos(\omega t) - \frac{\omega}{RC}e^{-\frac{t}{RC}}\right]$$
(3.11)

Element $-\frac{\omega}{Rc}e^{-\frac{t}{RC}}$ określa odpowiedź obwodu tuż po przyłożeniu napięcia zmiennego i szybko zmierza do zera. Dla stanu ustalonego równanie (3.11) można uprościć:

$$i(t) = \frac{U_0}{R\left[1 + \frac{1}{(\omega RC)^2}\right]} \left[\sin(\omega t) + \frac{1}{\omega RC}\cos(\omega t)\right]$$
(3.12)

Wprowadzając tg(φ) = $\frac{1}{\omega RC}$:

$$i(t) = \frac{U_0}{\sqrt{R^2 + \frac{1}{(\omega C)^2}}} \sin(\omega t + \varphi) = \frac{U_0}{|Z|} \sin(\omega t + \varphi)$$
(3.13)

gdzie φ jest kątem przesunięcia fazowego pomiędzy prądem a napięciem $\varphi = \operatorname{arctg}(\frac{1}{\omega RC})$. Prąd ma taką samą częstotliwość jak przyłożone napięcie, jednak jest przesunięty w fazie o kąt φ . Na rysunku 1 przedstawiono przykład sygnałów przesuniętych względem siebie o kąt φ .



Rys. 1. Sygnały przesunięte w fazie o kąt φ [4]

Wartość |Z| jest długością wektora uzyskanego z sumowania dwóch wektorów R oraz $\frac{1}{\omega C}$. Jednostką |Z| jest jednostka rezystancji Ω [3].

4. Impedancja obwodów elektrycznych

W spektroskopii impedancyjnej większość procesów elektrochemicznych oraz fizycznych można interpretować przy wykorzystaniu elementów obwodów elektrycznych. Za przykład może posłużyć warstwa podwójna na elektrodzie, składająca się z powierzchni elektrody o jednym ładunku oraz powierzchni utworzonej przez pokrywające ją jony o ładunku przeciwnym. Warstwę tę można przybliżyć wykorzystując kondensator. Z tego też powodu w spektroskopii impedancyjnej narodził się pomysł przedstawiania widm impedancyjnych przy wykorzystaniu elektrycznych obwodów zastępczych, a konkretnie dwójników wieloelementowych [1, 9].

Dla uproszczenia obliczeń impedancji, odpowiedź obwodu elektrycznego *RC* na periodyczne wymuszenie może być przedstawiona przy użyciu notacji zespolonej:

$$Z(j\omega) \equiv \hat{Z} = Z' + jZ'' = R + \frac{1}{j\omega C} = R - j\frac{1}{\omega C}$$

$$(4.1)$$

gdzie:

Z' = R - część rzeczywista impedancji, $Z'' = -\frac{1}{\omega C} - część urojona impedancji.$

Impedancję $Z(j\omega)$ w postaci zespolonej przedstawioną równaniem (4.1) można uzyskać z postaci Z(s) z równania (3.6) stosując podstawienie: $s = j\omega$. Moduł $Z(j\omega)$ przedstawiony w równaniu (3.13) jest równy:

$$|Z| = \sqrt{(Z')^2 + (Z'')^2} = \sqrt{R^2 + \left(\frac{1}{\omega C}\right)^2}$$
(4.2)

Kąt fazowy pomiędzy częścią urojoną i rzeczywistą impedancji wynosi $\varphi \equiv \arg(\hat{Z}) = \arctan\left(-\frac{1}{\omega RC}\right)$. Należy zauważyć, iż w tej zależności znak φ pomiędzy napięciem a prądem dla impedancji jest inny niż ten pomiędzy prądem a napięciem z równania (3.13). Można to zapisać w notacji zespolonej:

$$Z(j\omega) = |Z|e^{j\varphi} = |Z|[\cos(\varphi) + j\sin(\varphi)]$$
(4.3)

Z analizy równania (3.13) wynika, iż prąd jest reprezentowany przez wektor o długości $i_0 = \frac{U_0}{|Z|}$, który obraca się z częstotliwością ω . Prąd i napięcie to obracające się w dziedzinie czasu wektory, przedstawione na rysunku 2a. Stosując zapis zespolony można je opisać jako:

$$u = U_0 e^{j\omega t} \text{ oraz } i = I_0 e^{j(\omega t + \varphi)}$$
(4.4)

Wektory te obracają się ze stałą częstotliwością ω , a kąt przesunięcia fazowego φ pomiędzy nimi jest stały. Zamiast przedstawiać obracające się wektory w przestrzeni czasu, można zaprezentować nieruchome wektory w przestrzeni częstotliwości przesunięte o kąt fazowy φ . Wektory te nazywane są *fazorami* i są równe $\tilde{U} = U_0$ oraz $\tilde{I} = I_0 e^{j\varphi}$, przy czym zakłada się, iż początkowe przesunięcie fazowe napięcia jest równe zero. Wektory te przestawiono na rysunku 2b.





Rys. 2. Prezentacja sygnału prądu zmiennego: (a) obracające się wektory napięcia i prądu w przestrzeni czasu; (b) fazory napięcia i prądu w przestrzeni częstotliwości [3].

Uogólniając impedancja zespolona może być zapisana dla dowolnego obwodu elektrycznego przyjmując *R* dla rezystancji, $\frac{1}{j\omega C}$ dla pojemności i $j\omega L$ dla indukcyjności oraz stosując prawa Ohma i Kirchhoffa dla połączeń tych elementów [3]. W dalszej części pracy przeanalizowane zostaną przykładowe obwody elektryczne.

4.1. Szeregowy obwód RC

Pierwszym analizowanym przykładem jest szeregowe połączenie rezystancji *R* i pojemności *C*. Schemat takiego połączenia przedstawiono na rysunku 3.



Rys. 3. Szeregowe połączenie R-C

Impedancja dla takiego obwodu jest dana jako:

$$Z(j\omega) = R + \frac{1}{j\omega C} = R - \frac{j}{\omega C}$$
(4.5)

Rozwiązanie może być przedstawione graficznie przy użyciu dwóch rodzajów wykresów: płaszczyzny zespolonej (znanej również jako wykres *Nyquista* lub *Arganda*) oraz wykresu *Bodego*. Wykres Nyquista to wykres, gdzie na osi rzędnych odłożona jest część rzeczywista impedancji *Z'* a na odciętych część urojona *Z''* wykreślona dla zmiennych częstotliwości [5]. W spektroskopii impedancyjnej została przyjęta zasada prezentacji wykresów w I-szej ćwiartce układu współrzędnych, dlatego też oś odciętych jest odwrócona. Wykres Nyquista dla szeregowego połączenia *RC* (*R* = 100 Ω , *C* = 20 μ *F*) przestawiono na rysunku 4.



Rys. 4. Charakterystyka Nyquista szeregowego połączenia RC

Wykres przedstawia linię prostą prostopadłą do osi liczb rzeczywistych. Wartość rzeczywista impedancji jest równa rezystancji opornika w obwodzie, natomiast wartość urojona maleje wraz ze wzrostem częstotliwości. Odwrócenie osi liczb urojonych wynika z przyjętej w elektrochemii konwencji przedstawiania wyników w pierwszej ćwiartce układu współrzędnych [1].

Drugim rodzajem wykresu jest wykres Bodego, gdzie na osi rzędnych znajduje się częstotliwość ω lub $\log(\omega)$, natomiast na osi odciętych amplituda $\log |Z|$ oraz faza φ . Wykres Bodego przedstawiono na rysunku 5.



Rys. 5. Wykres Bodego dla szeregowego połaczenia RC

Przesunięcie fazowe zmienia się od -90° dla niskich częstotliwości do 0° dla wysokich częstotliwości [3].

4.2. Równoległy obwód RC

Kolejny analizowany przykład to równoległe połączenie rezystancji *R* i pojemności *C*. Schemat badanego połączenia przedstawiono na rysunku 6.



Rys. 6. Równoległe połączenie RC

Admitancję takiego obwodu definiuje się jako:

$$Y(j\omega) = \frac{1}{R} + j\omega C$$
(4.6)

Z równania (4.6):

$$Z(j\omega) = \frac{1}{\frac{1}{R} + j\omega C} = \frac{R}{1 + j\omega RC} = \frac{R}{1 + \omega^2 R^2 C^2} - \frac{j\omega R^2 C}{1 + \omega^2 R^2 C^2}$$
(4.7)

Dla równania (4.7) istnieją dwie granice impedancji: dla $\omega = 0, Z = R$ oraz dla $\omega \rightarrow \infty, Z = 0$. Płaszczyznę zespoloną dla równoległego obwodu rezystancji $R = 100 \Omega$ i pojemności $C = 20 \mu F$ przedstawiono na rysunku 7.



Rys. 7. Charakterystyka Nyquista dla równoległego polączenia RC

Wykres Nyquista przedstawia półkole o promieniu równym $r = \frac{R}{2}$ ze środkiem leżącym na osi liczb rzeczywistych. Maksimum półkola osiągane jest dla pulsacji równej: $\omega = \frac{1}{RC}$ [3].

Wykres Bodego został przedstawiony na rysunku 8.



Rys. 8. Wykres Bodego dla równoległego połączenia RC

Przesunięcie fazowe zmienia się od 0° dla niskich częstotliwości do -90° dla wysokich częstotliwości, a więc odwrotnie niż w przypadku szeregowego połączenia *RC*. Dodatkowo na rysunku 9 wykreślono wykres admitancji równoległego połączenia *RC*.



Rys. 9. Admitancja równoległego połączenia RC

Wykres admitancji równoległego połączenia rezystancji *R* i pojemności *C* kształtem przypomina wykres impedancji szeregowego połączenia tych elementów z rysunku 4. Różnice w obu wykresach dotyczą wartości rzeczywistej admitancji $(1/R, \text{ dla } R = 100 \ \Omega)$ i impedancji (*R*) oraz kierunku narastania wartości ω . Analogiczna sytuacja ma miejsce przy wykresach admitancji szeregowego oraz impedancji równoległego połączenia *RC*.

4.3. Szeregowe połączenie rezystancji R_1 i równoległego obwodu R_2 -C

Ostatnim z analizowanych przykładów jest szeregowe połączenie rezystancji R_1 z równoległym połączeniem rezystancji R_2 i pojemności C_1 . Schemat analizowanego przykładu został przedstawiony na rysunku 10.



Rys. 10. Szeregowe połączenie R i równoległego połączenia RC

Impedancja takiego obwodu dana jest wzorem:

$$Z(j\omega) = R_1 + \frac{1}{\frac{1}{R_2} + j\omega C}$$
(4.8)

gdzie:

$$\begin{split} R_1 \Omega &= 10 \ \Omega, \\ R_2 &= 100 \ \Omega, \\ C &= 20 \ \mu F. \end{split}$$

Dla wymienionych wyżej wartości elementów obwodu, wykres płaszczyzny zespolonej został przedstawiony na rysunku 11.



Rys. 11. Charakterystyka Nyquista dla szeregowego połączenia R i równoległego połączenia RC

Dla badanego połączenia w przypadku, gdy $\omega \to \infty$ to $Z \to R_1 + R_2$, natomiast gdy $\omega \to 0$ to $Z \to R_1$. Porównując charakterystykę z rysunku 11 z wykresem z rysunku 7 można zaobserwować, iż po dołączeniu w szereg rezystancji R_x do równoległego obwodu *RC*, wykres impedancji przesunięty zostaje w prawo o wartość R_x .



Na rysunku przedstawiono wykres Bodego dla analizowanego połączenia.

Rys. 12. Wykres Bodego szeregowego połączenia R i równoległego połączenia RC

Na wykresie log|Z|, w odróżnieniu od wcześniejszych przykładów można zaobserwować dwa punkty przegięcia. Na wykresie fazowym dla $\omega \to 0$, $\varphi \to 0$ oraz dla $\omega \to \infty$, $\varphi \to 0$ [3].

4.4. Specyficzne elementy obwodów w EIS

Metoda elektrochemicznej spektroskopii impedancyjnej umożliwia przedstawienie różnych procesów elektrochemicznych takich jak: dyfuzja, reakcja przeniesienia ładunku, czy też opór elektrolitu w postaci zjawisk w obwodzie elektrycznym [1]. Aby możliwa była efektywna ocena procesów elektrochemicznych na podstawie analizy obwodu elektrycznego, konieczne jest "klasycznych" poszerzenie elementów (cewki, kondensatory, oporniki) o specyficzne elementy elektrochemiczne takie jak element stało-fazowy oraz impedancja Warburga [6].

4.4.1. Impedancja Warburga

Ze zjawiskiem dyfuzji (a dokładniej przybliżeniem przypadku nieskończonego problemu dyfuzji) związana jest impedancja Warburga nazywana też często elementem dyfuzyjnym Warburga [1, 6]. Impedancja Warburga wyprowadzana jest dla układu dwóch jonów dyfundujących, ulegających na powierzchni elektrody reakcji redoks (a więc takiej, w której dochodzi zarówno do utlenienia jak i redukcji). Ruch jonów spowodowany jest wyłącznie przez gradient stężenia, zgodnie z I-szym prawem Ficka, definiowanym wzorem [7, 8]:

$$q_m(z) = -D \frac{\partial C}{\partial z} \tag{4.9}$$

gdzie:

 q_m – gęstość powierzchniowa strumienia masy $\left[\frac{kg}{sm^2}\right]$,

C – stężenie substancji $\left[\frac{kg}{m^3}\right]$,

D – współczynnik proporcjonalności dyfuzji $\left[\frac{m^2}{s}\right]$.

Przy wyprowadzaniu impedancji Warburga nie uwzględnia się innych zjawisk takich jak: konwekcja, absorbcja, migracja czy nieidealność układu [7]. Symbol elementu dyfuzyjnego Warburga został przedstawiony na rysunku 13.



Rys. 13. Symbol impedancji Warburga [6]

Impedancja Warburga (oznaczana literą W) dla nieskończenie cienkiej warstwy dyfuzyjnej wyrażana jest wzorem [1, 6]:

$$Z(j\omega) = \frac{1}{Z_0(j\omega)^{1/2}}$$
(4.10)

Na rysunku 14 przedstawiono wykres Nyquista impedancji Warburga.



Rys. 14. Wykres Nyquista impedancji Warburga

Na wykresie przedstawiona jest linia prosta, nachylona pod kątem 45° do osi liczb rzeczywistych. Dla wysokich częstotliwości impedancja Warburga przyjmuje małe wartości, ponieważ dyfundujące cząstki nie muszą przemieszczać się daleko. Przy niskich częstotliwościach wartość impedancji Warburga rośnie, ponieważ dystanse pokonywane przez cząstki są większe. Przesunięcie fazowe impedancji Warburga wynosi 45° [6].

Typowym przykładem zastosowania elementu impedancyjnego Warburga jest obwód zastępczy naczyńka elektrochemicznego. Obwód ten nazywany jest obwodem Randlesa [6, 13]. Schemat obwodu został przedstawiony na rysunku 15.



Rys. 15. Schemat obwodu Randlesa [10]

gdzie:

 R_e – opór roztworu,

 C_d – pojemność warstwy podwójnej (lub element stało-fazowy),

 R_{ct} – opór przeniesienia ładunku,

W – impedancja Warburga [11, 13].

Wykres impedancji takiego obwodu został przedstawiony na rysunku 16. Na wykresie zaznaczono obszar związany z przenoszeniem ładunku, dotyczący zakresu wysokich częstotliwości oraz obszar dotyczący transportu masy dla niskich częstotliwości.



Rys. 16. Wykres impedancji obwodu zastępczego Randlesa [13]

Porównując wykres z rysunku 16 z charakterystyka Nyquista z rysunku 11 można zaobserwować, iż przy wykorzystaniu wyłącznie "klasycznych", idealnych elementów obwodów elektrycznych, możliwe jest wierne odwzorowanie procesów w naczyńku elektrochemicznym tylko dla wysokich częstotliwości.

4.4.2. Element stało-fazowy

Drugim specyficznym elementem elektrochemicznym jest element stałofazowy (CPE – Constant Phase Element). Element ten powiązany jest z niedoskonałością elementów standardowych (cewek, oporników, kondensatorów) oraz zjawiskiem dyfuzji [1]. Najczęściej wykorzystywany jest do przedstawiania zjawisk przybliżanych kondensatorami, które w rzeczywistości nie zachowują się idealnie. Nazwa elementu wzięła się z faktu, iż kąt fazowy jest niezależny od częstotliwości. Symbol elementu stało-fazowego (oznaczanego literą Q) przedstawiono na rysunku 17.



Rys. 17. Symbol elementu stało-fazowego [6]

Impedancja elementu stało-fazowego definiowana jest wzorem [17]:

$$Z(j\omega) = \frac{1}{Q(j\omega)^a}$$
(4.11)

gdzie $a \in \langle -1,1 \rangle$. Porównując powyższy wzór z równaniem (4.10) można zaobserwować, iż dla $a = \frac{1}{2}$, element stało-fazowy reprezentuje element dyfuzyjny Warburga. W tabeli 4.1 przedstawiona została zależność pomiędzy wartościami współczynnika *a*, a cechami przyjmowanymi przez element stało-fazowy.

Tabela 4.1

Zależność pomiędzy wartościami współczynnika a i cechami przyjmowanymi przez

а	Element
$a \rightarrow 1$	Idealny kondensator ($a = 1$)
$a \rightarrow 0$	Idealny opornik ($a = 0$)
$a \rightarrow -1$	Idealna cewka ($a = -1$)
<i>a</i> = 0.5	Impedancja Warburga

element stało-fazowy [1]

Warstwa podwójna na elektrodzie przybliżana kondensatorem, często w rzeczywistych elektrodach zachowuje się tak jak element stało-fazowy, a nie klasyczny kondensator. Zaproponowano kilka teorii wyjaśniających nieidealne zachowanie warstw podwójnych, jednak żadna z nich nie uzyskała powszechnej akceptacji [6].

5. Metody pomiarowe w EIS

Pomiary w spektroskopii impedancyjnej można przeprowadzać przy zastosowaniu różnych metod:

- mostków AC,
- krzywych Lissajous,
- detekcji fazo-czułej (ang. PSD Phase Sensitive Detection),
- analizy odpowiedzi częstotliwościowej (ang. FRA Frequency Response Analysis),
- szybkiej transformacji Fouriera (ang. FFT Fast Fourier Transform) [3].

5.1. Mostki AC

Metoda pomiarowa wykorzystująca mostki zmiennoprądowe należy do metod klasycznych pomiaru impedancji [2]. Technika ta była wykorzystana po raz pierwszy do pomiarów parametrów warstwy podwójnej, głównie kroplowej elektrody rtęciowej (ang. DME – dropping mercury electrode). W późniejszych czasach technikę tą stosowano do pomiarów impedancji elektrody w obecności reakcji faradajowskiej w celu wyznaczenia kinetyki procesów elektrodowych [3].

Na rysunku 18 przedstawiono schemat mostka zmiennoprądowego do pomiaru impedancji.



Rys. 18. Schemat mostka AC do pomiaru impedancji [10]

Dla takiej postaci mostka stosunek impedancji dla każdej z gałęzi określony jest wzorem [10]:

$$\frac{Z_1}{Z_2} = \frac{Z_3}{Z_4} \tag{5.1}$$

Zaletą mostków zmiennoprądowych jest precyzja dostarczonych pomiarów. Do wad tego rozwiązania należą: skomplikowana obsługa, niewielki zakres częstotliwości (często użyteczne dla $f \ge 10 Hz$) oraz długi czas trwania pomiarów, szczególnie dla niskich częstotliwości sygnału pomiarowego [2, 3, 10]. Dodatkowo w tej metodzie konieczne jest ręczne przeprowadzanie kompensacji mostka dla każdej z częstotliwości. Metoda ta nadal jest w użyciu jednak głównie w precyzyjnych pomiarach warstwy podwójnej [3].

5.2. Krzywe Lissajous

Metoda krzywych Lissajous to prosta, klasyczna metoda pomiaru impedancji, pozwalająca na pomiar w szerokim zakresie częstotliwości [10]. Do wykonania pomiaru tą metodą niezbędny jest oscyloskop pracujący w trybie XY dla wyższych częstotliwości ($f \ge 5 Hz$) oraz rejestrator oscyloskopowy XY dla niskich częstotliwości (f < 5 Hz) [3, 10].

Jeśli sygnał pobudzający w postaci $e(t) = \Delta Esin(\omega t)$ działa na układ elektrochemiczny o impedancji danej wzorem:

$$Z(j\omega) = |Z(j\omega)|e^{-j\varphi(\omega)}$$
(5.2)

to obserwowany prąd ma postać:

$$i(t) = \frac{\Delta E}{|Z|} \sin(\omega t + \varphi)$$
(5.3)

Jeśli e(t) podłączone jest na wejście horyzontalne, a prąd i(t) na wejście wertykalne, to na ekranie oscyloskopu można zaobserwować elipsę przedstawioną na rysunku 19.



Rys. 19. Pomiar impedancji metodą krzywych Lissajous [10]

Na podstawie uzyskanej figury można obliczyć następujące wielkości [10]:

$$OA = e\left(\omega t = \frac{\pi}{2}\right) = \Delta E \tag{5.4}$$

$$OB = i\left(\omega t = \frac{\pi}{2} - \varphi\right) = \frac{\Delta E}{|Z|}$$
(5.5)

$$OD' = e(\omega t = -\varphi) = -\Delta Esin(\varphi)$$
(5.6)

Moduł oraz fazę można obliczyć z następujących zależności [10]:

$$|Z| = \frac{AA'}{BB'} \tag{5.7}$$

$$\sin(\varphi) = \frac{DD'}{AA'} \tag{5.8}$$

Technika ta aktualnie jest nieużywana ze względu na małą odporność na szumy pomiarowe [3].

5.3. Detekcja fazo-czuła – PSD

Detekcja czuło-fazowa znajduje zastosowanie w wzmacniaczach typu lock-in znanych też jako woltomierze homodynowe, fazowe lub synchroniczne, które są połączone z potencjostatami [3, 12]. Schemat blokowy układu typu lock-in został przedstawiony na rysunku 20.



Rys. 20. Schemat wzmacniacza typu lock-in [12]

W technice tej sygnał mierzony E_1 , proporcjonalny do prądu zmiennego z potencjostatu dany jest jako:

$$E_1 = E_{1,a}\sin(\omega t + \varphi_1) \tag{5.9}$$

gdzie:

 $E_{1,a}$ – amplituda sygnału,

 φ_1 – przesunięcie fazowe.

Sygnał ten mnożony jest przez sygnał prostokątny o tej samej pulsacji ω . Przebieg prostokątny można przedstawić przy pomocy szeregu Fouriera:

$$E_2 = \frac{4}{\pi} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{2n+1} \sin[(2n+1)\omega t + \varphi_2]$$
(5.10)

gdzie *n* jest liczbą całkowitą, a amplituda sygnału jest równa 1. Sygnał wynikowy otrzymany z działania $E_1 \times E_2$ ma postać:

$$E_{1}E_{2} = \sum_{n=0}^{\infty} \frac{4E_{1}}{(2n+1)\pi} \sin(\omega t + \varphi_{1}) \sin[(2n+1)\omega t + \varphi_{2}]$$

$$= \sum_{n=0}^{\infty} \frac{2E_{1}}{(2n+1)\pi} \left\{ \begin{array}{c} \cos[-2n\omega t + \varphi_{1} - (2n+1)\varphi_{2}] - \\ -\cos[(2n+2)\omega t + \varphi_{1} + (2n+1)\varphi_{2}] \right\}$$

$$= \frac{2E_{1}}{\pi} \left\{ \begin{array}{c} \cos(\varphi_{1} - \varphi_{2}) - \cos(2\omega t + \varphi_{1} + \varphi_{2}) + \\ +\frac{1}{3}\cos(-2\omega t + \varphi_{1} - 3\varphi_{2}) - \frac{1}{3}\cos(4\omega t + \varphi_{1} + 3\varphi_{2}) + \\ +\frac{1}{5}\cos(-4\omega t + \varphi_{1} - 5\varphi_{2}) - \frac{1}{5}\cos(6\omega t + \varphi_{1} + 5\varphi_{2}) + \cdots \right\}$$
(5.11)

Równanie zawiera jeden składnik niezależny od czasu. Składnik ten zależy od różnicy faz obu sygnałów i jest proporcjonalny do amplitudy mierzonego sygnału zmiennego. Osiąga maksimum w sytuacji, gdy różnica faz obu sygnałów jest równa zero. Następnie sygnał wyjściowy podawany jest na filtr dolnoprzepustowy, który uśrednia składowe sygnału o częstotliwościach wyższych niż częstotliwość graniczna filtru. Daje to prąd stały proporcjonalny do amplitudy. Ponieważ średnia wartość funkcji okresowych jest równa zero to średnia z równania (5.11) jest równa:

$$Av(E_1E_2) = \frac{2E_1}{\pi}\cos(\varphi_1 - \varphi_2)$$
(5.12)

Wadą metody fazo-czułej jest to, że zwraca ona składowe harmonicznych częstotliwości $(2n + 1)\omega_{ref}$, jeśli są one obecne w sygnale wejściowym (np. harmoniczne, szum), chociaż ich wpływ jest dzielony przez $\frac{1}{3}, \frac{1}{5}, ..., \frac{1}{n}$, z rosnącym *n*.

Zakres częstotliwości pomiarowych wzmacniaczy fazowych kształtuje się w granicach od 0,5 Hz (granica dolna do 10 Hz, w zależności od producenta) do ok. 10 kHz z dokładnością 0,1-0,2%. Nowoczesne wzmacniacze dzięki zastosowaniu mikrokontrolerów pozwalają na zautomatyzowane pomiary z automatycznym doborem zakresu pomiarowego [3].

5.4. Analiza odpowiedzi częstotliwościowej – FRA

Cyfrowe analizatory odpowiedzi częstotliwościowej (ang. FRA – frequency response analyser) to obecnie jedne z najlepszych urządzeń do pomiarów impedancji w dziedzinie częstotliwości [2]. Schemat tego rodzaju urządzenia został przedstawiony na rysunku 21.



Rys. 21. Schemat analizatora odpowiedzi częstotliwościowej [11]

gdzie:

- x(t) sygnał pobudzający,
- S(t) odpowiedź układu badanego,
- *Re, Im* część rzeczywista, urojona [11].

Sygnał pobudzający ma postać:

$$x(t) = X_0 \sin(\omega t) \tag{5.13}$$

Sygnał odpowiedzi S(t) pobudzanego układu jest skorelowany z dwoma sygnałami referencyjnymi z generatora. Jeden z sygnałów jest zgodny w fazie z sygnałem pobudzającym x(t), natomiast drugi jest przesunięty o 90°. Sygnał mierzony S(t) jest mnożony przez oba sygnały odniesienia o tej samej częstotliwości, a następnie całkowany w wybranym przedziale czasu dla uzyskania informacji o składowych impedancji. Przyjmując za sygnały odniesienia $sin(\omega t)$ i $cos(\omega t)$ otrzymujemy [2, 3, 11]:

$$Re = \frac{1}{T} \int_0^T S(t) \sin(\omega t) dt$$
(5.14)

$$Re = \frac{1}{T} \int_0^T S(t) \cos(\omega t) dt$$
(5.15)

gdzie:

$$S(t) = X_0 K(\omega) \sin[\omega t + \varphi(\omega)] + \sum_m A_m \sin(m \,\omega t - \varphi_m) + n(t)$$
(5.16)

jest sumą harmonicznych i szumów zawartych w odpowiedzi badanej próbki na wymuszenie sinusoidalne. Natomiast:

$$K(\omega)e^{j\varphi(\omega)} \tag{5.17}$$

jest immitancją przejścia odpowiedzi, a *T* to czas całkowania, równy całkowitej liczbie okresów sygnału pobudzającego. Ze względu na fakt, iż sygnały są harmoniczne, uzyskanie niezerowych wartości całek jest możliwe tylko dla pierwszej harmonicznej [2, 3, 11].

Do pomiarów impedancji przy pomocy analizatorów odpowiedzi częstotliwościowej stosuje się kilka rodzajów układów pomiarowych. Na rysunku 22 został przedstawiony układ z rezystorem odniesienia połączonym szeregowo z badanym obiektem.



Rys. 22. Układ pomiarowy - rezystor odniesienia połączony szeregowo z badanym obiektem [2]

Dla przedstawionego układu pomiarowego impedancja wyznaczana jest ze stosunku napięć $\frac{V_1}{V_2} = (Z_x + R_{ref})/Z_x$, po odpowiednich przekształceniach [2]:

$$Z_x = \frac{R_{ref}}{\frac{V_1}{V_2} - 1}$$
(5.18)

Wynik pomiaru analizatora wyświetlany jest cyfrowo w postaci liczby zespolonej a + jb.

Analizatory odpowiedzi częstotliwościowej (np. FRA 1260 firmy Solartron) są wyposażone w dwa woltomierze wektorowe V_1 , V_2 oraz w amperomierz wektorowy *I*. Wybór wielkości mierzonej przez urządzenie (impedancja, opóźnienie grupowe, transmitancja widmowa) wymusza odpowiedni sposób podłączenia badanej próbki. Dla układu przedstawionego na rysunku 23:



Rys. 23. Układ do pomiaru impedancji [2]

impedancję oblicza się ze wzoru:

$$Z_x = \frac{V}{I} \tag{5.19}$$

Ze względu na małą impedancję wejściową woltomierzy wektorowych $(1 M\Omega, 35 pF)$ niemożliwy jest pomiar impedancji większych niż $10^5 \Omega$ bez stosowania odpowiednich przetworników. Możliwe jest rozszerzenie stanowiska pomiarowego o dodatkowego urządzenia (np. Solartron 1287 lub PAR 273) zwiększając zakres pomiarowy do $10^9 \Omega$. Takie rozwiązania są jednak bardzo kosztowne. Dlatego też, w 1997 roku firma Solartron stworzyła podstawkę do pomiarów dielektryków typu 1296 współpracującą z wcześniej wspomnianym analizatorem FRA 1260. To rozwiązanie pozwala zwiększyć mierzone wartości impedancji do $10^{12} \Omega$ w zakresie bardzo małych częstotliwości [2]. Schemat podstawki przedstawiony został na rysunku 24.

36


Rys. 24. Schemat podstawki typu 1296 firmy Solartron [2]

W tabeli 5.1 przedstawione zostało porównanie metody fazo-czułej oraz metody analizy odpowiedzi częstotliwościowej.

Tabela 5.1

Wzmacniacz Lock-in	FRA	
Zalety		
Wysoka czułość	Szybsza analiza	
Efektywność w usuwaniu szumów	Szeroki zakres częstotliwości	
Redukcja wpływu harmonicznych	Usunięcie wpływu harmonicznych	
Tłumienie szumów prądu stałego	Bezpośrednie wyjście do	
	zewnętrznego urządzenia	
Relatywnie niski koszt	Łatwe niezależne pomiary	
Wady		
Ograniczony zakres częstotliwości	Wyższy koszt	
Wolniejsze	Ograniczona redukcja szumów	
Trudniejsze niezależne odczyty	Ograniczona czułość	

Porównanie metod PSD i FRA [3]

5.5. Szybka transformata Fouriera – FFT

Z przedstawionego wcześniej równania (3.6) wynika, iż impedancję definiuje się jako stosunek transformat Laplace'a napięcia oraz prądu. Ogólnie, parametr

transformacji jest zespolony i ma postać $s = v + j\omega$. Urojona transformata Laplace'a postaci:

$$F(j\omega) = \int_{0}^{\infty} f(t) e^{-j\omega t} dt$$
(5.20)

jest nazywana jednostronną transformatą Fouriera. Mając transformatę Fouriera sygnału pobudzającego oraz odpowiedzi możemy określić transmitancję układu. Dla przykładu impedancję systemu zmiennoprądowego można zapisać jako:

$$Z(j\omega) = \frac{F[E(t)]}{F[i(t)]} = \frac{E(j\omega)}{i(j\omega)}$$
(5.21)

gdzie:

F – symbol transformaty Fouriera.

FFT (ang. fast Fourier transform) dostarcza szybki oraz wydajny algorytm obliczania transformaty Fouriera. Liczba punktów pomiarowych musi być równa 2^k , gdzie *k* jest liczbą całkowitą.

Niektóre z właściwości metody FFT mają wpływ na otrzymywane wyniki. Przede wszystkim w przedstawionym równaniu (5.20) występuje całka w granicach od 0 do ∞. W praktyce niemożliwe jest wykonanie nieskończenie dużej ilości pomiarów, a więc liczba danych podlegających transformacji jest ograniczona. Sytuacja ta powoduje poszerzanie obliczonego widma częstotliwości. Problem ten nazywany jest wyciekiem widma. Sposobem na jego minimalizację jest zwiększenie ilości zebranych danych w dziedzinie czasu. Wyciek znika jednak całkowicie w przypadku, gdy czas akwizycji jest równy całkowitej wielokrotności okresu sygnału zmiennego. Taka sytuacja wymusza jednak synchronizację czasu próbkowania z okresem sygnału zmiennego.

Innym problemem występującym w tej metodzie jest zjawisko aliasingu. Pojęcie to związane jest z występowaniem w sygnale próbkowanym częstotliwości większych niż połowa częstotliwości próbkowania. W takiej sytuacji nie jest spełnione twierdzenie Kotielnikowa – Shannona, a więc nie ma możliwości wiernego odtworzenia sygnału ciągłego z postaci dyskretnej [14]. Problemowi temu można w łatwy sposób zaradzić, zapewniając, iż częstotliwość próbkowania

38

sygnału będzie większa (bądź równa) od największej częstotliwości występującej w sygnale mierzonym. Ta minimalna, najniższa częstotliwość próbkowania nosi nazwę częstotliwości Nyquista [3, 14]. W niektórych przypadkach istnieje również możliwość odfiltrowania najwyższej częstotliwości przy pomocy filtru dolnoprzepustowego [3].

W metodzie FFT najczęściej wykorzystywanymi sygnałami wymuszającymi są:

- impuls,
- szum,
- suma sygnałów sinusoidalnych [3].

5.5.1. Sygnał impulsowy

Funkcja nieskończenie krótkiego impulsu dana jest wzorem $h(t) = K\delta(t)$, gdzie $\delta(t)$ jest funkcją delty Diraca. Transformata Fouriera tej funkcji jest równa:

$$H(j\omega) = K \tag{5.22}$$

co oznacza, że dla wszystkich częstotliwości amplituda jest stała i równa *K*. W praktyce jednak niemożliwe jest uzyskanie nieskończenie krótkiego impulsu. W rzeczywistych warunkach mamy do czynienia z krótkim impulsem o czasie trwania Δt . Taka funkcja nie ma jednak jednolitego rozwiązania w przestrzeni Fouriera. Transformata Fouriera funkcji definiowanej jako: h(t) = 1 dla t = 0 do $t = T_0$ oraz h(t) = 0 dla pozostałych wartości *t*, jest równa:

$$H(j\omega) = \int_{0}^{\infty} h(t) e^{-j\omega t} dt = \int_{0}^{T_{0}} e^{-j\omega t} dt = \frac{1 - e^{-j\omega T_{0}}}{j\omega}$$
(5.23)

Na rysunku 25 został przedstawiony wykres amplitudy $|H(j\omega)|$ w funkcji częstotliwości.



Rys. 25. Wykres amplitudy FFT funkcji impulsowej dla $T_0 = 1 s$ [3]

Analizując rysunek 25 można zaobserwować, iż ten rodzaj wymuszenia można stosować tylko w wąskim zakresie niskich częstotliwości, ponieważ dla wyższych częstotliwości odpowiedź jest zbyt słaba [3].

5.5.2. Szum

Biały szum lub generowany komputerowo pseudolosowy szum biały, może być wykorzystywany jako sygnał pobudzający w praktycznych pomiarach impedancji. Pojedyncze składowe częstotliwościowe otrzymane przy pomocy FFT mają jednak relatywnie niskie amplitudy, co powoduje, iż do wykonania poprawnych pomiarów niezbędny jest długi czas akwizycji danych. Dodatkowo wystąpienie nawet niewielkich szumów pomiarowych może znacząco wpłynąć na widmo impedancyjne [3].

5.5.3. Suma sygnałów sinusoidalnych

W tej metodzie sygnał wymuszający stworzony jest z sumy wybranych sinusoid. Podawany sygnał zawiera podstawową częstotliwość harmoniczną f_0 oraz dodatkowe składowe harmoniczne $(2n + 1)f_0$. Wszystkie częstotliwości podawane są w tym samym czasie, a odpowiedź na każdą z nich otrzymuje się przy wykorzystaniu szybkiej transformaty Fouriera.

40

Technika ta została w pierwszej kolejności wykorzystana przez D.E. Smith'a oraz jego współpracowników przy badaniu kinetyki elektrody w zakresie częstotliwości od 10 Hz do 500 Hz. Technika ta używana jest w pomiarach impedancyjnych w zakresie niskich częstotliwości (poniżej 10 Hz) w urządzeniach typu PAR 273.

Popkirov i Schindler przedstawili, iż dzięki odpowiedniemu doborowi faz oraz amplitud składowych sinusoidalnych sygnału wymuszającego możliwe jest poprawienie uzyskanych wyników pomiarowych. Po pierwsze optymalny dobór faz sinusoid pozwala na minimalizację amplitudy międzyszczytowej (ang. peak to peak) sygnału. Dodatkowo optymalizacja faz pozwala na wzrost amplitudy pojedynczych składowych o ponad 30%, przy zachowaniu stałej całościowej amplitudy sygnału. Na rysunku 26 przedstawiono wpływ optymalizacji faz na wyniki pomiaru impedancji.



Rys. 26. Analiza FFT przy pobudzeniu sumą sinusoid. Po lewej – brak optymalizacji, po prawej – optymalizacja faz; a) pobudzenie napięciowe w dziedzinie czasu, b) pobudzenie napięciowe w dziedzinie częstotliwości, c) płaszczyzna zespolona symulowanego widma impedancyjnego z dodanym 5% szumem do odpowiedzi prądowej [3].

Drugą wspomnianą możliwością jest optymalizacja amplitud. Jak wiadomo odpowiedź układów elektrycznych czy elektrochemicznych jest zależna od częstotliwości wymuszenia. Odpowiedź jest słabsza dla niskich częstotliwości i mocniejsza dla wyższych. Dodatkowo, większy szum jest obserwowany przy niskich częstotliwościach (dla takiej samej amplitudy wymuszenia). Jeżeli amplitudy różnych częstotliwości są zoptymalizowane, a więc dobrane tak, aby odpowiedź była możliwie na stałym poziomie, to sygnał odpowiedzi jest znacznie mniej czuły na szumy. Przykład tego rodzaju optymalizacji przedstawiono na rysunku 27.



Rys. 27. Analiza FFT przy pobudzeniu sumą sinusoid. Po lewej – brak optymalizacji, po prawej – optymalizacja amplitud; a) pobudzenie napięciowe w dziedzinie czasu, b) pobudzenie napięciowe w dziedzinie częstotliwości, c) odpowiedź prądowa w dziedzinie częstotliwości z dodanym 10% szumem, d) płaszczyzna zespolona symulowanego widma impedancyjnego z dodanym 10% szumem do odpowiedzi prądowej [3].

Główną zaletą metody FFT jest to, że informacje uzyskiwane są szybko, dzięki czemu metoda ta może być wykorzystana przy pomiarach impedancji zmieniających się w czasie. Wadą tej techniki jest to, że odpowiedź układu na poszczególne częstotliwości jest zazwyczaj słabsza niż w przypadku, gdy podawany jest sygnał wymuszający o jednej częstotliwości.

6. Aplikacja pomiarowa

6.1. Środowisko programistyczne

Aplikacja pomiarowa została wykonana w środowisku LabVIEW 2012 firmy National Instruments. LabVIEW (ang. Laboratory Virtual Instrument Engineering Workbench) jest graficznym językiem programowania, w którym kod programu tworzą ikony zamiast linii tekstu. W środowisku tym programy nazywane są wirtualnymi przyrządami (VI, z ang. virtual instrument), ponieważ ich wygląd oraz działanie jest podobne do działania fizycznych urządzeń takich jak multimetr czy oscyloskop. W skład środowiska LabVIEW wchodzi zestaw narzędzi umożliwiających akwizycję, analizę, prezentację i przechowywanie danych jak również pomoc przy debugowaniu kodu aplikacji.

Na aplikację w LabVIEW składają się: diagram blokowy (ang. block diagram) oraz panel użytkownika (ang. front panel). W diagramie blokowym umieszczane są ikony oraz połączenia między nimi tworzące kod programu. Panel użytkownika zawiera kontrolki oraz wskaźniki, które tworzą interfejs aplikacji.

Biblioteki zaimplementowane w środowisku LabVIEW umożliwiają komunikację z wieloma urządzeniami pomiarowymi wykorzystującymi takie standardy komunikacyjne jak: GPIB, RS232, RS 485 czy PXI [15].

Gama możliwości oferowanych przez wybrane środowisko pozwala na zredukowanie tworzonego stanowiska pomiarowego o takie urządzenia jak: generator funkcji, oscyloskop czy multimetr.

6.2. Karta pomiarowa NI PXI-6251 oraz zakres pomiarowy

Do akwizycji danych wykorzystano kartę pomiarową PXI-6251 z serii M wraz z kartą podłączeń BNC-2120. Dobór zestawu kart podyktowany został potrzebą zapewnienia dużej częstotliwości próbkowania sygnału generowanego oraz mierzonego dla wysokich częstotliwości tych sygnałów. W tabeli 6.1 przedstawione zostały kluczowe elementy specyfikacji wybranej karty pomiarowej.

Tabela 6.1

Specyfikacja karty PXI-6251

Parametr	Wartość
llość wejść analogowych	16
Max. częstotliwość próbkowania (1 kanał)	1,25 MS/s
Zakres wejść napięciowych	±10 V
llość wyjść analogowych	2
Max. częstotliwość próbkowania (1 kanał)	2,86 MS/s
Zakres wyjść napięciowych	±10 V

Wysokie częstotliwości próbkowania pozwoliły na ustalenie zakresu pomiarowego w granicach od $10 \ kHz$ do $0,1 \ Hz$. Dla maksymalnej częstotliwości pomiarowej równej $10 \ kHz$ przyjęta została częstotliwość próbkowania na poziomie $1 \ MS/s$. Pozwala to na pomiar przesunięcia fazowego z rozdzielczością $3,6^\circ$. Pozostałe częstotliwości próbkowania dobrano tak, by rozdzielczość była równa $3,6^\circ$ i stała dla całego zakresu pomiarowego.

Karta PXI-6251 nie umożliwia pomiaru prądu, dlatego też konieczny jest pomiar napięcia z wykorzystaniem rezystora pomiarowego.

6.3. Aplikacja pomiarowa

Do stworzenia aplikacji wykorzystano środowisko LabVIEW 2012. Zastosowanie wspomnianej wcześniej karty pomiarowej wymusiło zapis aplikacji do wersji LabVIEW 2010 zainstalowanej na stanowisku z kartą PXI-6251. W opisie panelu użytkownika i diagramu blokowego przedstawiona zostanie wersja 2010.

6.3.1. Panel użytkownika

Rysunek 28 przedstawia wygląd panelu użytkownika aplikacji do pomiarów metodą spektroskopii impedancyjnej. W dalszej części podrozdziału opisane zostaną poszczególne elementy interfejsu aplikacji.

44



Rys. 28. Aplikacja - panel użytkownika

Measurement settings – ustawienia pomiarowe:

- *Frequency mode* wybór kierunku zmiany częstotliwości pomiarowych; *Increasing* (0.1 *Hz* do 10 *kHz*), *Decreasing* (10 *kHz* do 0.1 *Hz*).
- Path wybór mierzonej ścieżki z płytki pomiarowej.
- Number of periods liczba okresów sygnału wymuszającego.
- Meas mode wybór trybu pomiarowego; Impedance pomiar impedancji, Phase Shift – pomiar przesunięcia fazowego.

Channels settings – ustawienia kanałów:

- Input channel wybór kanału wejściowego.
- Output channel wybór kanały wyjściowego.

Generated signal – wykres sygnału wymuszającego.

Results – wyniki pomiarów:

- Input amplitude Amplituda sygnału mierzonego.
- Output frequency Częstotliwość sygnału pobudzającego.
- Real part Część rzeczywista impedancji.
- *Phase shift* Kąt przesunięcia fazowego.
- Elapsed time Czas trwania ostatniej iteracji pętli (pomiaru dla poprzedniej wartości częstotliwości)

Acquired signal - wykres napięcia mierzonego.

Complex plot – wykres impedancji na płaszczyźnie zespolonej.

W prawym górnym rogu panelu użytkownika umieszona została tabela, w której możliwe jest przeglądanie wyników pomiarów (częstotliwości sygnału wymuszającego, części rzeczywistej i urojonej impedancji, przesunięcia fazowego) bez otwierania pliku z danymi pomiarowymi.

6.3.2. Diagram blokowy

Rysunek 29 przedstawia diagram blokowy aplikacji pomiarowej.



Rys. 29. Aplikacja - diagram blokowy

Diagram blokowy programu został oparty głównie o stworzone na potrzeby aplikacji SubVI's (podprogramy). Dzięki temu kod programu jest zwarty i czytelny. W dalszej części pracy zostaną omówione najważniejsze elementy diagramu blokowego.

- 1. Utworzenie lub otwarcie pliku do zapisu danych, inicjalizacja tablic.
- Wybór pliku z odpowiednim wymuszeniem i/lub pliku ze zmierzonym przesunięciem fazowym na podstawie ustawień pomiarowych z panelu użytkownika. Liczbę iteracji pętli determinuje ilość wierszy w wybranych plikach.
- 3. Podprogram odpowiadający za utworzenie kanałów wejściowego i wyjściowego DAQmx oraz konfigurację zegara odpowiedzialnego za próbkowanie sygnału. Kluczowym dla poprawnego działania aplikacji było zapewnienie równoczesnych generacji sygnału wymuszającego oraz akwizycji sygnału mierzonego. Pierwszym krokiem do uzyskania tej zależności było ustalenie warunku wyzwalania dla wyjścia analogowego na podstawie gotowości wejścia analogowego przedstawione na rysunku 30.



Rys. 30. Podprogram DAQmx Conf - konfiguracja kanałów i zegarów, warunek wyzwalania

4. Podprogram generujący sygnał wymuszający w postaci funkcji sinusoidalnej o zadanych parametrach.

5. Podprogram odpowiadający za rozpoczęcie zadań generacji i akwizycji sygnałów, akwizycję danych pomiarowych oraz poprawne zamknięcie obu zadań. W podprogramie tym zaimplementowana została druga zależność, dzięki której zapewniona została synchronizacja pomiędzy kanałami. Umieszczenie ikony rozpoczynającej zadanie generacji sygnału przed ikoną rozpoczynającą zadanie akwizycji wraz z warunkiem wyzwalania (opisanym w punkcie 3) zapewnia równoczesny start obu zadań. Implementacja została przedstawiona na rysunku 31.



Rys. 31. Podprogram Gen & Acq DAQmx - kolejność uruchomienia zadań, zakończenie zadań

- Wykreślenie sygnału napięciowego pobudzającego oraz napięciowego mierzonego. Wydobycie informacji o sygnałach (częstotliwość, faza, amplituda).
- 7. Podprogram do obliczenia przesunięcia fazowego sygnałów.
- Podprogram odpowiedzialny za obliczenia części rzeczywistej i urojonej impedancji. Moduł impedancji |Z| jest obliczany z zależności:

$$|Z| = \frac{U_G - U_m}{I_m} \tag{6.1}$$

gdzie:

U_G – amplituda napięcia generowanego [V],

 U_m – napięcie mierzone [V],

 $I_m = \frac{U_m}{R_s}$ – prąd mierzony [A]; R_s – rezystancja rezystora pomiarowego badanej ścieżki [Ω].

Części rzeczywista i urojona impedancji obliczane są odpowiednio z zależności:

$$ReZ = |Z|\cos(\varphi) \tag{6.2}$$

$$ImZ = |Z|\sin(\varphi) \tag{6.3}$$

gdzie:

 φ – kąt przesunięcia fazowego [rad].

- 9. Podprogram odpowiadający za stworzenie tablicy z danymi do zapisu do pliku oraz do wyświetlenia w tabeli w panelu użytkownika.
- 10. Wykreślanie zmierzonej impedancji na płaszczyźnie zespolonej.
- 11. Wyświetlanie wyników pomiarów w tabeli oraz zapis danych do pliku.
- 12. Wyświetlanie wyników pomiarów i składowych dla danej iteracji.
- 13. Obsługa błędów.

7. Płytka testowa

Do wykonania projektu płytki testowej wykorzystano program EAGLE w wersji 7.0.0. Płytka została wykonana w firmie zajmującej się produkcją wysokiej klasy obwodów drukowanych.

Przy projektowaniu płytki zdecydowano się na wykorzystanie jako złączy wejściowych i wyjściowych gniazd typu BNC. Wybór podyktowany był głównie faktem, iż tego samego rodzaju złącze występuje również na karcie podłączeń BNC-2120.

Zgodnie z tym, co opisano w podrozdziale 6.2, karta pomiarowa PXI-6251 nie posiada wejść prądowych. Dlatego też, konieczne było zastosowanie rezystorów pomiarowych pozwalających na pomiar napięcia wyjściowego z płytki, a następnie przeliczenie go na prąd programowo.

Na płytce testowej wydzielonych zostało pięć ścieżek pomiarowych:

- Ścieżka nr 1 pomiar impedancji rezystora 10 kΩ, rezystor pomiarowy 240 Ω.
- Ścieżka nr 2 pomiar impedancji rezystora 100 kΩ, rezystor pomiarowy 510 Ω.
- Ścieżka nr 3 zastosowanie listwy goldpinów żeńskich 1x2 pozwala na pomiar impedancji dowolnego elementu RLC, rezystor pomiarowy 510 Ω.
- Ścieżka nr 4 pomiar impedancji szeregowego połączenia rezystora 10 kΩ i kondensatora 22 μF, rezystor pomiarowy 240 Ω.
- Ścieżka nr 5 pomiar impedancji równoległego połączenia rezystora 10 kΩ i kondensatora 22 μF, rezystor pomiarowym 240 Ω.

Projekt płytki testowej został przedstawiony na rysunku 32.



Rys. 32. Schemat elektryczny płytki testowej

W tabeli 7.1 został przedstawiony wykaz elementów wykorzystanych do wytworzenia płytki testowej.

Tabela 7.1

Symbol	Opis elementu
BN35N61	Gniazdo BNC proste do obwodów drukowanych (10 szt.)
R1, R5, R8	Rezystor 10 $k\Omega$, tolerancja 5%
R2, R7, R9	Rezystor 240 Ω , tolerancja 5%
R3	Rezystor 100 $k\Omega$, tolerancja 5%
R4, R6	Rezystor 510 Ω , tolerancja 5%
JP1	Goldpin żeński 1x2
C1, C2	Kondensator 22 μF
GND	Masa

Wykaz elementów płytki testowej

Rysunek 33 przedstawia rozmieszczenie elementów oraz ścieżek na płytce drukowanej. Przy projektowaniu zwrócono uwagę na minimalizację długości ścieżek łączących poszczególne elementy płytki.



Rys. 33. Płytka testowa – mozaika ścieżek i rozkład elementów

8. Badania

8.1. Przedmiot badań

Zaplanowane badania można podzielić na cztery obszary:

- Pomiar impedancji dla każdej ze ścieżek płytki testowej.
- Badanie wpływu zastosowania goldpinów na wyniki pomiarów.
- Badanie wpływu kierunku zmiany częstotliwości wymuszenia (rosnąca, malejąca) na wyniki pomiarów.
- Badanie wpływu ilości okresów sygnału wymuszającego na wyniki pomiarów.

Dzięki przeprowadzonym badaniom możliwa będzie odpowiedź na pytanie, czy stworzone stanowisko może posłużyć jako platforma pomiarowa do dalszych badań z dziedziny spektroskopii impedancyjnej. Wyniki pozwolą także na wskazanie tych ustawień, przy których osiągane rezultaty są najlepsze.

8.2. Kalibracja

Podczas wstępnych pomiarów mających na celu przetestowanie poprawności działania aplikacji zaobserwowano, iż przy bezpośrednim podłączeniu wyjścia analogowego z karty do wejścia analogowego, sygnał mierzony jest przesunięty w fazie względem sygnału generowanego. Wykres przesunięcia w funkcji częstotliwości dla całego zakresu pomiarowego przedstawiono na rysunku 34. Pomiar przeprowadzono dla liczby okresów n = 5 sygnału wymuszającego, dla obu kierunków zmiany częstotliwości.



Rys. 34. Przesunięcie fazowe, wejście - wyjście, n=5

Analizując wykres można zaobserwować, że przesunięcie fazowe niemal dla całego zakresu częstotliwości jest stałe i wynosi około 3,6°. Jak opisano w podrozdziale 6.2 parametry definiujące sygnał pobudzający oraz częstotliwości próbkowania sygnałów dobrano tak, aby pomiar przesunięcia fazowego przebiegał z rozdzielczością 3,6°. Zarejestrowane, stałe przesunięcie fazowe przedstawione na rysunku 34 wynika z przyjętej rozdzielczości pomiaru fazy sygnałów.

Na wykresie widoczne są trzy częstotliwości, dla których zmierzone przesunięcie fazowe znacząco odbiega od wartości $3,6^{\circ}$. Są to kolejno częstotliwości równe: 700 Hz, 3 kHz oraz 7 kHz. Częstotliwości te jak i odpowiadające im przesunięcia fazowe są jednak stałe dla kolejnych serii pomiarowych.

Przeprowadzone pomiary pozwoliły na przyjęcie następującej procedury korekcji danych pomiarowych:

- Pomiar przesunięcia fazowego dla rosnącej częstotliwości, n okresów sygnału pobudzającego. Bezpośrednie podłączenie wyjścia analogowego do wejścia na karcie podłączeń.
- Pomiar przesunięcia fazowego dla malejącej częstotliwości, n okresów sygnału pobudzającego. Bezpośrednie podłączenie wyjścia analogowego do wejścia na karcie podłączeń.

 Programowa korekcja przesunięcia fazowego podczas pomiaru impedancji.

8.3. Pomiar impedancji

Pomiary impedancji poszczególnych ścieżek przeprowadzono dla wymuszenia o częstotliwości malejącej i liczbie okresów n = 5 dla danej częstotliwości. Kierunek zmiany częstotliwości został ustalony zgodnie z zasadą przyjętą dla pomiarów metodą spektroskopii impedancyjnej [1].

W tym podrozdziale przedstawione zostaną pomiary dla ścieżek nr: 1, 2, 4 oraz 5. Pomiary impedancji dla ścieżki nr 3 omówione zostaną w podrozdziale 8.4.

8.3.1. Ścieżka nr 1 - rezystancja R

Ścieżka nr 1 została zaprojektowana do pomiaru impedancji rezystora. Wartość rezystancji badanego elementu wynosi $R_1 = 10 k\Omega$ z tolerancją 5%. Schemat badanego obwodu przedstawia rysunek 35.



Rys. 35. Schemat obwodu - rezystancja R₁

Impedancja takiego obwodu dla idealnej rezystancji definiowana jest wzorem:

$$Z(j\omega) = R_1 \tag{8.1}$$

Na rysunku 36 przedstawione zostały wyniki pomiaru impedancji badanego obwodu. Dla porównania na rysunku wykreślono również wykres impedancji dla idealnej rezystancji.



Rys. 36. Charakterystyka Nyquista rezystancji R₁

Analizując charakterystykę Nyquista można zauważyć, że rzeczywista część zmierzonej impedancji jest nieznacznie większa od części rzeczywistej dla idealnej rezystancji. Na sytuację tę w głównej mierze może wpływać niedokładność wykonania elementu (tolerancja rezystancji wynosi 5%) oraz dodatkowa rezystancja w obwodzie w postaci oporu elektrycznego gniazd, przewodów oraz ścieżek. Na wykresie zaobserwowano również występowanie składowej urojonej impedancji. W celu przeprowadzania dalszej analizy obwodu na rysunku 37 przedstawiono charakterystykę Bodego dla badanej rezystancji.



Rys. 37. Charakterystyka Bodego rezystancji R₁

Charakterystyka amplitudowa jest stała dla całego zakresu częstotliwości pomiarowych. Taki kształt charakterystyki jest znamienny dla rezystancji.

W przypadku charakterystyki fazowej zauważalne są niewielkie odchylenia zmierzonego przesunięcia fazowego od zera. Odchyłki te nie przekraczają (co do modułu) wartości 0,27°. Na wystąpienie takich odchyleń wpływ może mieć niedokładność pomiaru, jak również w mniejszym stopniu występowanie w badanym elemencie tzw. parametrów resztkowych. W przypadku rezystorów warstwowych typowa wartość pojemności własnej wynosi od 0,1 do 2 pF. Indukcyjności własne są zazwyczaj niewielkie, rzędu kilku nH [16].

8.3.2. Ścieżka nr 2 – rezystancja R

Ścieżka nr 2 posłużyła do pomiaru impedancji rezystora. Wartość rezystancji badanego opornika wynosi $R_3 = 100 k\Omega$. Schemat badanego obwodu został przedstawiony na rysunku 38.



Rys. 38. Schemat obwodu – rezystancja $R_3 = 100 \ k\Omega$

Dla badanego obwodu impedancja definiowana jest wzorem:

$$Z(j\omega) = R_3 \tag{8.2}$$

Na rysunku 39 zostały przedstawione wykresy impedancji idealnej rezystancji oraz badanego obwodu.



Rys. 39. Charakterystyka Nyquista rezystancji $R_3 = 100 \ k\Omega$

Podobnie jak w przypadku pomiarów dla ścieżki nr 1 opisanych w podrozdziale 8.3.1 na płaszczyźnie zespolonej widoczne jest niewielkie przesunięcie wartości składowej rzeczywistej w stosunku do wykresu idealnej rezystancji. Na wykresie zauważalne są również większe, co do modułu, wartości części urojonej. W celu dalszej analizy badanego obwodu na rysunku 40 wykreślono charakterystykę Bodego.



Rys. 40. Charakterystyka Bodego rezystancji $R_3 = 100 \ k\Omega$

Charakterystyka amplitudowa podobnie jak w przypadku ścieżki nr 1 jest stała dla całego zakresu częstotliwości i typowa kształtem dla elementu rezystancyjnego. Zauważalna jest większa wartość $\log |Z|$ wynikająca bezpośrednio z większej wartości badanej rezystancji.

Wartości przesunięcia fazowego sygnałów są zbliżone wartościami, co do modułu do tych, które przedstawiono na rysunku 37. Dla dwóch częstotliwości (10 kHz, 7 kHz) zaobserwowano nieznaczny wzrost wartości przesunięcia fazowego. Maksymalny zarejestrowany kąt fazowy wyniósł 0,422° dla częstotliwości 10 kHz. Bezpośredni wpływ na zwiększenie wartości składowych urojonych widocznych na rysunku 39 ma sposób obliczania części urojonej impedancji:

$$ImZ = |Z|\sin(\varphi) \tag{8.3}$$

Analizując powyższe równanie można zauważyć, że dziesięciokrotny wzrost wartości |Z|, skutkuje dziesięciokrotnym wzrostem (co do modułu) wartości składowej urojonej dla takiej samej wartości kąta fazowego φ .

8.3.3. Ścieżka nr 4 – szeregowy obwód RC

Ścieżka nr 4 posłużyła do przeprowadzenia pomiaru impedancji szeregowego połączenia rezystancji $R_5 = 100 \text{ k}\Omega$ i pojemności $C_1 = 22 \mu\text{F}$. Schemat badanego obwodu przedstawiono na rysunku 41.



Rys. 41. Schemat obwodu – szeregowe połączenie rezystancji $R_5 = 10 \ k\Omega$ i pojemności $C_1 = 22 \ \mu F$

Dla przedstawionego obwodu impedancja definiowana jest, jako suma impedancji poszczególnych elementów i wyrażana jest wzorem.

$$Z(j\omega) = R_5 + \frac{1}{sC_1}$$
(8.4)

Na rysunku 42 przedstawiono wyniki pomiarów impedancji obwodu oraz wykres impedancji dla idealnego szeregowego obwodu *RC*.



Rys. 42. Charakterystyka Nyquista szeregowego obwodu RC

Prosta dla idealnego szeregowego obwodu *RC* jest nachylona do osi liczb rzeczywistych pod kątem prostym. Analizując charakterystykę Nyquista można zaobserwować, iż kolejne punkty pomiarowe również układają się wzdłuż pewnej prostej, jednak jej kąt nachylenia jest różny od 90°. Sytuacja ta wynika w głównej mierze z niedoskonałości kondensatora. W idealnym kondensatorze kąt przesunięcia fazowego jest stały i równy 90°. Jednak w rzeczywistym elemencie występują straty energii na rezystancjach doprowadzeń, w izolacji oraz w dielektryku, dlatego w rzeczywistym kondensatorze przesunięcie pomiędzy przyłożonym napięciem a płynącym prądem jest różne od $\frac{\pi}{2}$.



Na rysunku 43 przedstawiono charakterystykę Bodego badanego obwodu.

Rys. 43. Charakterystyka Bodego szeregowego obwodu RC

Kształty obu charakterystyk pokrywają się z charakterystykami dla idealnego szeregowego obwodu *RC* z rysunku 5. W przypadku charakterystyki fazowej dla badanego zakresu częstotliwości zauważalny jest brak osiągnięcia przez kąt przesunięcia fazowego wartości 90°. Jak wspomniano wcześniej wynika to z niedoskonałości rzeczywistego kondensatora. Tak, więc rozszerzenie zakresu częstotliwości pomiarowych do 0,01 Hz nie pozwoliłoby na uzyskanie takiej wartości kąta przesunięcia fazowego.

Ze względu na zaobserwowane na rysunku 42 odchylenie zmierzonej charakterystyki od idealnego przebiegu zdecydowano się na wyznaczenie obwodu zastępczego badanej ścieżki. W tym celu wykorzystano darmową wersję programu ZView 3.4b. Program w wersji demonstracyjnej posiada ograniczenie liczby analizowanych punktów do 15. Oznacza to, że analizie zostanie poddany co trzeci punkt pomiarowy.

Schemat zastępczy badanego szeregowego obwodu *RC* przedstawiony został na rysunku 44.



Rys. 44. Schemat zastępczy szeregowego obwodu RC

gdzie:

 $R = 10219 [\Omega] - rezystor,$

CPE = $\frac{1}{Z_0(j\omega)^a}$ - element stało-fazowy; $Z_0 = 2,0574 * 10^{-5} \left[\frac{Fs^{(a-1)}}{cm^2}\right]$, a = 0,9677.

Jak napisano w punkcie 4.4.2 element stało-fazowy powiązany jest z niedoskonałością klasycznych elementów RLC. Na schemacie zastępczym kondensator został zastąpiony elementem stało-fazowym ze współczynnikiem a = 0,9627. Dla porównania wartość tego współczynnika dla idealnego kondensatora wynosi a = 1.

W celu sprawdzenia poprawności wyliczeń parametrów układu zastępczego na rysunku 45 przedstawiono porównanie charakterystyk Nyquista badanego układu i schematu zastępczego.



Rys. 45. Porównanie charakterystyk Nuquista obwodu badanego RC oraz schematu zastępczego

Przedstawione porównanie dowodzi, iż parametry obwodu zastępczego dobrane zostały z dużą dokładnością.

8.3.4. Ścieżka nr 5 – równoległy obwód RC

Ścieżka nr 5 posłużyła do pomiaru impedancji równoległego obwodu rezystancji $R_8 = 10 k\Omega$ i pojemności $C_2 = 22 \mu F$. Na rysunku 46 przedstawiono schemat badanego obwodu.



Rys. 46. Schemat obwodu – równoległe połączenie rezystancji $R_8 = 10 \ k\Omega$ i pojemności $C_2 = 22 \ \mu F$

Dla przedstawionego na powyższym schemacie obwodu impedancja definiowana jest wzorem:

$$Z(j\omega) = \frac{R_8}{1 + sR_8C_2}$$
(8.5)

Rysunek 47 przedstawia wykres impedancji badanego obwodu oraz idealnego obwodu *RC*.



Rys. 47. Charakterystyka Nyquista równoległego obwodu RC

Analizując wykres można zauważyć, że kolejne punkty pomiarowe układają się w kształt spłaszczonego półkola. Taki wykres impedancji na płaszczyźnie zespolonej jest charakterystyczny dla równoległego dwójnika *RC*. Zaobserwowane spłaszczenie może wynikać z niedoskonałości zastosowanych w obwodzie elementów.

Dla przyjętego rozkładu częstotliwości wymuszenia (dziesięć punktów na dekadę częstotliwości) nie udało się zaobserwować na wykresie maksimum półkola. Zgodnie z tym, co zostało opisane w podrozdziale 4.2, maksimum półkola dla idealnego, równoległego dwójnika *RC* osiągane jest dla pulsacji $\omega = \frac{1}{RC}$, co dla wartości elementów badanego obwodu implikuje:

$$\omega = \frac{1}{R_8 C_2} = 4,55 \left[\frac{rad}{s}\right] \tag{8.6}$$

$$f = \frac{2\pi}{\omega} = 0,72 \ [Hz] \tag{8.7}$$

Szukana częstotliwość wymuszenia wynosi 0,72 *Hz*. W rzeczywistości, jak wynika z danych pomiarowych, szukana częstotliwość zawiera się pomiędzy 1 *Hz* a 2 *Hz*. W celu dalszej analizy badanego obwodu na rysunku 48 wykreślono charakterystykę Bodego.



Rys. 48. Charakterystyka Bodego równoległego obwodu RC

Kształty zarówno charakterystyki amplitudowej jak i fazowej wskazują, iż badany obwód to szeregowe połączenie rezystancji *R* z równoległym dwójnikiem *RC*. Okazuje się, że zastosowanie w obwodzie dodatkowego rezystora pozwalającego na pomiar prądu w układzie zmieniło charakter samego układu. Dla omawianych wcześniej ścieżek, dołączony w szereg rezystor pomiarowy nie wpływał na charakter układu, a rzutował jedynie na wartości obliczonej impedancji. Jednak zastosowany w aplikacji sposób obliczania modułu impedancji:

$$|Z| = \frac{U_G - U_m}{I_m} \tag{8.8}$$

niwelował wpływ rezystancji pomiarowej na wynik pomiaru dla wszystkich ścieżek. W związku z tym niemożliwe było zaobserwowanie zmiany charakteru układu na podstawie wykresu przedstawionego na rysunku 47. Należy jednak zaznaczyć, iż wcześniejsza analiza w oparciu o rysunek 47 znajduje zastosowane również przy zmienionym charakterze układu. Sytuacja ta potwierdza, iż w spektroskopii impedancyjnej w celu poprawnej interpretacji wyników konieczne jest przeanalizowanie zarówno charakterystyki Nyquista jak i Bodego.

Ze względu na zaobserwowane na rysunku 47 spłaszczenie półkola zdecydowano się na wyznaczenie schematu zastępczego badanego obwodu przy pomocy programu ZView. Niestety w przypadku przebiegu w kształcie półkola, przy ograniczeniu danych pomiarowych do 15 punktów pomiarowych, niemożliwym było obliczenie parametrów układu przy wykorzystaniu zaimplementowanych w programie algorytmów. Dlatego też zdecydowano się na ręczny dobór parametrów przy wykorzystaniu opcji symulacji układu.

Jak wynika z przeprowadzonej analizy układu, badany obwód ma charakter szeregowego połączenia rezystancji z równoległym dwójnikiem *RC*. Zastosowanie w schemacie zastępczym idealnego kondensatora nie pozwala na wykreślenie charakterystyki w kształcie spłaszczonego półkola. Za takie spłaszczenie przebiegu odpowiada parametr *a* dla elementu stało-fazowego. Na rysunku 49 został przedstawiony schemat zastępczy badanego obwodu.



Rys. 49. Schemat zastępczy szeregowego połączenia rezystancji R z równoległym dwójnikiem RC

Dla przedstawionego schematu zastępczego przeprowadzono szereg symulacji pozwalających na wyznaczenie przybliżonych wartości parametrów schematu zastępczego. Na rysunku 50 przedstawiono porównanie charakterystyk Nyquista badanego obwodu oraz schematu zastępczego.



Rys. 50. Porównanie charakterystyk obwodu badanego R – RC oraz schematu zastępczego

Charakterystykę obwodu zastępczego wykreślono dla następujących wartości parametrów:

$$R_{1} = 150 \ [\Omega],$$

$$R_{2} = 9950 \ [\Omega],$$

$$Z_{0} = 2,05 * 10^{-5} \ [\frac{F_{S}^{(a-1)}}{cm^{2}}],$$

$$a = 0,947.$$

W celu dokładnego wyznaczenia parametrów konieczne jest zastosowanie pełnej wersji programu ZView.

8.4. Wpływ zastosowania goldpinów na wynik pomiaru impedancji

Badanie wpływu zastosowania goldpinów zostało przeprowadzone na ścieżce pomiarowej nr 3. W badaniach zastosowano dwie różne wartości rezystancji (1 $k\Omega$, 100 $k\Omega$) oraz pojemności (22 μF , 100 μF). Podobnie jak w przypadku wcześniejszych pomiarów, częstotliwość wymuszenia zmieniała się w zakresie od 10 kHz do 0.1 Hz. Liczba okresów sygnału pobudzającego wynosiła n = 5.

8.4.1. Pomiar rezystancji

Pomiary przeprowadzono dla dwóch różnych wartości rezystancji. Badanie dla rezystora 1 $k\Omega$ miało na celu potwierdzenie wniosków otrzymanych w wyniku analizy pomiarów ścieżki nr 1 oraz nr 2, dla niskich wartości rezystancji. Pomiar dla rezystancji 100 $k\Omega$ posłużył do bezpośredniego porównania wyników z rezultatami dla ścieżki nr 2.

Na rysunkach 51 i 52 zostały przedstawione charakterystyki odpowiednio Nyquista i Bodego dla rezystancji 1 $k\Omega$.



Rys. 51. Charakterystyka Nyquista rezystancji 1 $k\Omega$

Wykres impedancji na płaszczyźnie zespolonej pokrywa się z opisywanymi wcześniej charakterystykami. Zauważalne są mniejsze (co do modułu) wartości części urojonej, co w znacznej mierze spowodowane jest przez dziesięciokrotnie mniejszą wartość |*Z*|.



Rys. 52. Charakterystyka Bodego rezystancji 1 $k\Omega$

Kształty obu charakterystyk pokrywają się z oczekiwanymi przebiegami dla pomiaru impedancji rezystora. Rysunek 53 przedstawia porównanie charakterystyk Nyquista dla rezystancji $R = 100 k\Omega$ dla ścieżki nr 2 oraz nr 3.



Rys. 53. Charakterystyka Nyquista rezystancji 100 kΩ, ścieżka 2 i 3 – porównanie

Dla ścieżki ze złączem typu goldpin, zauważalny jest nieznacznie większy rozrzut wartości części rzeczywistej impedancji. Zaobserwowane różnice nie przekraczają jednak wartości rzędu kilkunastu Ω.



Rys. 54. Charakterystyka Bodego rezystancji 100 kΩ, ścieżka 2 i 3 – porównanie

Analizując charakterystykę Bodego można również zaobserwować minimalny wzrost wartości odchyleń poszczególnych wielkości w stosunku do pomiarów dla ścieżki nr 2. Dla charakterystyki amplitudowej różnice w maksymalnych odchyleniach wynoszą około $0,01 - 0,02 \, dB$, w przypadku charakterystyki fazowej różnice nie przekraczają wartości $0,2^{\circ}$.

Uogólniając w przypadku pomiaru impedancji elementów rezystancyjnych różnice w wynikach przy bezpośrednim wlutowaniu rezystora w płytkę, a wykorzystaniu złącza typu goldpin są na tyle niewielkie, iż nie stwierdzono przeciwskazań do wykorzystania tego typu złącza.

8.4.2. Pomiar pojemności

Pomiary przeprowadzono dla dwóch różnych wartości pojemności: 22 μ *F* oraz 100 μ *F*. Zastosowanie rezystora pomiarowego umożliwiającego pomiar prądu powoduje, iż badany układ ma charakter szeregowego obwodu *RC*. Na rysunku 55 przedstawiono charakterystykę Nyquista dla pojemności 22 μ F.



Rys. 55. Charakterystyka Nyquista pojemności 22 µF

Na wykresie można zaobserwować odchylenie punktów od prostej wykreślonej dla idealnej pojemności. Szczególnie duże odchylenie jest zauważalne dla niskich częstotliwości wymuszenia. Dla dalszej analizy na rysunku 56 wykreślono charakterystykę Bodego badanego obwodu.



Rys. 56. Charakterystyka Bodego pojemności 22 µF

Kształt charakterystyki amplitudowej jest typowy dla szeregowego obwodu *RC*. W przypadku charakterystyki fazowej zauważalny jest nieprawidłowy kształt dla
częstotliwości 0,1 *Hz* oraz 0,2 *Hz*, gdzie kąt przesunięcia fazowego znacząco maleje. Pomiar dla tych częstotliwości obarczony jest błędem grubym. Błąd wynika z faktu, iż dla badanej pojemności przy wspomnianych częstotliwościach przebieg napięcia rejestrowany na rezystorze pomiarowym jest na tyle zniekształcony (odbiega kształtem od sinusoidy), że niemożliwe jest poprawne wyliczenie kąta przesunięcia fazowego. Zniekształcenie to wynika z faktu, iż dla niskich częstotliwości napięcia przemiennego i odpowiednio niskiej pojemności kondensatora dochodzi do pełnego naładowania kondensatora. Taki kondensator stanowi w układzie przerwę dla prądu i zniekształca rejestrowany przebieg. Rozwiązaniem tego problemu może być zwiększenie pojemności kondensatora lub częstotliwości wymuszenia.

Na rysunku 57 przedstawiono charakterystykę Nyquista po usunięciu dwóch punktów obarczonych błędem grubym. Na wykresie widać, iż kolejne punkty układają się wzdłuż pewnej prostej o stałym kącie nachylenia do osi liczb rzeczywistych. Taki układ punktów na płaszczyźnie zespolonej jest charakterystyczny dla szeregowych układów *RC*.



Rys. 57. Charakterystyka Nyquista pojemności 22 μ F po usunięciu błędów grubych

Kolejny pomiar został przeprowadzony dla pojemności kondensatora 100 μF. Charakterystyka Nyquista tego obwodu przedstawiona została na rysunku 58.



Rys. 58. Charakterystyka Nyquista pojemności 100 µF

Na wykresie zaobserwowano, iż kolejne punkty układają się wzdłuż pewnej prostej zgodnie z oczekiwaniami dla tego rodzaju układów. Zauważalne jest jedynie pewne odchylenie punktu od prostej dla najniższej częstotliwości pomiarowej 0,1 *Hz*. Powyższy wykres potwierdza wcześniejszą tezę, iż zwiększenie wartości pojemności w układzie korzystnie wpływa na rejestrowane przebiegi. Na rysunku 59 przedstawiono charakterystykę Bodego dla pojemności 100 μF.



Rys. 59. Charakterystyka Bodego pojemności 100 µF

Zaobserwowane kształty charakterystyki amplitudowej oraz fazowej są typowe dla szeregowych obwodów *RC*. Podsumowując, podłączenie pojemności do układu poprzez złącze typu goldpin nie wpływa na przebiegi charakterystyk układu.

8.5. Wpływ kierunku zmiany częstotliwości wymuszenia na wynik pomiaru impedancji

Badanie wpływu kierunku zmiany częstotliwości na wyniki pomiaru impedancji przeprowadzono dla ścieżek nr 1 oraz nr 5. Liczba okresów sygnału wymuszającego dla jednej częstotliwości wynosiła n = 5. Na rysunku 60 zostało przedstawione porównanie charakterystyk Nyquista ścieżki nr 1 dla rosnącej oraz malejącej częstotliwości sygnału pobudzającego.



Rys. 60. Porównanie charakterystyk Nyquista rezystancji $R_1 = 10 k\Omega$ dla dwóch kierunków zmiany częstotliwości sygnału pobudzającego

Analizując wykres nie zaobserwowano istotnych różnic pomiędzy porównywanymi charakterystykami. Zarówno wartości części rzeczywistych jak i urojonych obu przebiegów zawierają się w niemal identycznych przedziałach. Na rysunku 61 przedstawiono porównanie charakterystyk Bodego dla obu pomiarów.



Rys. 61. Porównanie charakterystyk Bodego rezystancji $R_1 = 10 k\Omega$ dla dwóch kierunków zmiany częstotliwości sygnału pobudzającego.

W przypadku charakterystyki amplitudowej różnice pomiędzy granicznymi wartościami |*Z*| dla obu przebiegów nie przekraczają wartości kilku tysięcznych *dB*. Dla charakterystyki fazowej różnice nie przekraczają wartości kilku setnych stopnia.

Po przeprowadzeniu analizy obu charakterystyk nie zaobserwowano wpływu kierunku zmiany częstotliwości sygnału wymuszającego na wyniki pomiaru impedancji opornika.

Na rysunku 62 przedstawiono porównanie charakterystyk Nyquista ścieżki nr 5 dla malejącej oraz rosnącej częstotliwości sygnału pobudzającego.



Rys. 62. Porównanie charakterystyk Nyquista ścieżki nr 5 dla dwóch kierunków zmiany częstotliwości sygnału pobudzającego

Analizując wyniki pomiarów oraz charakterystykę można zaobserwować, iż dla częstotliwości z zakresu $10 \ kHz - 2 \ Hz$ punkty dla obu przebiegów pokrywają się ze sobą niemal idealnie. Dla niższych częstotliwości zauważalne są pewne niewielkie przesunięcia pomiędzy punktami, jednak w dalszym ciągu punkty te leżą na tym samym spłaszczonym półokręgu. Na rysunku 63 przedstawiono porównanie charakterystyk Bodego dla obu pomiarów impedancji.



Rys. 63. Porównanie charakterystyk Bodego ścieżki nr 5 dla dwóch kierunków zmiany częstotliwości sygnału pobudzającego

Dla charakterystyki amplitudowej, punkty dla obu przebiegów pokrywają się niemal idealnie w całym zakresie pomiarowym. Jakiekolwiek przesunięcia widoczne są dopiero przy bardzo dużych przybliżeniach. W przypadku charakterystyki fazowej minimalne przesunięcia widoczne są tylko dla niższych częstotliwości.

Przeprowadzona analiza dla dwóch obwodów nie wykazała wpływu kierunku zmiany częstotliwości sygnału wymuszającego na wyniki pomiarów impedancji. Nie oznacza to jednak, iż w przypadku pomiarów wykonywanych na przykład w naczynkach elektrochemicznych lub dla złożonych obwodów składających się z kilku dwójników *RLC*, wpływ kierunku zmiany częstotliwości na otrzymane wyniki również nie występuje.

8.6. Wpływ ilości okresów sygnału wymuszającego na wynik pomiaru impedancji

Badanie zostało przeprowadzone przy wykorzystaniu ścieżek nr 1 oraz nr 4, dla malejącej częstotliwości wymuszenia. Pomiary zrealizowano dla 1, 2, 3 oraz 5 okresów sygnału pobudzającego. Kalibracja przeprowadzona została dla liczby okresów n = 5. Wykonano również pojedynczy pomiar dla ścieżki nr 1 przy kalibracji dla liczby okresów n = 3 i takiej samej liczbie okresów sygnału pobudzającego.

Rysunek 64 przedstawia porównanie charakterystyk Nyquista ścieżki nr 1 dla różnych wartości liczby okresów *n*.



Rys. 64. Porównanie charakterystyk Nyquista ścieżki nr 1 dla różnych wartości liczby okresów sygnału wymuszającego

Analizując charakterystyki Nyquista zaobserwowano, iż wyniki uzyskane dla pojedynczego okresu sygnału pobudzającego diametralnie odbiegają od oczekiwanego kształtu. W celu dalszej analizy na rysunku 65 przedstawiono porównanie charakterystyk Bodego ścieżki na podstawie uzyskanych danych pomiarowych.



Rys. 65. Porównanie charakterystyk Bodego ścieżki nr 1 dla różnych wartości liczby okresów sygnału wymuszającego

W przypadku charakterystyki amplitudowej różnice pomiędzy wartościami |Z| dla pojedynczego okresu sygnału wymuszającego a wartościami dla pozostałych pomiarów wynoszą nawet 34 *dB*. Dla charakterystyki fazowej maksymalna zaobserwowana różnica pomiędzy kątami przesunięcia fazowego dochodzi do około 16°. Dla obu charakterystyk znaczące odchyłki występują na całej szerokości zakresu częstotliwości. Taka sytuacja świadczy o braku możliwości poprawnego wyliczenia przez aplikację wartości |*Z*| oraz kąta przesunięcia fazowego na podstawie pojedynczego okresu rejestrowanej odpowiedzi. Pomiary uzyskane dla takiej konfiguracji wymuszenia nie pozwalają na identyfikację badanego obwodu.

Na rysunku 66 zostało przedstawione porównanie charakterystyk Nyquista po usunięciu przebiegu dla liczby okresów n = 1.



Rys. 66. Porównanie charakterystyk Nyquista ścieżki nr 1 dla różnych wartości liczby okresów sygnału wymuszającego po usunięciu pomiaru dla n = 1

Analizując wykres można zaobserwować, iż dwa punkty pomiarowe zarówno dla n = 3 jak również n = 2 znacząco odbiegają od pozostałych punktów. W obu przypadkach punkty te odpowiadają częstotliwościom wymuszenia 700 Hz oraz 3 kHz. W celu dalszej analizy na rysunku 67 przedstawiono porównanie charakterystyk Bodego dla różnych wartości n.



Rys. 67. Porównanie charakterystyk Bodego ścieżki nr 1 dla różnych wartości liczby okresów sygnału wymuszającego po usunięciu pomiaru dla n = 1

Analiza charakterystyki fazowej wyjaśnia przyczynę znaczących odchyleń punktów zaobserwowanych na rysunku 66. Dla częstotliwości wymuszenia równej 700 *Hz* błąd pomiaru przesunięcia fazowego wynosił około 3,7°. Dla częstotliwości 3 *kHz* błąd ten wynosił -1° dla n = 2 i -2° dla n = 3. Wartości częstotliwości sygnału pobudzającego, dla których zaobserwowano błędy w pomiarze przesunięcia fazowego nie są przypadkowe. Jak opisano w podrozdziale 8.2 również przy pięciu okresach sygnału wymuszającego dla tych częstotliwości występowały błędy w pomiarze kąta przesunięcia fazowego niewynikające z częstotliwości próbkowania sygnału. Okazuje się, że wartości tych błędów są zmienne dla różnej liczby okresów. Dlatego też przeprowadzano dodatkową kalibrację pomiaru przesunięcia fazowego, a następnie pomiar impedancji dla trzech okresów sygnału pobudzającego. Na rysunku 68 przedstawiono porównanie charakterystyk Nyquista ścieżki nr 1 dla trzech oraz pięciu okresów wymuszenia przy odpowiednich kalibracjach.



Rys. 68. Porównanie charakterystyk Nyquista ścieżki nr 1 dla trzech oraz pięciu okresów sygnału wymuszającego po kalibracji dla n = 3

Dzięki przeprowadzonej kalibracji dla trzech okresów sygnału pobudzającego na charakterystyce Nyquista wyeliminowano punkty obarczone błędnym pomiarem przesunięcia fazowego. Pomimo tego minimalnie większą dokładnością cechuje się pomiar dla pięciu okresów sygnału pobudzającego.

Drugą serię pomiarów mającą na celu zbadanie wpływu ilości okresów wymuszenia na otrzymane wyniku pomiaru impedancji przeprowadzono dla ścieżki nr 4. Na rysunku 69 przedstawiono porównanie charakterystyk Nyquista dla tej ścieżki.



Rys. 69. Porównanie charakterystyk Nyquista ścieżki nr 4 dla różnych wartości liczby okresów sygnału wymuszającego

Podobnie jak w przypadku poprzedniej serii pomiarowej dla rezystancji, wyniki otrzymane dla pojedynczego okresu sygnału wymuszającego są obarczone dużymi błędami pomiarowymi. W dalszej analizie wyniki te nie będą brane pod uwagę. Rysunek 70 przedstawia porównanie charakterystyk Nyquista po usunięciu przebiegu dla n = 1.



Rys. 70. Porównanie charakterystyk Nyquista ścieżki nr 1 dla różnych wartości liczby okresów sygnału wymuszającego po usunięciu pomiaru dla n = 1

Analizując wykres zaobserwowano, iż w przypadku przebiegu dla dwóch okresów sygnału wymuszającego charakterystyka obwodu dla niskich częstotliwości znacząco odbiega kształtem od oczekiwań. Kształty przebiegów dla pozostałych pomiarów są charakterystyczne dla szeregowych obwodów *RC*.

W celu dalszej analizy na rysunku 71 wykreślono charakterystyki Bodego dla trzech wartości *n*.



Rys. 71. Porównanie charakterystyk Bodego ścieżki nr 4 dla różnych wartości liczby okresów sygnału wymuszającego po usunięciu pomiaru dla n = 1

W przypadku charakterystyki amplitudowej nie zaobserwowano znaczących różnic pomiędzy pomiarami dla różnych wartości *n*. Analiza charakterystyki fazowej dla n = 2 pozwoliła zaobserwować błędny wzrost (co do modułu) wartości kąta przesunięcia fazowego dla wyższych częstotliwości. Wzrost ten odpowiada za nietypowy przebieg zaobserwowany na płaszczyźnie zespolonej. Dla n = 3zauważalne są odchylenia zmierzonego kąta przesunięcia fazowego od wartości oczekiwanych. Różnice te widoczne są dla dwóch częstotliwości wymuszenia 700 *Hz* oraz 3 *kHz* i podobnie jak w przypadku pomiarów dla ścieżki nr 1 istnieje możliwość ich zniwelowania poprzez kalibrację dla trzech okresów wymuszenia i ponowne wykonanie pomiaru.

Reasumując, wzrost liczby okresów sygnału wymuszającego poprawia dokładność wyniku pomiaru impedancji. Dla n = 1 zebrane dane pomiarowe nie

pozwalają na poprawną identyfikację mierzonego obwodu. Dla $n \in <3, 5 >$ wyniki cechują się dobrym stosunkiem dokładności do czasu trwania pomiaru.

9. Podsumowanie

9.1. Wnioski

Celem projektu było zaprojektowanie i wykonanie stanowiska laboratoryjnego do badań metodą spektroskopii impedancyjnej. W wyniku przeprowadzonych prac wszystkie założenia zostały spełnione. Wykonano aplikację pomiarową oraz płytkę testową umożliwiającą zautomatyzowany pomiar impedancji zaprojektowanych obwodów. Generowany plik z danymi pomiarowymi pozwala na analizę wyników w zewnętrznych aplikacjach. Dzięki wykonanej instrukcji laboratoryjnej stanowisko jest w pełni przygotowane do zajęć dydaktycznych.

Opisanie w pracy zagadnień teoretycznych umożliwia dobre zapoznanie się z matematycznymi podstawami metody spektroskopii impedancyjnej, a omówienie przykładowych, idealnych obwodów wprowadza w problematykę analizy charakterystyk Nyquista i Bodego.

Analiza wyników pomiarów impedancji dostarcza informacji na temat niedoskonałości rzeczywistych elementów RLC oraz wskazuje na zasadność wykorzystania takich elementów jak element stało-fazowy w wyznaczaniu schematów zastępczych.

Badanie dotyczące wpływu zastosowania goldpinów na wyniki pomiarów uwidacznia, iż nie ma przeciwskazań do wykorzystania tego typu złączy w przeprowadzonych pomiarach.

Na podstawie przeprowadzonych badań stwierdzono, iż kierunek zmiany częstotliwości sygnału pobudzającego nie ma wpływu na wyniki pomiaru impedancji obwodów RLC.

Analiza badań wpływu ilości okresów na wynik pomiaru dowodzi, iż wraz ze wzrostem ilości okresów sygnału wzrasta dokładność pomiaru. Najlepszy stosunek dokładności do czasu trwania pomiaru zarejestrowano dla liczby okresów z zakresu od 3 do 5. Należy zaznaczyć, iż dla otrzymania najlepszych wyników pomiarów konieczne jest wcześniejsze przeprowadzenie kalibracji dla przyjętej ilości okresów.

86

Realizacja projektu umożliwiła rozszerzenie wiedzy z zakresu elektroniki, elektrochemii oraz programowania w środowisku LabView.

9.2. Możliwe kierunki rozwoju projektu

Naturalnym kierunkiem rozwoju projektu jest rozbudowa stanowiska o możliwość pomiarów impedancji dla naczyńka elektrochemicznego (układ trzech elektrod: wskaźnikowej, pomocniczej, odniesienia) lub elektrod jonoselektywnych (układ dwóch elektrod: jonoselektywnej, odniesienia). Niewielkie modyfikacje w stworzonej aplikacji głównie pod kątem ilości rejestrowanych przebiegów oraz algorytmu obliczania impedancji powinny umożliwić przeprowadzanie pomiarów dla elektrod.

Inną możliwością rozwoju projektu jest stworzenie aplikacji umożliwiającej obliczanie parametrów układu zastępczego na podstawie przeprowadzonych pomiarów.

Literatura

- [1] L. Niedzicki, http://lniedzicki.ch.pw.edu.pl/eis-pl.pdf z dn. 04.03.2014 r.
- [2] K. Nitsch, Zastosowanie spektroskopii impedancyjnej w badaniach materiałów elektronicznych, OWPWr, 1999.
- [3] A. Lasia, Electrochemical Impedance Spectroscopy and Its Applications, Modern Aspects of Electrochemistry, B. E. Conway, J. Bockris, and R.E. White, Edts., Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York, 1999, Vol. 32, str. 143-248.
- [4] http://topguitar.pl/wp-content/uploads/2009/11/phaser.jpg z dn. 05.03.2014 r.
- K. Sopyła, http://wmii.uwm.edu.pl/~ksopyla/wpcontent/uploads/2009/06/cw
 _6_char akterystyki.pdf z dn. 13.03.2014 r.
- [6] Z. Trzaska, Wykorzystanie Metody Elektrochemicznej Spektroskopii Impedancyjnej (MESI) do przedstawienia pewnych procesów chemicznych za pomocą zjawisk w obwodzie elektrycznym, Przegląd Elektrotechniczny, 2k/2007, str. 48-52.
- K. Szyszkiewicz-Warzecha, http://ceramrtr.ceramika.agh.edu.pl/~szyszkin/ eis/Elektrochemiczna%20Spektroskopia%20Impedancyjna.pptx, z dn. 01.08.2014 r.
- [8] A. Krężel, http://www.ocean.ug.edu.pl/media/zaklady/zof/materialy/fizykamorza/FML09.ppt, z dn. 09.09.2014 r.
- [9] M. Kowalewski, Zastosowanie sygnałów o projektowanych kształtach do diagnostyki obiektów wysoko-impedancyjnych metodą spektroskopii impedancyjnej, Przegląd Elektrotechniczny, 8/2014, str. 182-185.
- [10] C. Gabrielli, Identification of Electrochemical Processes by Frequency Response Analysis, Technical Report No 004, Solartron, Hampshire, 1984, http://www.korozja.pl/html/eis/technote04.pdfm, z dn. 15.09.2014 r.
- [11] C. Gabrielli, Use and Application of Electrochemical Impedance Techniques, Technical Report No 24, Solartron, Hampshire, 1990, http://www.korozja.pl/ html/eis/technote24.pdf, z dn. 15.09.2014 r.
- [12] S. Grzelak, http://www.fizyka.umk.pl/~slawg/mk/mk13-2.pdf, z dn. 20.09.2014 r.
- [13] A. Krajewska, Opracowanie sensorów elektrochemicznych do oznaczania zawartości za wartości akrylamidu i kwasu akrylowego w produktach

żywnościowych, Gdańsk, 2009, http://pbc.gda.pl/Content/1760/phd_krajews ka_agnieszka.pdf?handler=pdf, z dn. 25.09.2014 r.

- [14] J. Konieczny, http://home.agh.edu.pl/~koniejar/LVlinki/Wykl_probkowanie .pdf, z dn. 20.09.2014 r.
- [15] Getting Started with LabVIEW, http://www.ni.com/pdf/manuals/373427c.pdf, z dn. 16.10.2014 r.
- [16] Pomiary parametrów RLC, http://zpss.aei.polsl.pl/content/dydaktyka/PM_ele/ Pomiary%20parametrów%20RLC.pdf, z dn. 28.10.2014 r.
- [17] Constant-Phase-Element Behavior Caused by Resistivity Distributions in Films, http://www.che.ufl.edu/orazem/pdf-files/Hirschorn-powerlaw-theory-2010.pdf, z dn. 29.10.2014 r.

Spis rysunków

Rys. 1.	Sygnały przesunięte w fazie o kąt ϕ [4]	13
Rys. 2.	Prezentacja sygnału prądu zmiennego: (a) obracające się wektory	
	napięcia i prądu w przestrzeni czasu; (b) fazory napięcia i prądu	
	w przestrzeni częstotliwości [3]	15
Rys. 3.	Szeregowe połączenie R-C	16
Rys. 4.	Charakterystyka Nyquista szeregowego połączenia RC	17
Rys. 5.	Wykres Bodego dla szeregowego połaczenia RC	18
Rys. 6.	Równoległe połączenie RC	18
Rys. 7.	Charakterystyka Nyquista dla równoległego polączenia RC	19
Rys. 8.	Wykres Bodego dla równoległego połączenia RC	20
Rys. 9.	Admitancja równoległego połączenia RC	21
Rys. 10.	Szeregowe połączenie R i równoległego połączenia RC	22
Rys. 11.	Charakterystyka Nyquista dla szeregowego połączenia R	
	i równoległego połączenia RC	22
Rys. 12.	Wykres Bodego szeregowego połączenia R i równoległego	
	połączenia RC	23
Rys. 13.	połączenia RC Symbol impedancji Warburga [6]	23 24
Rys. 13. Rys. 14.	połączenia RC Symbol impedancji Warburga [6] Wykres Nyquista impedancji Warburga	23 24 25
Rys. 13. Rys. 14. Rys. 15.	połączenia RC Symbol impedancji Warburga [6] Wykres Nyquista impedancji Warburga Schemat obwodu Randlesa [10]	23 24 25 26
Rys. 13. Rys. 14. Rys. 15. Rys. 16.	połączenia RC Symbol impedancji Warburga [6] Wykres Nyquista impedancji Warburga Schemat obwodu Randlesa [10] Wykres impedancji obwodu zastępczego Randlesa [13]	23 24 25 26 26
Rys. 13. Rys. 14. Rys. 15. Rys. 16. Rys. 17.	połączenia RC Symbol impedancji Warburga [6] Wykres Nyquista impedancji Warburga Schemat obwodu Randlesa [10] Wykres impedancji obwodu zastępczego Randlesa [13] Symbol elementu stało-fazowego [6]	23 24 25 26 26 27
Rys. 13. Rys. 14. Rys. 15. Rys. 16. Rys. 17. Rys. 18.	połączenia RC Symbol impedancji Warburga [6] Wykres Nyquista impedancji Warburga Schemat obwodu Randlesa [10] Wykres impedancji obwodu zastępczego Randlesa [13] Symbol elementu stało-fazowego [6] Schemat mostka AC do pomiaru impedancji [10]	23 24 25 26 26 27 29
Rys. 13. Rys. 14. Rys. 15. Rys. 16. Rys. 17. Rys. 18. Rys. 19.	połączenia RC Symbol impedancji Warburga [6] Wykres Nyquista impedancji Warburga Schemat obwodu Randlesa [10] Wykres impedancji obwodu zastępczego Randlesa [13] Symbol elementu stało-fazowego [6] Schemat mostka AC do pomiaru impedancji [10] Pomiar impedancji metodą krzywych Lissajous [10]	23 24 25 26 26 27 29 31
Rys. 13. Rys. 14. Rys. 15. Rys. 16. Rys. 17. Rys. 18. Rys. 19. Rys. 20.	połączenia RC Symbol impedancji Warburga [6] Wykres Nyquista impedancji Warburga Schemat obwodu Randlesa [10] Wykres impedancji obwodu zastępczego Randlesa [13] Symbol elementu stało-fazowego [6] Schemat mostka AC do pomiaru impedancji [10] Pomiar impedancji metodą krzywych Lissajous [10] Schemat wzmacniacza typu lock-in [12]	23 24 25 26 26 27 29 31 32
Rys. 13. Rys. 14. Rys. 15. Rys. 16. Rys. 17. Rys. 18. Rys. 19. Rys. 20. Rys. 21.	połączenia RC Symbol impedancji Warburga [6] Wykres Nyquista impedancji Warburga Schemat obwodu Randlesa [10] Wykres impedancji obwodu zastępczego Randlesa [13] Symbol elementu stało-fazowego [6] Schemat mostka AC do pomiaru impedancji [10] Pomiar impedancji metodą krzywych Lissajous [10] Schemat wzmacniacza typu lock-in [12] Schemat analizatora odpowiedzi częstotliwościowej [11]	23 24 25 26 26 27 29 31 32 34
Rys. 13. Rys. 14. Rys. 15. Rys. 16. Rys. 17. Rys. 18. Rys. 19. Rys. 20. Rys. 21. Rys. 22.	połączenia RC Symbol impedancji Warburga [6] Wykres Nyquista impedancji Warburga Schemat obwodu Randlesa [10] Wykres impedancji obwodu zastępczego Randlesa [13] Symbol elementu stało-fazowego [6] Schemat mostka AC do pomiaru impedancji [10] Pomiar impedancji metodą krzywych Lissajous [10] Schemat wzmacniacza typu lock-in [12] Schemat analizatora odpowiedzi częstotliwościowej [11] Układ pomiarowy - rezystor odniesienia połączony szeregowo	23 24 25 26 26 27 29 31 32 34
Rys. 13. Rys. 14. Rys. 15. Rys. 16. Rys. 17. Rys. 18. Rys. 19. Rys. 20. Rys. 21. Rys. 22.	połączenia RC Symbol impedancji Warburga [6] Wykres Nyquista impedancji Warburga Schemat obwodu Randlesa [10] Wykres impedancji obwodu zastępczego Randlesa [13] Symbol elementu stało-fazowego [6] Schemat mostka AC do pomiaru impedancji [10] Pomiar impedancji metodą krzywych Lissajous [10] Schemat wzmacniacza typu lock-in [12] Schemat analizatora odpowiedzi częstotliwościowej [11] Układ pomiarowy - rezystor odniesienia połączony szeregowo z badanym obiektem [2]	23 24 25 26 26 27 29 31 32 34
Rys. 13. Rys. 14. Rys. 15. Rys. 16. Rys. 17. Rys. 18. Rys. 19. Rys. 20. Rys. 21. Rys. 22.	połączenia RC Symbol impedancji Warburga [6] Wykres Nyquista impedancji Warburga Schemat obwodu Randlesa [10] Wykres impedancji obwodu zastępczego Randlesa [13] Symbol elementu stało-fazowego [6] Schemat mostka AC do pomiaru impedancji [10] Pomiar impedancji metodą krzywych Lissajous [10] Schemat wzmacniacza typu lock-in [12] Schemat analizatora odpowiedzi częstotliwościowej [11] Układ pomiarowy - rezystor odniesienia połączony szeregowo z badanym obiektem [2]	23 24 25 26 26 27 29 31 32 34 35 36
Rys. 13. Rys. 14. Rys. 15. Rys. 16. Rys. 17. Rys. 18. Rys. 19. Rys. 20. Rys. 21. Rys. 22. Rys. 22.	połączenia RC Symbol impedancji Warburga [6] Wykres Nyquista impedancji Warburga Schemat obwodu Randlesa [10] Wykres impedancji obwodu zastępczego Randlesa [13] Symbol elementu stało-fazowego [6] Schemat mostka AC do pomiaru impedancji [10] Pomiar impedancji metodą krzywych Lissajous [10] Schemat wzmacniacza typu lock-in [12] Schemat analizatora odpowiedzi częstotliwościowej [11] Układ pomiarowy - rezystor odniesienia połączony szeregowo z badanym obiektem [2] Układ do pomiaru impedancji [2]	23 24 25 26 26 27 29 31 32 34 35 36 37

Rys. 26.	Analiza FFT przy pobudzeniu sumą sinusoid. Po lewej – brak	
	optymalizacji, po prawej – optymalizacja faz; a) pobudzenie	
	napięciowe w dziedzinie czasu, b) pobudzenie napięciowe	
	w dziedzinie częstotliwości, c) płaszczyzna zespolona symulowanego)
	widma impedancyjnego z dodanym 5% szumem do odpowiedzi	
	prądowej [3]	41
Rys. 27.	Analiza FFT przy pobudzeniu sumą sinusoid. Po lewej – brak	
	optymalizacji, po prawej – optymalizacja amplitud; a) pobudzenie	
	napięciowe w dziedzinie czasu, b) pobudzenie napięciowe	
	w dziedzinie częstotliwości, c) odpowiedź prądowa w dziedzinie	
	częstotliwości z dodanym 10% szumem, d) płaszczyzna zespolona	
	symulowanego widma impedancyjnego z dodanym 10% szumem do	
	odpowiedzi prądowej [3]	42
Rys. 28.	Aplikacja - panel użytkownika	45
Rys. 29.	Aplikacja - diagram blokowy	47
Rys. 30.	Podprogram DAQmx Conf - konfiguracja kanałów i zegarów, warunek	(
	wyzwalania	48
Rys. 31.	Podprogram Gen & Acq DAQmx - kolejność uruchomienia zadań,	
	zakończenie zadań	49
Rys. 32.	Schemat elektryczny płytki testowej	52
Rys. 33.	Płytka testowa – mozaika ścieżek i rozkład elementów	53
Rys. 34.	Przesunięcie fazowe, wejście - wyjście, n=5	55
Rys. 35.	Schemat obwodu - rezystancja R1	56
Rys. 36.	Charakterystyka Nyquista rezystancji R1	57
Rys. 37.	Charakterystyka Bodego rezystancji R1	58
Rys. 38.	Schemat obwodu – rezystancja R3 = $100 \text{ k}\Omega$	59
Rys. 39.	Charakterystyka Nyquista rezystancji R3 = $100 \text{ k}\Omega$	59
Rys. 40.	Charakterystyka Bodego rezystancji R3 = $100 \text{ k}\Omega$	60
Rys. 41.	Schemat obwodu – szeregowe połączenie rezystancji R5 = $10 \text{ k}\Omega$	
	i pojemności C1 = 22 μ F	61
Rys. 42.	Charakterystyka Nyquista szeregowego obwodu RC	61
Rys. 43.	Charakterystyka Bodego szeregowego obwodu RC	62
Rys. 44.	Schemat zastępczy szeregowego obwodu RC	63

Rys. 45.	Porównanie charakterystyk Nuquista obwodu badanego RC oraz	
	schematu zastępczego	64
Rys. 46.	Schemat obwodu – równoległe połączenie rezystancji R8 = $10 \ \mathrm{k}\Omega$	
	i pojemności C2 = 22 μ F	64
Rys. 47.	Charakterystyka Nyquista równoległego obwodu RC	65
Rys. 48.	Charakterystyka Bodego równoległego obwodu RC	.66
Rys. 49.	Schemat zastępczy szeregowego połączenia rezystancji R	
	z równoległym dwójnikiem RC	67
Rys. 50.	Porównanie charakterystyk obwodu badanego R-RC oraz schematu	
	zastępczego	.68
Rys. 51.	Charakterystyka Nyquista rezystancji $1 \ k\Omega$.69
Rys. 52.	Charakterystyka Bodego rezystancji 1 k Ω	.70
Rys. 53.	Charakterystyka Nyquista rezystancji $100 \text{ k}\Omega$, ścieżka 2 i 3	
	– porównanie	.70
Rys. 54.	Charakterystyka Bodego rezystancji $100 \text{ k}\Omega$, ścieżka 2 i 3	
	– porównanie	71
Rys. 55.	Charakterystyka Nyquista pojemności 22 µF	.72
Rys. 56.	Charakterystyka Bodego pojemności 22 µF	72
Rys. 57.	Charakterystyka Nyquista pojemności 22 μF po usunięciu błędów	
	grubych	.73
Rys. 58.	Charakterystyka Nyquista pojemności 100 µF	74
Rys. 59.	Charakterystyka Bodego pojemności 100 µF	74
Rys. 60.	Porównanie charakterystyk Nyquista rezystancji R1 = $10 \ \mathrm{k\Omega}$ dla	
	dwóch kierunków zmiany częstotliwości sygnału pobudzającego	75
Rys. 61.	Porównanie charakterystyk Bodego rezystancji R $1=10~{ m k}\Omega$ dla	
	dwóch kierunków zmiany częstotliwości sygnału pobudzającego	76
Rys. 62.	Porównanie charakterystyk Nyquista ścieżki nr 5 dla dwóch	
	kierunków zmiany częstotliwości sygnału pobudzającego	.77
Rys. 63.	Porównanie charakterystyk Bodego ścieżki nr 5 dla dwóch	
	kierunków zmiany częstotliwości sygnału pobudzającego	.77
Rys. 64.	Porównanie charakterystyk Nyquista ścieżki nr 1 dla różnych	
	wartości liczby okresów sygnału wymuszającego	79

Rys. 65.	Porównanie charakterystyk Bodego ścieżki nr 1 dla różnych wartości	
	liczby okresów sygnału wymuszającego	79
Rys. 66.	Porównanie charakterystyk Nyquista ścieżki nr 1 dla różnych	
	wartości liczby okresów sygnału wymuszającego po usunięciu	
	pomiaru dla $n = 1$	80
Rys. 67.	Porównanie charakterystyk Bodego ścieżki nr 1 dla różnych wartości	
	liczby okresów sygnału wymuszającego po usunięciu pomiaru dla	
	n = 1	81
Rys. 68.	Porównanie charakterystyk Nyquista ścieżki nr 1 dla trzech oraz	
	pięciu okresów sygnału wymuszającego po kalibracji dla $n=3$	82
Rys. 69.	Porównanie charakterystyk Nyquista ścieżki nr 4 dla różnych wartości	İ
	liczby okresów sygnału wymuszającego	83
Rys. 70.	Porównanie charakterystyk Nyquista ścieżki nr 1 dla różnych	
	wartości liczby okresów sygnału wymuszającego po usunięciu	
	pomiaru dla $n = 1$	83
Rys. 71.	Porównanie charakterystyk Bodego ścieżki nr 4 dla różnych wartości	
	liczby okresów sygnału wymuszającego po usunięciu pomiaru dla	
	n = 1	84

Spis tabel

Tabela 4.1	Zależność pomiędzy wartościami współczynnika a i cechami	
	przyjmowanymi przez element stało-fazowy [1]	28
Tabela 5.1	Porównanie metod PSD i FRA [3]	37
Tabela 6.1	Specyfikacja karty PXI-6251	44
Tabela 7.1	Wykaz elementów płytki testowej	52

Zawartość płyty:

- praca dyplomowa magisterska w formacie .docx,
- praca dyplomowa magisterska w formacie .pdf,
- instrukcja laboratoryjna w formacie .pdf,
- program w formie plików .vi (LabView 2010),
- dane pomiarowe w formacie .txt,
- rysunki w formatach .png oraz .fig.