

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

Fakulta elektrotechnická

DIPLOMOVÁ PRÁCE

2020

Petr Kůrka

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

Fakulta elektrotechnická

Katedra měření



System pro měření Curieho teploty feromagnetických materiálů
System for Curie temperature measurement of magnetic materials

Diplomová práce

Studijní program: Kybernetika a robotika

Studijní obor: Kybernetika a robotika

Vedoucí práce: Ing. Vojtěch Petrucha, Ph.D.

Petr Kůrka
2020

Praha

Čestné prohlášení

Prohlašuji, že jsem předloženou práci vypracoval samostatně a že jsem uvedl veškeré použité informační zdroje v souladu s Metodickým pokynem o dodržování etických principů při přípravě vysokoškolských závěrečných prací. Dále prohlašuji, že nemám námitek proti půjčování nebo zveřejňování mé diplomové práce nebo její části se souhlasem katedry.

viz http://www.fel.cvut.cz/cz/rozvoj/MP_2009_01.pdf

Datum: 22. 5. 2020

.....

podpis diplomanta

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Kůrka** Jméno: **Petr** Osobní číslo: **457191**
Fakulta/ústav: **Fakulta elektrotechnická**
Zadávací katedra/ústav: **Katedra měření**
Studijní program: **Kybernetika a robotika**
Studijní obor: **Kybernetika a robotika**

II. ÚDAJE K DIPLOMOVÉ PRÁCI

Název diplomové práce:

Systém pro měření Curieho teploty magnetických materiálů

Název diplomové práce anglicky:

System for Curie temperature measurement of magnetic materials

Pokyny pro vypracování:

- Prostudujte možnosti měření Curieho teploty feromagnetických materiálů.
- Navrhněte systém, který bude vhodný pro vzorky amorfních a nanokrystalických materiálů ve formě tenké pásky.
- Zkonstruujte kompletní měřicí systém (hardware, firmware), včetně uživatelského software, který bude zajišťovat plně automatické měření Curieho teploty.
- Měřením vzorků se známou T_c otestujte výsledný systém.

Seznam doporučené literatury:

- [1] Steve Heath: Embedded Systems Design, Newnes 2003
- [2] Franklin, Powell, Emami-Naeini: Feedback Control of Dynamics Systems. Prentice Hall, USA
- [3] Jacob Fraden: Handbook of Modern Sensors, Springer 2004
- [4] Mark I. Montrose: EMC and the Printed Circuit Board: Design, Theory, and Layout Made Simple, IEEE 1999
- [5] Vít Záhlava: Návrh a konstrukce DPS, Ben 2010
- [6] K. Draxler, P. Kašpar, P. Ripka, Magnetické prvky a měření, vydavatelství ČVUT 2008
- [7] E. Petrovský and A. Kapička, On determination of the Curie point from thermomagnetic curves, Journal of Geophysical Research, Vol. 111, B12S27, doi:10.1029/2006JB004507

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) diplomové práce:

Ing. Vojtěch Petrucha, Ph.D., 13138

Jméno a pracoviště druhé(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) diplomové práce:

Datum zadání diplomové práce: **20.01.2020**

Termín odevzdání diplomové práce: **22.05.2020**

Platnost zadání diplomové práce:

do konce letního semestru 2020/2021

Ing. Vojtěch Petrucha, Ph.D.
podpis vedoucí(ho) práce

podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry

prof. Mgr. Petr Páta, Ph.D.
podpis děkana(ky)

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

Diplomant bere na vědomí, že je povinen vypracovat diplomovou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací. Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je třeba uvést v diplomové práci.

Datum převzetí zadání

Podpis studenta

Abstrakt

Tato diplomová práce se zabývá návrhem a konstrukcí systému pro měření Curieho teploty feromagnetických materiálů, využívaných v magnetických senzorech. Metodou pro určení Curieho teploty je sledování poklesu indukčnosti cívky s jádrem z feromagnetického materiálu vlivem teplotních změn, způsobených zahříváním a chlazením vzorku v testovací peci. Práce popisuje konstrukci všech částí systému a závěrečné testování.

Klíčová slova:

Curieho teplota, feromagnetické materiály, magnetické senzory, indukčnost

Abstract

The aim of this diploma thesis is to design and realize a system for determination of Curie temperature of various ferromagnetic materials, used in magnetic sensors. It uses method, where inductance of coil with core made of ferromagnetic material loses its inductance due to temperature changes caused by heating and cooling in a testing oven. The thesis describes construction of the system and final testing.

Key words:

Curie temperature, ferromagnetic materials, magnetic sensors, inductance

Poděkování

Chtěl bych zde poděkovat panu Ing. Vojtěchu Petruchovi, Ph.D. za jeho rady, vedení a velkou trpělivost v průběhu vzniku této práce. Dále bych chtěl poděkovat rodině a přátelům za podporu, kterou mi během celého studia věnovali.

OBSAH

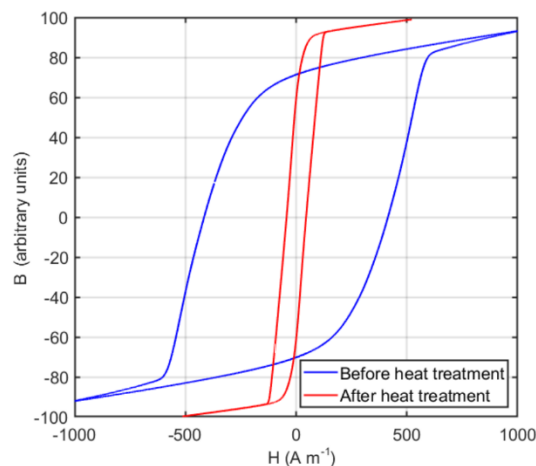
1	Úvod	1
2	Teoretický rozbor dané problematiky	3
2.1	Stručný popis systému	3
2.2	Feromagnetické materiály	4
2.2.1	Amorfní feromagnetické materiály	5
2.2.2	Nanokrystalické materiály.....	6
2.2.3	Toroidní vzorek s feromagnetickým jádrem	6
2.3	Curieho teplota TC	6
2.3.1	Měření TC	7
2.3.2	Silová metoda měření TC	7
2.3.3	Měření torzním magnetometrem	8
2.3.4	Měření poklesu indukčnosti.....	8
2.3.5	Termogravimetrická analýza TGA – DSC.....	9
2.4	Měření indukčnosti.....	10
2.4.1	Číslicové RLC měřiče	10
2.4.2	Můstky pro měření impedancí a admitancí	11
2.4.3	Relaxační oscilátor	12
2.4.4	Indukčnost zkoumaných vzorků	13
2.5	Frekvence a její měření.....	14
2.5.1	Přímé měření frekvence.....	15
2.5.2	Reciproční měření frekvence	16
2.6	Mikrokontroléry STM32.....	17
2.6.1	Asynchronní sériová komunikace	18
2.7	Identifikace systému.....	19
3	Realizace	21
3.1	Návrh systému pro měření	21
3.1.1	Blokový, funkční popis	21
3.2	Mechanika experimentu.....	22
3.2.1	Pec z měděných desek a keramického topení.....	23
3.2.2	Chlazení.....	24
3.2.3	Izolace	25
3.3	Návrh obvodu.....	27
3.3.1	Procesor	27
3.3.2	Převodník Indukčnost – frekvence	28

3.3.3	Obvod termočlánku	30
3.3.4	Galvanicky oddělená část.....	31
3.3.5	Komunikační rozhraní	32
3.3.6	Napájení.....	32
3.4	Deska plošných spojů a její usazení.....	33
3.5	Programování MCU	34
3.6	Aplikace pro PC.....	34
3.6.1	Popis aplikace	35
3.6.2	Výstupy	36
3.6.3	Komunikační protokol.....	37
4	Testování.....	39
4.1	Měření vzorku metglas 2714A	39
4.2	Měření vzorku Vitrokov	41
4.3	Měření silovou metodou	43
5	Závěr	45
6	Seznam literatury	47
6.1	Literatura	47
6.2	Online zdroje, katalogové listy.....	48
7	Přílohy.....	49
7.1	Kompletní schéma	49
7.2	Deska plošných spojů	50
7.3	Zdrojový diagram Labwiew	51
7.4	Fotografie kompletního systému	52
7.5	Obsah CD.....	53

1 ÚVOD

Měření Curieho teploty je po všech stránkách zajímavá úloha. Curieův bod neboli Curieho teplota je charakteristická pro feromagnetické materiály. Jedná se o bod v teplotní závislosti, kdy zkoumaný materiál ztrácí své magnetické vlastnosti a z feromagnetického materiálu se stává paramagnetický. Tento jev je ve většině případů vratný.

V laboratoři magnetických senzorů na ČVUT FEL se pracuje s velkou škálou senzorů a materiálů. Nedílnou součástí tvoří i fluxgate senzory, které využívají magnetická jádra z amorfních feromagnetických materiálů. Vlastnosti těchto senzorů jsou do velké míry spjaty s vlastnostmi feromagnetických jader. Konkrétně například šumové vlastnosti senzoru jsou přímo závislé na tvaru hysterezní BH smyčky a zpracování materiálu. U těchto materiálů se provádí cílené termomagnetické úpravy, jako je žíhání pod stresem nebo žíhání v magnetickém poli. Tyto úpravy mohou v některých případech zásadně zlepšit vlastnosti senzorů. Typicky se žíhání jádra provádí v blízkosti Curieho bodu materiálů, například 10°C pod T_C . Na obrázku níže vidíme BH charakteristiku permalloy materiálu před a po žíhání.



Obrázek 1 – BH smyčka materiálu před a po žíhání [5]

Dalším případem, kdy je vhodné znát T_C těchto materiálů, je využití senzorů v teplotně nepříznivých podmínkách. V hlubinných vrtech se často teploty pohybují v řádu stovek stupňů Celsia. Pokud by při takovém výzkumu pod zemí došlo k zahřátí senzoru s feromagnetickým jádrem až k T_C , senzor by přestal fungovat a výsledky měření by byly nepoužitelné. Některé z používaných materiálů nemají dostatečně obsáhlou dokumentaci, neboť pochází přímo z výzkumných laboratoří. V takovém případě je nutné materiál nejdříve otestovat, zdali je vhodný k dalšímu použití v konkrétním senzoru.

Způsobů, jak Curieho teplotu zjistit, je hned několik. Využívá se přístrojů pro termogravimetrickou analýzu, pro měření působení sil v magnetickém poli a dalších. Většina komerčně dostupných přístrojů je však velmi drahá a často špatně dostupná. Dosud byl v laboratoři magnetických senzorů používán ruční způsob měření na principu poklesu indukčnosti vlivem zahřívání materiálu. Obsluha ručně nastavovala teplotu v peci a zapisovala hodnoty indukčnosti z LCR metru. Celý proces byl velmi zdouhavý a získaná charakteristika měla pouze hrubé rozlišení. Z těchto důvodů bylo rozhodnuto o automatizaci tohoto měření a konstrukci systému, který by celé měření zajistil a data zaznamenal bez nutnosti obsluhy uživatelem.

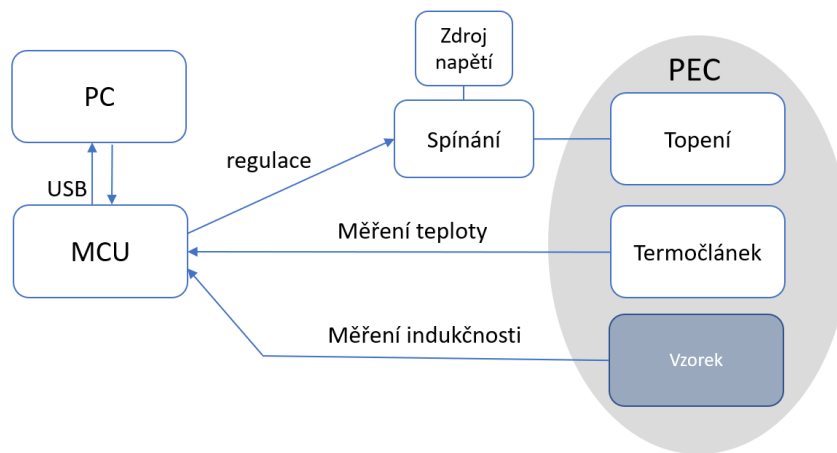
V této diplomové práci se zabývám metodou poklesu indukčnosti cívky, navinuté na testovaném feromagnetickém vzorku. Tento jev nastane při dostatečném zahřátí materiálu v testovací peci, obdobně jako při ručním měření. Tato metoda byla zvolena z důvodu lehké a levné implementace. Celé zařízení zůstane kompaktní a uživatelsky přívětivé. Celý proces je sledován a řízen mikroprocesorem STM32, osazeném na desce plošných spojů, a následně prezentován uživateli v PC aplikaci. Vzhledem k časové náročnosti experimentu je automatizace velice vítána.

2 TEORETICKÝ ROZBOR DANÉ PROBLEMATIKY

2.1 STRUČNÝ POPIS SYSTÉMU

Jak již bylo zmíněno v úvodu, zvolili jsme metodu měření poklesu indukčnosti cívky s jádrem ze zkoumaného feromagnetického materiálu. Celý vzorek (jádro + cívka) je vložen do pece kde následně probíhá ohřívání a chlazení. Po dobu měření jsou výstupní data systému zapisována do souboru v řídicím PC a současně v reálném čase zobrazena na panelu aplikace.

Celý systém je stručně popsán na následujícím obrázku. Jeho srdcem je mikrokontrolér STM32, který řídí tepelný zdroj v peci, měří teplotu v bezprostřední blízkosti vzorku, vyhodnocuje pokles indukčnosti cívky navinuté kolem jádra z daného materiálu a zaznamenaná data posílá do počítače k dalšímu zpracování. Z počítače jsou také řízeny parametry experimentu.



Obrázek 2 - ideové schéma, zjednodušeně

Ohřev pece je zajištěn keramickým topením s odporovým drátem. Napájení topení zajišťuje externí zdroj střídavého napětí a je spínáno optočlenem, který je řízen procesorem. Teplota v peci je měřena termočlánekem typu K. Data z tohoto senzoru jsou zpracována integrovaným obvodem a prostřednictvím SPI komunikace předávána procesoru. Samotný vzorek se, jak již bylo řečeno, skládá z feromagnetického materiálu umístěného v nevodivém kroužku, na který je namotán dostatečný počet závitů z izolovaného měděného drátu. Cívka je zapojena do relaxačního oscilátoru, na jehož výstupu je specifický obdélníkový signál s proměnnou frekvencí, kterou vyhodnocuje procesor. Veškerá data jsou prostřednictvím sériové komunikace posílána průběžně do PC, kde dochází k jejich ukládání a vyhodnocení.

2.2 FEROMAGNETICKÉ MATERIÁLY

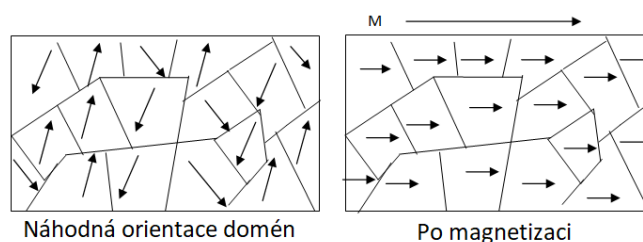
Magnetické materiály dělíme dle celkového magnetického momentu na diamagnetické, paramagnetické a feromagnetické. Tato část textu se věnuje výhradně feromagnetickým látkám a jejich vlastnostem při působení vnějšího magnetického pole, nebo teplotních změn, které jsou s těmito vlastnostmi také silně spjaty.

Feromagnetismus byl nejprve pozorován u prvků (*Fe, Co, Ni, Gd*), jejich slitin, některých dalších slitin neobsahujících feromagnetické prvky a u feritů. Vyskytuje se u krystalických i amorfních pevných látek. U feritů je magnetismus vázán na jejich krystalickou mřížku. Proto se ferity často řadí do samostatné zvláštní skupiny feromagnetických látek. Do paramagnetického stavu přechází feromagnetika po dosažení Curieho teploty T_C . Podle požadavků na vlastnosti pro technické použití byly feromagnetické materiály vyšlechtěny do dvou základních skupin – magneticky měkkých a tvrdých materiálů. Tvrdostí rozumíme schopnost uchovat si magnetizaci. Magneticky měkké materiály mají nízkou hodnotu koercivity ($H_C < 100 A/m$), vysokou permeabilitu, malou plochu hysterezní BH smyčky a vyžadují málo energie na přemagnetování. Z toho důvodu jsou využívány například při konstrukci transformátorových plechů nebo magnetických senzorů.



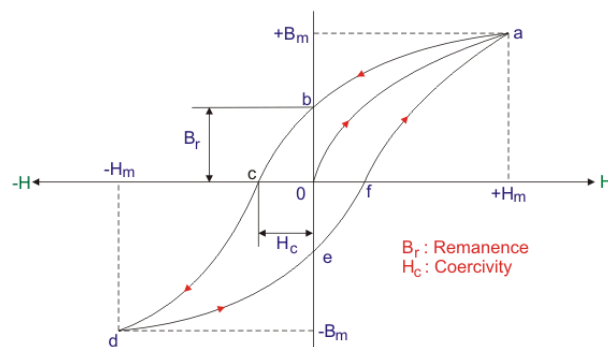
Obrázek 3 - feromagnetický materiál – železo [V]

Ve feromagnetických látkách je možno i slabým polem vyvolat silnou magnetizaci, která úplně nevymizí ani po úplném odstranění vnějšího pole. Permeabilita feromagnetik výrazně závisí na teplotě, intenzitě pole a magnetické historii. Feromagnetismus je způsoben uspořádáním magnetických momentů prostřednictvím tzv. výměnných sil. Sousední atomy uvnitř Weissovy domény mají souhlasný směr magnetických momentů. Uvnitř jedné domény je tedy látka při obvyklých teplotách ve stavu magnetického nasycení i bez působení vnějšího magnetického pole. Látka však navenek nemá žádný magnetický moment, neboť celý objem feromagnetika je rozdělen do množství domén, jejichž směry magnetizace nejsou v základním odmagnetovaném stavu uspořádány. Působením vnějšího magnetického pole dochází k rotaci magnetizace domén do souhlasného směru.



Obrázek 4 - Uspořádání domén feromagnetik[XI]

Při magnetování feromagnetických látek dochází působením vnějšího magnetického pole k vyvolání polarizace J . Při stejnosměrném magnetování se polarizace J , indukce B a intenzita pole H v čase nemění, nebo jsou změny tak pomalé, že další zpomalení nemá na měřené veličiny vliv. Při střídavém magnetování mají tyto veličiny střídavý periodický průběh bez stejnosměrné složky. V obou případech se využívá termín charakteristika magnetování, což je závislost $B = f(H)$, respektive $J = f(H)$. Parametry měřené při stejnosměrném magnetování lze považovat za materiálové konstanty, neboť závisí pouze na složení a zpracování feromagnetika. Při střídavém magnetování závisí parametry na rozměrech vzorků, mezerách mezi nimi atd. Statická hysterezní smyčka (BH smyčka) je pak křivka, vyjadřující závislost $B = f(H)$ při pomalých stejnosměrných změnách H . Tato křivka je v magnetických měřeních klíčovým parametrem při volbě materiálu pro jádro senzoru.



Obrázek 5 – Statická hysterezní BH smyčka [X]

2.2.1 Amorfni feromagnetické materiály

Amorfni magnetické materiály nemají krystalickou mřížku. Jejich hlavní výhodou je tedy absence magnetokrystalické anizotropie. Mají menší elektrickou vodivost než permalloye (krystalické slitiny železa s příměsí niklu), dodávají se v malých tloušťkách. Ztráty vířivými proudy jsou zde menší a tyto materiály mohou být použity pro kmitočty do cca 100kHz. Další výhodou je mechanická pevnost a odolnost vůči otěru a korozi. Komerčně se vyrábí rychlým ochlazením proudu taveniny na rotujícím masivním kovovém válci při rychlém chladnutí okolo $10^6 K/s$. Tak vzniká pásek o tloušťce do $30\mu m$.



Obrázek 6 - Feromagnetická amorfni páska METAGLAS 2714A

Žihání amorfních materiálů se provádí za podstatně nižších teplot než u permalloyů. Cílem žihání může být odstranění vnitřních pnutí z výroby, dosažení anizotropie, nebo zploštění BH smyčky pro další využití.

Amorfni látky lze rozdělit dle jejich složení do tří základních skupin, a to na bázi železa, na bázi kobaltu a materiály skupiny Ni-Fe. Liší se dle možností využití, např. jako transformátorové plechy, magnetické senzory a další.

2.2.2 Nanokrystalické materiály

Tyto nové látky obsahují izolované krystaly velmi malých rozměrů (jednotky nm) v matici z amorfni slitiny. Vyrábí se řízenou krystalizací z amorfne matečných slitin. Nanokrystalické materiály dosahují téměř vlastností nejlepších amorfni slitin kobaltové skupiny, avšak s použitím podstatně levnějších surovin při výrobě. V současnosti probíhá intenzivní výzkum těchto materiálů a očekává se jejich značně rozšíření.

2.2.3 Toroidní vzorek s feromagnetickým jádrem

V této diplomové práci se využívá feromagnetických materiálů v podobě tenkých pásek, které tvoří jádra toroidních cívek. Páska materiálu je umístěna v několika vrstvách ve vymešovacím kroužku, který zajišťuje její stálou pozici při manipulaci. Kroužek je z keramického nevodivého materiálu a skládá se ze dvou částí: vnitřní a vnější.



Obrázek 7 - feromagnetická páska ve vymešovacím kroužku



Obrázek 8 - vzorek po navinutí drátu[5]

Kolem takto připraveného vzorku je následně navinuta cívka z izolovaného měděného drátu. Vývody takto připraveného toroidu jsou vyvedeny z pece a na jejich koncích se při experimentu měří vlastní indukčnost.

2.3 CURIEHO TEPLOTA T_C

Podle obecné fyzikální definice Curieho teplota T_C je teplota, při které materiál přechází z feromagnetického do paramagnetického stavu. Dochází k poklesu spontánní magnetické polarizace J_s uvnitř domén materiálu, a to až na nulu. Dochází k narušení souhlasnosti dipólových momentů v materiálu [1]. Jev byl poprvé popsán francouzským fyzikem Pierrem Curie jako ztráta magnetizmu při kritické teplotě. Spolu s ochlazením materiálu jev opět odezní a je pro většinu materiálů opakovatelný.

Curieho teplota je zajímavá jak při analýze magnetických senzorů, tak i v různých dalších odvětvích vědy. Například paleomagnetismus se zabývá studiem magnetického pole archeologických materiálů, sedimentů a kamenů. Ve struktuře takových vzorků zůstávají již od jejich vzniku magnetické signatury. Krom historie pohybů tektonických desek se pomocí těchto signatur analyzují změny v magnetickém poli Země za poslední miliony let a spousty

dalších přírodních vlivů. Curieho teplota hraje zásadní roli při mechanismu termoremanentní magnetizace. Jedná se o jev, kdy horniny, sedimenty, staré cihly, kameny a další byly vlivem vnějšího působení ohřáty a prošly Curieho teplotou. V takovém kameni poté zůstaly zakonzervované informace o tehdejší magnetickém uspořádání materiálů a nepřímo tedy i o magnetickém poli Země a jeho orientaci. Nyní, i po mnoha letech, jsou tyto signatury stále detekovatelné díky moderním citlivým přístrojům. Tento princip je jen jedním z mnoha používaných při paleomagnetických procedurách.

2.3.1 Měření T_C

Při měření T_C je nutné vzít v potaz, že v reálném materiálu obvykle nenastává pokles polarizace J_s v celém objemu vzorku zároveň při stejné teplotě, a hodnotu J_s obvykle nelze určit přímým měřením. V praxi se tedy proměřuje teplotní závislost jiné veličiny v konkrétním experimentu. Testovaný materiál se opakovaně zahřívá a ochlazuje, čímž se získávají charakteristiky, potřebné pro vyhodnocení experimentu a stanovení Curieho teploty daného materiálu. Typické je měření teplotní závislosti susceptibility. Magnetická susceptibilita χ_m popisuje chování materiálu ve vnějším magnetickém poli. Podle χ_m se materiály dělí na:

- | | |
|--------------------|--------------------|
| 1. diamagnetické: | $-1 < \chi_m < 0$ |
| 2. paramagnetické: | $0 < \chi_m \ll 1$ |
| 3. feromagnetické: | $\chi_m \gg 1$ |

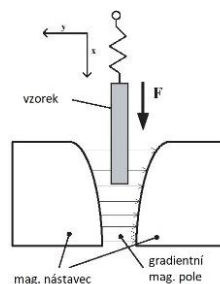
2.3.2 Silová metoda měření T_C

Tento způsob je založen na tzv. neintegrované diferenciální rovnici pro sílu působící na bodové těleso v nehomogenním magnetickém poli H . Směr působení síly souhlasí se směrem pohybu vzorku. Můžeme-li považovat intenzitu i gradient dH/dx v objemu vzorku za konstantní, platí [2]

$$F_x = \mu_0 \chi H \frac{dH}{dx} V = J \frac{dH}{dx} V,$$

kde χ je magnetická susceptibilita $[-]$, V objem vzorku $[m^3]$, J magnetická polarizace $[T]$, H intenzita magnetického pole uvnitř vzorku $[A/m]$. Při konstantním H je síla působící na vzorek úměrná jeho susceptibilitě. Při ohřívání vzorku tedy susceptibilita klesne a z její teplotní závislosti lze poté určit Curieho teplotu.

Na vzorek materiálu v pícce působí síla magnetického nástavce ve směru x . Vzorek je pevně spojen s vahadlem, které působí silou opačného směru oproti nástavci. Vahadlo může být uzpůsobené pouze pro volnost pohybu ve směru x a z jeho lineárního posunu lze pak vyhodnotit a zaznamenat teplotní závislost. Další možností je použití vahadla, vyvíjejícího specifickou sílu ve směru $-x$, která kompenzuje sílu nástavce (realizováno elektromagnetem). Následně se vyhodnocuje změna výslednice těchto sil.

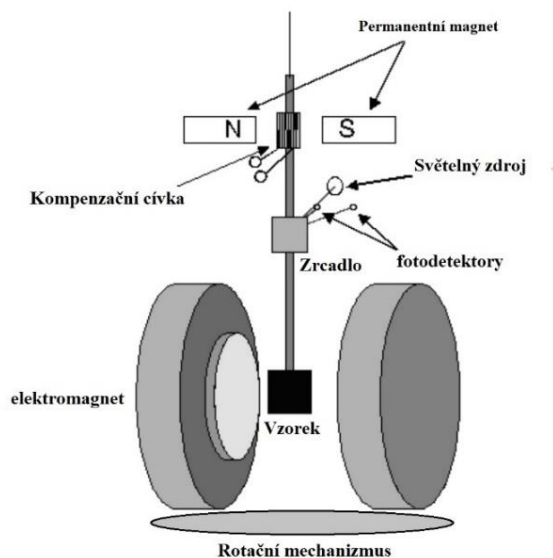


Obrázek 9 – Zjednodušené zařízení pro měření T_C silovou metodou [4]

Tato metoda byla v rámci testování využita pro porovnání výsledků vzhledem k systému z této práce. Podrobněji je zdokumentováno v Kapitole 4 - testování. Bylo použito zařízení, vyvinuté před lety pro laboratoř magnetických senzorů na ČVUT FEL.

2.3.3 Měření torzním magnetometrem

Touto metodou se obvykle měří anizotropie všech druhů magnetických materiálů, lze ji však využít pro měření susceptibility.



Obrázek 10 - Torzní magnetometr s optickou detekcí (přeloženo z [IX])

Tento přístroj měří torzní sílu působící na měřený vzorek, zavěšený na vlákně v magnetickém poli, a snaží se natočit osu magnetizace vzorku do směru působícího magnetického pole. Využívá se zde momentové kompenzace. Magnetické pole je vytvářeno otočným elektromagnetem umístěným kolem vzorku. Vyhodnocuje se pak otáčení vzorku vzhledem k otáčení elektromagnetu.

2.3.4 Měření poklesu indukčnosti

Tento princip využívá zkoumaný feromagnetický materiál jako jádro cívky, u níž se měří indukčnost v závislosti na teplotě vzorku. S poklesem susceptibility vzorku klesá indukčnost cívky a z teplotní závislosti lze určit Curieho teplotu.

V praxi se na zkoumaný magnetický materiál navine několik závitů (dle rozsahu měření indukčnosti) izolovaného měděného drátu, čímž se vytvoří cívka s feromagnetickým jádrem a měřitelnou indukčností (řádově $10 - 100 \mu H$). Při zahřívání feromagnetického jádra ze zkoumaného materiálu pak dochází k poklesu indukčnosti. Následně se materiál opět ochladí a indukčnost vzroste. Tento proces je vhodné několikrát opakovat. Při rychlém měření může docházet k hysterezi kvůli zpoždění teploměru (gradientu teploty uvnitř pece). Z výsledné zaznamenané charakteristiky lze potom určit Curieho teplotu daného materiálu.

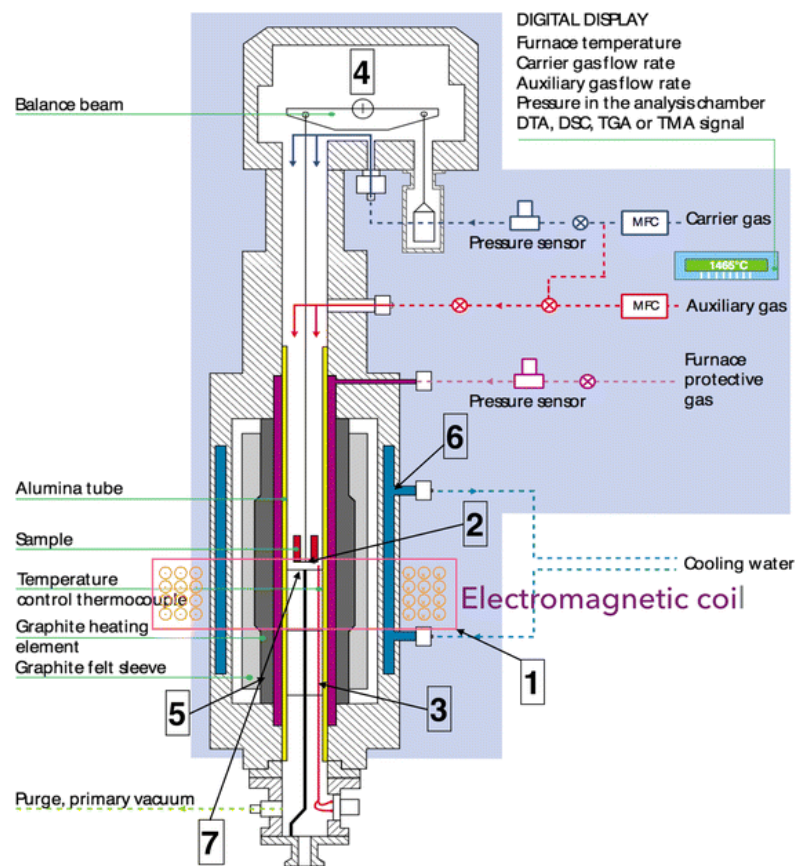
Při této metodě je třeba zajistit prostředí, v němž je teplota ve všech místech stejná a lze ji dle potřeby regulovat. Pec navržená pro účely této diplomové práce tyto podmínky splňuje. Skládá se z měděných plátů, obklopených izolačním materiálem a regulace teploty je zajištěna keramickým topením s odporovým drátem. Topení je spínáno obvody řízenými z MCU.

Měření indukčnosti při tomto způsobu je zajištěno převodníkem L-f s operačním zesilovačem. Frekvence je pak vyhodnocována a přepočtena na indukčnost v řídicím MCU.

2.3.5 Termogravimetrická analýza TGA – DSC

Termogravimetrická analýza, zkráceně TGA, se zabývá změnami hmotností materiálů vlivem působení změn teploty [3]. Mezi primární využití TGA patří pozorování změn složení testovaných vzorků, jejich teplotní stabilita, nebo sledování kinetických parametrů pro chemické reakce daných vzorků. Curieho bod se v zařízeních pro TGA spíše využívá při teplotní kalibraci u známého materiálu, v jisté konfiguraci by však takové zařízení šlo použít i pro zjištění Curieho bodu.

Vzorek podléhající analýze se umístí na vyhřívanou podložku nebo zavěsí na závěs do pece. Přímo na této podložce se měří úbytek hmotnosti. Pod nebo nad podložku se nezávisle umístí magnet, který na vzorek působí přitažlivou nebo odpudivou silou, která se projeví na síle, kterou působí vzorek na podložku, v závislosti na polarizaci magnetu buď jako zvýšení nebo snížení hmotnosti vzorku na výstupu experimentu. Při nárůstu teploty vzorku až na Curieho bod přestane mít síla magnetu vliv na vzorek a projeví se jako změna hmotnosti vzorku na podložce. Tímto procesem se běžně provádí teplotní kalibrace zařízení pro TGA, dal by se ale využít i pro určení Curieho bodu neznámého materiálu.



Obrázek 11 - Schéma zařízení Setys DSC-TGA [3]

Při DSC se na testovaný vzorek v peci cíleně působí střídavým a stejnosměrným magnetickým polem po celou dobu ohřívání. DSC scanner měří intenzitu magnetického pole a při T_C Dochází k ztelné změně této intenzity.

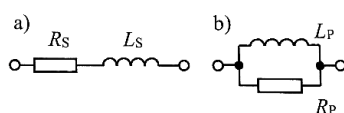
2.4 MĚŘENÍ INDUKČNOSTI

Uvažujeme-li uzavřený elektrický obvod, kterým protéká proud I , pak magnetická indukce B v okolí vodiče je přímo úměrná I . Pokud toto platí, pak i magnetický indukční tok Φ je přímo úměrný I . Pro Φ platí vzorec

$$\Phi = LI,$$

kde konstantu úměrnosti nazýváme vlastní indukčnost vodiče L . Indukčnost vodiče závisí na velikosti a tvaru vodiče a v materiálovém prostředí i na magnetických vlastnostech prostředí. Ve feromagnetických prostředích (jádro cívky z feromagnetického materiálu) závisí indukčnost i na proudu protékajícím vodičem a není tedy konstantní. [6]

V případě cívek zapojených v obvodech se využívá náhradních schémat s indukčností a ztrátovým odporem. Takto definované schéma popisuje vlastnosti reálného prvku jako obvodu se soustředěnými parametry pro danou frekvenci nebo frekvenční pásmo.



Obrázek 12 - Náhradní schéma cívky

Většinou se pro cívku používá sériové náhradní schéma. Ztrátový odpor R_S zde reprezentuje odpor vinutí a ztráty ve feromagnetiku. Kvalitu cívky určuje činitel jakosti, pro sériové náhradní schéma definován jako

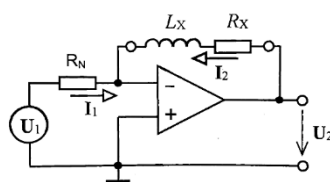
$$Q = \frac{X_S}{R_S} = \frac{\omega L_S}{R_S}.$$

V některých případech, například u tlumivek s feromagnetickým jádrem, v náhradním schématu transformátoru apod., se využívá paralelní schéma. Zde platí

$$Q = \frac{R_P}{X_P} = \frac{R_P}{\omega L_P}.$$

2.4.1 Číslicové RLC měřiče

Základní princip většiny RLC měřičů [7] je převod impedance, popřípadě admittance u kondenzátorů, na fázor napětí. Nejjednodušší zapojení takového převodníku s operačním zesilovačem je znázorněno na následujícím obrázku.



Obrázek 13 -Převodník Z-U

Za předpokladu ideálního operačního zesilovače zde platí

$$\frac{U_1}{R_N} = -\frac{U_2}{Z_x}.$$

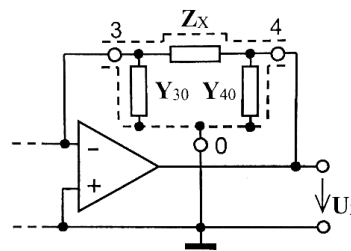
Dále poté pokud $Re(U_2)$ je ve fázi s napětím U_1 a $Im(U_2)$ je kolmá k napětí U_1 , tak po dosazení za Z_x získáme vzorec pro výpočet indukčnosti L_x .

$$Z_x = R_x + j\omega L = -\frac{R_N}{U_1} Re(U_2) - \frac{R_N}{U_1} j \cdot Im(U_2),$$

$$R_x = -\frac{R_N}{U_1} Re(U_2) \quad L_x = -\frac{R_N}{\omega U_1} Im(U_2)$$

Reálná a imaginární složka U_2 se měří vektorvoltmetrem, napětí U_1 je přivedeno na referenční vstup.

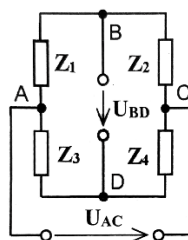
Je možné použít i třísvorkové zapojení měřené impedance, protože parazitní kapacity vůči stínění neovlivní výsledek měření. Třísvorkové zapojení je znázorněno na následujícím obrázku. Kromě měřené impedance Z_x jsou zde přítomny i parazitní admitance Y_{30}, Y_{40} , které nahrazují připojení koaxiálních kabelů k objektu měřeného RLC metrem. Admitance Y_{30} je připojena mezi invertující a neinvertující vstup OZ. Napětí mezi těmito body je v ideálním případě nulové a tato parazitní admitance tedy neovlivní výsledek měření. Admitance Y_{40} je připojena paralelně k výstupu OZ, který se chová jako zdroj napětí. Neovlivní tedy ani velikost ani fázi výstupního napětí U_2 .



Obrázek 14 - Náhradní schéma stínění měřené cívky

2.4.2 Můstky pro měření impedancí a admitancí

Obecný Wheatstoneův můstek pro napájení střídavým proudem je znázorněn na následujícím obrázku.



Obrázek 15 - Střídavý Wheatstoneův můstek

Pro podmínku rovnováhy zde platí vztahy

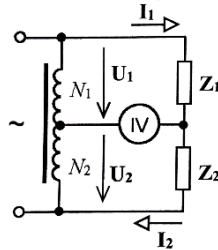
$$Z_1 Z_4 = Z_2 Z_3,$$

$$Re[Z_1 Z_4] = Re[Z_2 Z_3] \quad Im[Z_1 Z_4] = Im[Z_2 Z_3].$$

Pro vyvážení můsteků musí být splněny obě podmínky rovnováhy, z čehož vyplývá, že střídavé můstky musí být vyvažovány dvěma prvky. Vzhledem k problémům se stíněním a nízkou dosažitelnou přesností se tyto můstky Wheatstoneova typu již příliš nepoužívají, ale stále

se používají jako rozvážené pro měření neelektrických veličin kapacitními a indukčnostními senzory.

V transformátorovém můstku se využívá princip zapojení Wheatstoneova střídavého můstku. Impedance Z_3, Z_4 jsou zde nahrazeny autotransfornátorem neboli indukčním děličem [7].



Obrázek 16 - Princip transformátorového můstku

Indikátorem vyvážení IV neprotéká žádný proud, pokud platí

$$I_{IV} = 0 \rightarrow I_1 = I_2$$

$$\frac{U_1}{Z_1} = \frac{U_2}{Z_2} \rightarrow \frac{Z_1}{Z_2} = \frac{U_1}{U_2} = \frac{N_1}{N_2}$$

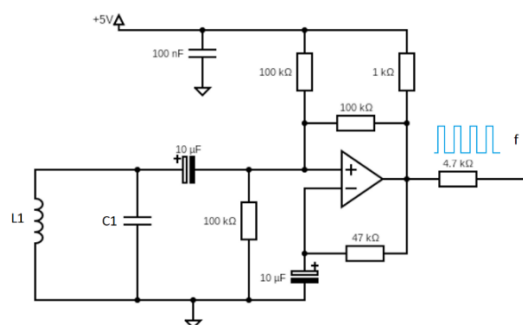
Poměr U_1/U_2 je určen s vysokou přesností dle provedení použitého indukčního děliče poměrem závitů N_1/N_2 . Výstupní impedance děliče je zanedbána vůči impedancím Z_1, Z_2 .

Skutečné zapojení však ještě musí vyvažovat obě složky měřené impedance, čehož se docílí přidáním diferenčního transformátoru a použitím pokročilého indukčního děliče, který může nezávisle vyvažovat obě složky admittance na vinutích N_1 a N_2 . Taková konfigurace je však již velmi sofistikovaná a náročná na kontinuální měření, které v peci vyžadujeme.

2.4.3 Relaxační oscilátor

Všechny dříve uvedené metody měření indukčnosti jsou náročné na realizaci a vyžadují použití pokročilých měřících přístrojů. Vzhledem k požadavku na kompaktnost a kontinuální měření byla zvolena metoda využívající relaxační oscilátor, ve kterém je připojena měřená indukčnost.

Relaxační oscilátor je nelineární obvod, který vytváří nesinusový opakující se signál, v našem případě obdélníkový. Obvod je spínán komparátorem s kladnou zpětnou vazbou. Výstup komparátoru nabíjí kondenzátor na invertujícím vstupu. Ten v měřené části vyvolává přechodový proud, který obvod vybudí na rezonanční frekvenci obvodu. Přesné zapojení obvodu je popsáno v realizační části práce (kapitola 3.3.2).



Obrázek 17 - Relaxační oscilátor

Frekvence výstupního signálu závisí na časových konstantách kondenzátoru a cívky na vstupu. Z výstupní frekvence lze zpětně určit hodnota neznámé indukčnosti nebo kapacity. Frekvence je dána vztahem

$$f = \frac{1}{2\pi\sqrt{L \cdot C}}$$

kde C je známá kapacita součástky v obvodu a L je indukčnost měřené cívky.

2.4.4 Indukčnost zkoumaných vzorků

Jak již bylo řečeno v předešlé kapitole, zkoumanými vzorky jsou toroidní cívky s jádrem z feromagnetických materiálů. Klíčová vlastnost z hlediska měření T_C je vlastní indukčnost takové cívky. Tu lze odvodit následujícím způsobem

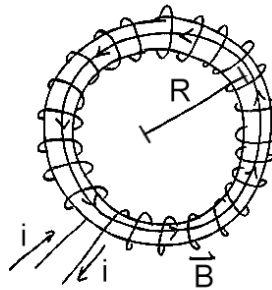
$$\Phi_B = BA$$

$$B = \frac{\mu Ni}{2\pi R}$$

$$L = N \left(\frac{\Phi_B}{i} \right)$$

$$L = N \left(\frac{BA}{i} \right) = N \left(\frac{\mu NiA}{2\pi Ri} \right) = \frac{N^2 \mu A}{2\pi R},$$

kde N je počet závitů cívky, μ je permeabilita prostředí, A je průřez jádrem a R je střední poloměr jádra. Parametry jsou blíže znázorněny na následujícím obrázku.



Obrázek 18 – Toroidní cívka

Pro první testovaný vzorek Metglas 2714A byly identifikovány potřebné parametry a jeho indukčnost následně vypočtena dle získaného vzorce. Je nutno dodat, že permeabilita feromagnetické pásky závisí na teplotě a na frekvenci proudu protékajícího cívku. Pohybuje se v rozmezí 80 000 v klidu, až po 1 000 000 po žíhání.

$$N = 83,$$

$$R = 24 \cdot 10^{-3} m,$$

$$A = 17 \cdot 10^{-6} m \cdot 2.5 \cdot 10^{-3} m \cdot 4 = 1.7 \cdot 10^{-7} m^2,$$

$$\mu = \mu_0 \cdot \mu_{fer} = 1.257 \cdot 10^{-6} Hm^{-1} \cdot 80\,000 = 0.10056 Hm^{-1},$$

$$L = \frac{N^2 \mu A}{2\pi R} = \left[\frac{83^2 \cdot 0.10056 \cdot 1.7 \cdot 10^{-7}}{2\pi \cdot 24 \cdot 10^{-3}} \right] \doteq 78.1 \mu H$$

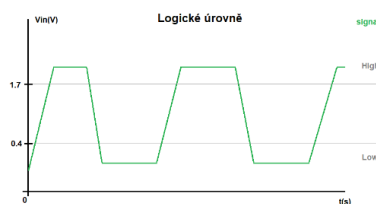
Tato hodnota byla porovnána s indukčností vzorku při měření v laboratoři. Zde se zjistilo, že indukčnost vzorku je ovlivněna působením magnetického pole země a v závislosti na poloze a orientaci se mění. Řádově je však odhad indukčnosti správný. Na výsledek měření T_C tato skutečnost nemá vliv, neboť nezkoumáme absolutní hodnotu indukčnosti, ale míru jejího poklesu.

2.5 FREKVENCE A JEJÍ MĚŘENÍ

Fyzikální veličina frekvence popisuje, jak často se opakuje jistý periodický děj. V případě elektrického napětí nebo proudu se určuje počet kmitů za sekundu. Občas se setkáváme s označením kmitočet. Jednotkou je Hertz (Hz).

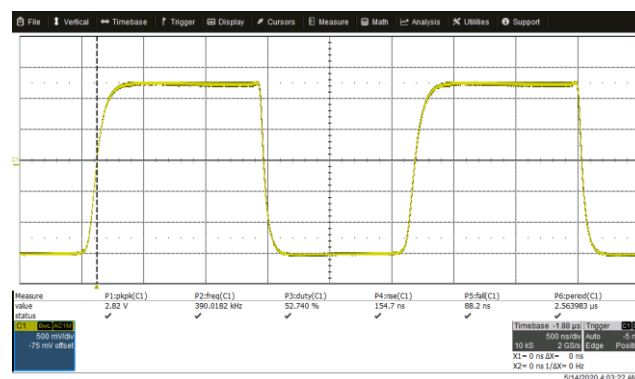
V oblasti analýzy digitálních signálů se často setkáváme s analýzou dle výskytu náběžných hran. Rozlišujeme vzestupnou (rising edge) hranu, která odpovídá přechodu hodnoty signálu z nízké, do vysoké logické úrovně a sestupnou (falling edge) hranu, která odpovídá přechodu z vysoké do nízké logické úrovně. Mezi vysokou a nízkou úrovní existuje pásmo neurčitosti. Všechny tyto úrovně jsou definovány dle specifik signálu, o který se v konkrétním případě jedná. Například na vstupním digitálním pinu procesoru STM32F446RE [11], který je využit v této diplomové práci, se logické úrovně udávají jako:

- Low : $V_{in} < 0.4V$,
- High: $V_{in} > 1.7V$.



Obrázek 19 - Logické úrovně digitálních signálů

Při měření frekvence se poté využívá funkce detekce hran na konkrétních pinech. V závislosti na povaze zkoumaného signálu lze zvolit detekce náběžných nebo sestupných hran. Signál, u něhož zkoumám frekvenci v této práci, má obdélníkový charakter se střídou přibližně 0.5. Jedná se o výstup z operačním zesilovačem, šum zde tedy nehraje zásadní roli. Doba náběžných hran signálu byla určena pomocí digitálního osciloskopu Wavesurfer 3014z jako 154.7 ns u náběžné hrany a 88.2 ns u hrany sestupné. Doba trvání hran se při konstantní frekvenci na výstupu neměnila.

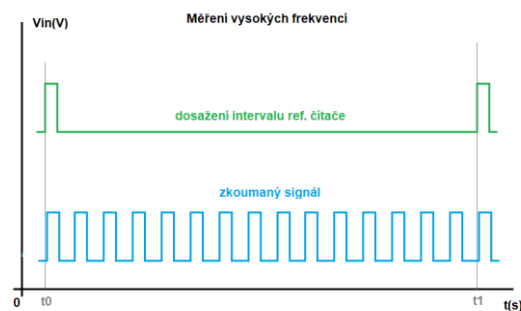


Obrázek 20 - Analýza výstupního signálu L-f převodníku

V tom případě lze využít obou hran. Já jsem se omezil na náběžnou hranu. Mezi každou náběžnou hranou uplyne čas, odpovídající periodě signálu. Metod pro vypočtení frekvence je poté více. Důležité je v každém případě mít referenční zdroj času. V mikroprocesorech se využívá čítač naladěný na přesnou frekvenci, který se dá následně použít jako reference. V tomto konkrétním případě se jedná o čítač TIMER1 na sběrnici APB2, naladěný na 82.9 MHz . Tato frekvence je odvozena od základní frekvence přesného krystalového oscilátoru pro synchronizaci času v procesoru. Tento krystal rezonuje na frekvenci 14.7456 MHz . Periferie sběrnice APB2 lze provozovat na frekvenci až 180 MHz , to je však pro tento způsob měření frekvence zbytečné a zvýší spotřebu procesoru. Tím pádem by mohlo dojít i k nežádoucímu zahřívání.

2.5.1 Přímé měření frekvence

První metoda je vhodná pro signály o vyšších frekvencích, řádově od kHz. Nejprve se zvolí časový interval v závislosti na frekvenci referenčního čítače. Po dobu tohoto intervalu se počítá počet hran zkoumaného signálu. Po uplynutí intervalu čítače se počet hran vydělí dobou intervalu a tím se určí frekvence zkoumaného signálu.



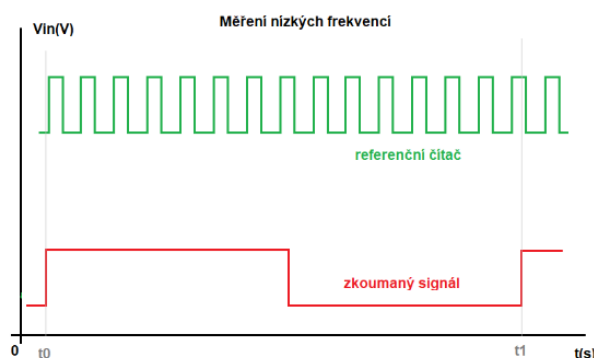
Obrázek 21 - Měření vysokých frekvencí

Tato metoda je využita při výpočtu frekvence v této DP. Referenční čítač vyhodnocuje každou jednu sekundu počet náběžných hran. Ten tak přímo odpovídá frekvenci zkoumaného signálu. V případě, že se frekvence signálu v průběhu intervalu mění, neexistuje způsob, jakým tento jev zaznamenat. Výsledná vypočtená frekvence odpovídá průměru v období daného intervalu. Rozlišení této metody závisí na délce použitého intervalu. V tomto konkrétním případě při použití 1 s intervalu je rozlišení 1 Hz .

Frekvence, které se při měření vyskytují se pohybují v rozmezí od 200 kHz do 500 kHz . V tomto řádu je rozlišení 1 Hz více než dostatečné. Při přepočtu na indukčnost zjistíme, že 1 Hz odpovídá cca. 1 nH . Při projevu Curieho bodu u námi zkoumaných materiálů dochází k poklesu o desítky μH , tato metoda je tedy i pro tento typ experimentu vhodná.

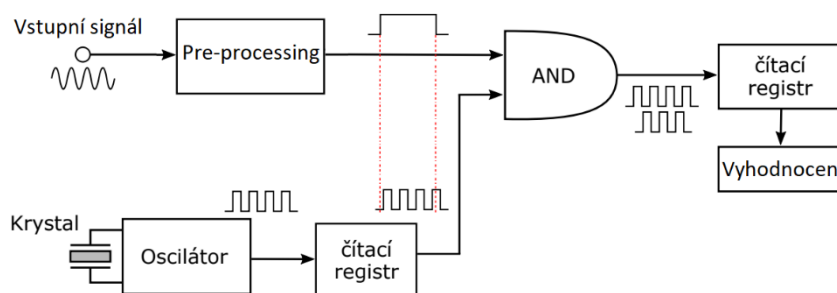
2.5.2 Reciproční měření frekvence

Druhá metoda je vhodná pro měření nízkých frekvencí zkoumaného signálu, nebo při vysoké frekvenci referenčního čítače. Vychází se z toho, že frekvence referenčního čítače je řádově vyšší než frekvence zkoumaného signálu. Postupuje se opačným způsobem než v předchozím případě. Počítáme náběžné hrany referenčního čítače mezi náběžnými hranami zkoumaného signálu, dle obrázku 22.



Obrázek 22 - Měření nízkých frekvencí

Během každé periody tak lze určit frekvenci signálu. Pro tento výpočet je nutné znát přesnou frekvenci referenčního čítače a následně provést převod na frekvenci. Rozlišení v tomto případě záleží na frekvenci referenčního čítače ale i na frekvenci zkoumaného signálu. Data z tohoto typu měření jsou vhodná pro další statistické zpracování, neboť odpovídají jednotlivým periodám a v případě proměnlivého signálu budou výsledky různorodé. Pro zvýšení přesnosti lze provést měření více period a výsledek následně zprůměrovat. Celé měření je zjednodušeno na následujícím schématu.



Obrázek 23 - Reciproční měření zjednodušeně

Tuto metodu jsem zkoušel implementovat i v rámci této DP. Vzhledem k vysoké frekvenci zkoumaného signálu, řádově stovky kHz, se ale neukázala jako vhodná. I při použití rychlého čítače jsem nedosáhl dostatečné přesnosti. Při maximální frekvenci referenčního čítače 180MHz a frekvenci zkoumaného signálu 300 kHz se zachytilo pouze 600 náběžných hran. Při chybě jedné hrany by výsledná dopočtená frekvence byla zatížena chybou 500.8 Hz, což není pro účely této DP vhodné.

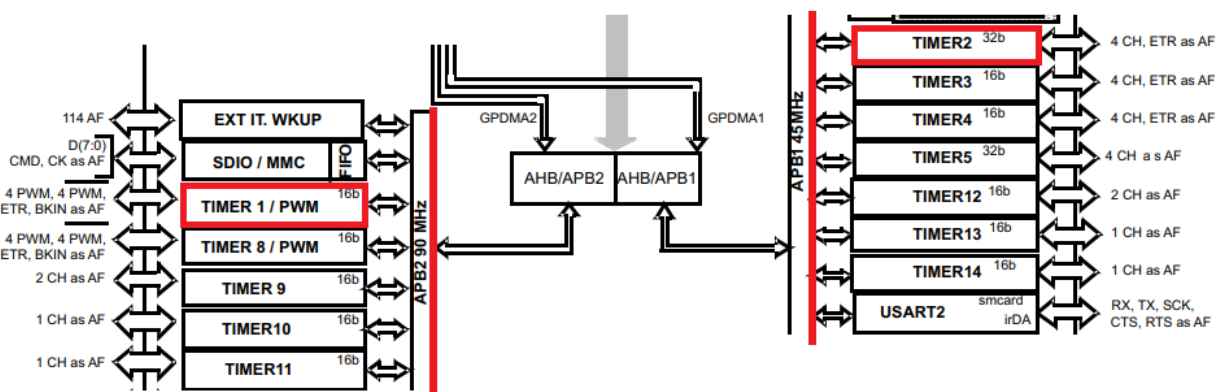
$$\Delta f = \frac{180\text{MHz}}{599} - \frac{180\text{MHz}}{600} \doteq 500.83 \text{ Hz.}$$

Řešením by bylo provést měření přes více period signálu v závislosti na prvním odhadu vstupní frekvence, což by bylo náročnější na implementaci. Doba samotného měření frekvence by se lišila v závislosti na frekvenci vstupního signálu, což by mohlo mít vliv na plynulost celého experimentu.

Touto metodou jsem se zabýval kvůli možnosti využití pro statistická zpracování dat z dalších pokusů s magnetometry a jejich měřením dle přání vedoucího práce. Z těch ale v závěru semestru sešlo a tato metoda tedy zůstala nevyužita.

2.6 MIKROKONTROLÉRY STM32

V rámci této diplomové práce bylo nutné využít k řízení celého systému mikroprocesorovou jednotku, která by dohlížela nad experimentem, prováděla potřebná měření, sběr dat ze senzorů, a komunikovala s nadřazeným PC. Pro tyto účely byl vybrán 32bitový mikrokontrolér STM32 s jádrem ARM Cortex M4. Procesor STM32F446RE nabízí vysoký takt až do 90 nebo 180 MHz na perifériích advanced čítačů na sběrnicích APB1 a APB2. Tato funkcionalita byla vyžadována v rámci využití pro reciproční měření frekvence v dalších experimentech a bádání. Čítače zde však plní roli hodin pro udržení sekundových intervalů mezi měřeními a následnou datovou komunikací s PC. Další využitou funkcí byl generátor PWM na kanále Timer 1. Tato PWM o frekvenci 1 Hz slouží pro spínání výkonové části obvodu s topením.



Obrázek 24 - Timery na APB sběrnicích [II]

Tento mikroprocesor disponuje 512 kB Flash paměti a 128 kB SRAM. Tyto hodnoty jsou pro využití při této diplomové práci více než dostačující. Dále procesor disponuje až dvaceti rozhraními pro komunikaci prostřednictvím SPI, I2C nebo UARTu. SPI zde bylo využito pro sběr dat z obvodu termočláunku. Procesorem byla data následně dále zpracovávána. Pro komunikaci s aplikací v nadřazeném PC bylo využito periferie UART a převodníku na rozhraní USB.

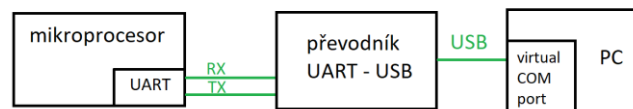
2.6.1 Asynchronní sériová komunikace

Při asynchronní komunikaci se data mezi vysílačem (TX) a přijímačem (RX) vysílají nezávisle na sobě. Klíčové je správné nastavení parametrů přenosu. V této práci se využívá při UART komunikaci následujících parametrů.

Tabulka 1 - Nastavení UART komunikace

Baud rate	9600
Start bits	1
Stop bits	1
Parity	none

Tento druh komunikace dříve běžně probíhal prostřednictvím sériového COM portu počítače. V dnešní době již však počítače nedisponují konektory pro sériovou komunikaci, a proto se hojně využívá převodníků UART-USB. Jedná se o zařízení nebo obvod, který zprostředkovává sériovou datovou komunikaci mezi procesorem a počítačem prostřednictvím rozhraní USB. Jeho funkci lze nejlépe demonstrovat na následujícím obrázku.



Obrázek 25 - Převodník UART-USB

V případě této práce je využit integrovaný obvod FTDI FT230x, který navíc umožňuje distribuci napájecího signálu z USB a podporuje indikaci probíhající komunikace, připojením dvojice LED diod.

2.7 IDENTIFIKACE SYSTÉMU

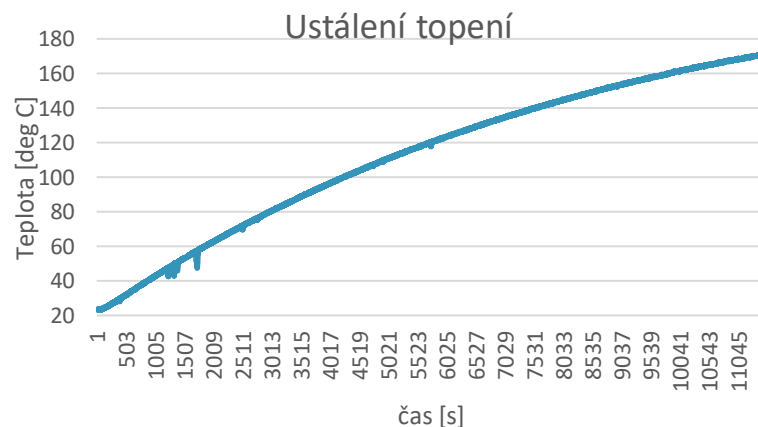
Prvotním plánem bylo identifikovat systém, namodelovat jej a posléze stanovit parametry diskrétního PID regulátoru. K identifikaci systému byla zvolena metoda, při které se zkoumá odezva systému na jednotkový skok. Předpokladem je, že topení v peci se chová jako systém prvního řádu s přenosem

$$F(s) = \frac{k}{Ts + 1}$$

Kde k je zesílení systému a T je časová konstanta. Pro ty platí:

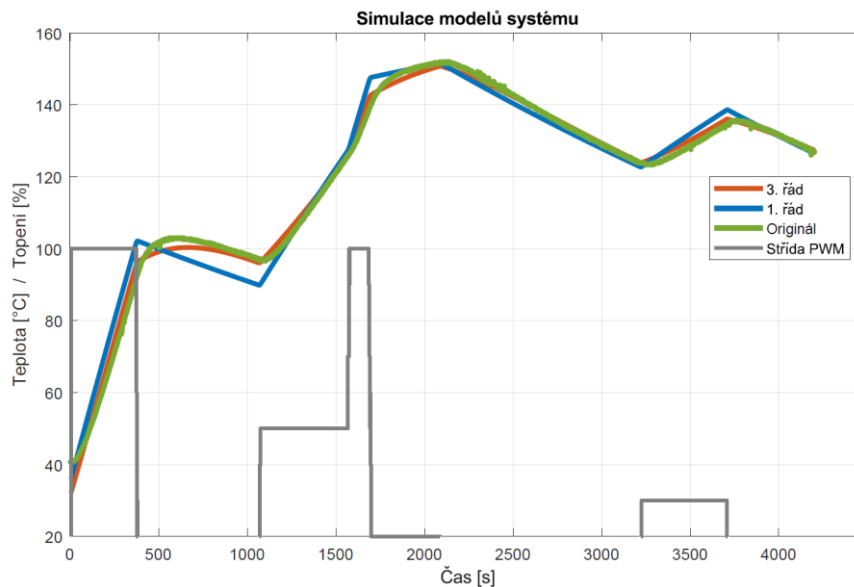
$$k = \frac{y(\infty)}{u(\infty)}, \quad T = (y(\infty) - y(0)) \cdot 63\%.$$

Na vstup systému byl přiveden jednotkový skok odpovídající čtvrtině výkonu topení. Vstup je zde řízen PWM regulátorem, kde vstupní parametr je střída signálu. V tomto konkrétním případě bylo tedy topení spínáno signálem o frekvenci 1 Hz a střídě 25%. Problém je v tom, že ustálení celého systému nastává za velmi dlouhou dobu, neboť pec je dobře izolovaná pěnovým sklem a než se teplota ustálí, uplyne velmi dlouhý čas. Při laboratorním měření se teplota neustálila ani po třech hodinách od zahájení topení. Z toho důvodu z této metody identifikace systému sešlo. Přikládám graf výstupní charakteristiky při topení 25% výkonem. Z této charakteristiky lze pozorovat, že ustálení by nastalo až za velmi dlouhou dobu.



Obrázek 26 - Graf ustálení teploty

Jako alternativní metodou pro identifikaci systému byl zvolen System identification toolbox pro Matlab [VIII]. Jedná se o nástroj, který z dat diskrétního vstupu a výstupu systému dokáže dopočítat přibližný model systému. Byla tedy proměřena charakteristika reálného systému, kde se střídavě topilo a chladilo. Po exportu dat do Matlabu bylo získáno několik odhadů, jejichž modely byly následně selektovány dle odezvy na vstupní signál. Nejlepší shoda byla nalezena u systémů 1. a 3. řádu. Výstupní charakteristiky simulace jsou znázorněny na následujícím grafu.



Obrázek 27 - Graf porovnání výstupu modelu a reálného systému

Přenosová funkce systému 3. řádu dle odhadu má následující tvar:

$$G(s) = \frac{0.001395 s^2 + 6.937 \cdot 10^{-6} s + 1.16 \cdot 10^{-8}}{s^3 + 0.004099 s^2 + 7.125 \cdot 10^{-6} s + 1.136 \cdot 10^{-9}}$$

Obdobně pro systém prvního řádu bylo stanoveno:

$$G(s) = \frac{0.001912}{s + 0.000187}$$

Tyto přenosové funkce by dále mohly sloužit k návrhu regulátoru pro optimální řízení teploty v peci. V praxi se však ukázalo, že odezva systému je tak pomalá, že pro návrh parametrů PID regulátoru postačí konstanty určené experimentálně. I při On/Off řízení lze dosáhnout uspokojivých výsledků. Pokročilejší regulace by měla smysl, pokud by byl vznesen požadavek na tvar křivky teplotního průběhu. To však není v případě měření Curieho teploty zapotřebí.

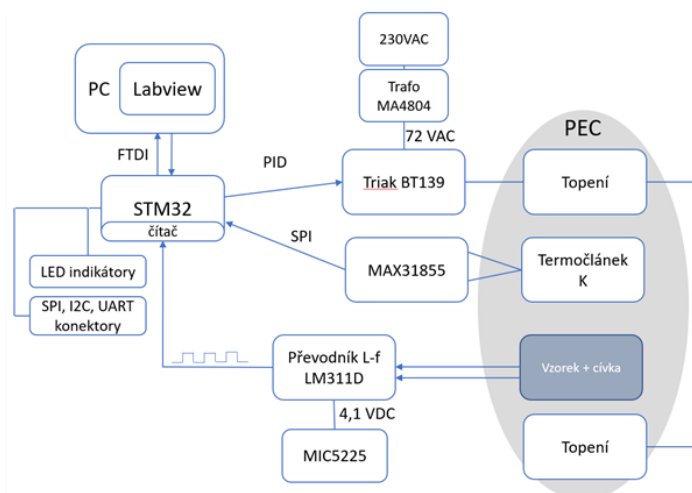
3 REALIZACE

3.1 NÁVRH SYSTÉMU PRO MĚŘENÍ

Před zahájením návrhu systému bylo nutné shrnout požadavky na vlastnosti zařízení. Vnitřní prostor pece by měl být dostatečně velký pro umístění zkoumaného vzorku. Teplotní rozsah měření v pokojových podmínkách od 20°C do cca. 300°C je dostatečný pro většinu používaných materiálů. Indukčnost vzorků před dosažením T_C zpravidla nepřekračuje $100\ \mu\text{H}$. Po dosažení T_C se pak cívka chová jako se vzduchovým jádrem. Její indukčnost tedy rapidně poklesne. Celý systém by se měl obejít bez použití laboratorních měřících přístrojů s výjimkou zdroje střídavého napětí pro napájení topných elementů. Samotné ovládání však bude řídit systém. Zobrazení výsledků a ovládání experimentu má být zajištěno aplikací v nadřazeném PC, kde se budou průběžně ukládat data a zobrazovat průběhy měření.

3.1.1 Blokový, funkční popis

Po ujasnění parametrů návrhu byly zvoleny jednotlivé komponenty a způsoby realizace systému. Celý systém, znázorněný na následujícím diagramu, lze rozdělit do 2 pomyslných částí.



Obrázek 28 - blokové schéma podrobně

První částí je samotná pec. Ta, jak už bylo řečeno, obsahuje izolaci, topení a měděné desky pro homogenizaci teplotního prostředí. Zde se nachází testovací vzorek a v bezprostřední blízkosti i senzor teploty, termočlánek typu K. Dvě desky topení jsou zapojeny do série a skrze obvody systému napájeny.

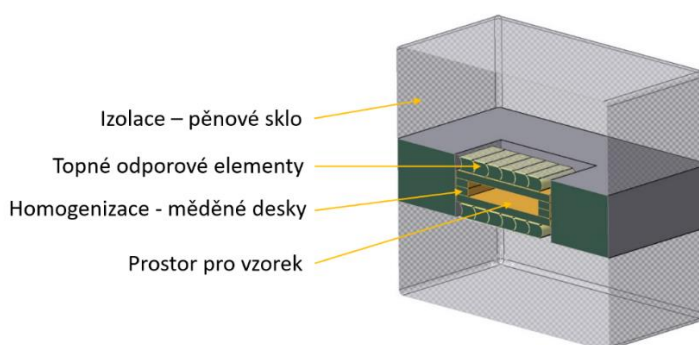
Druhou část tvoří obvody pro zpracování dat z pece a řízení topení. Pro výpočet hodnoty teploty z termočlánu byl zvolen integrovaný obvod MAX31855KASA, který je schopen detekovat poruchu termočlánu. Digitalizovaná data dále prostřednictvím rozhraní SPI posílá do mikroprocesoru k dalšímu zpracování. Indukčnost testovaného vzorku je měřena převodníkem L-f s relaxačním oscilátorem s operačním zesilovačem. Ten je napájen přesným low-drop regulátorem napětí MIC5225. Důvod použití tohoto regulátoru je popsán v kapitole 3.3.1. Frekvence obdélníkového signálu na výstupu tohoto obvodu je následně zpracována mikroprocesorem. Mikroprocesorem se také spíná optočlenem oddělená část s vyšším napětím pro spínání topení.

Napájení mikrokontroléru a přilehlých obvodů je řešeno skrze USB řídicím počítačem. Dále je zde převodník USB-UART, realizovaný integrovaným obvodem FT230X, na jehož výstupu jsou signály TX a RX přivedené na odpovídající piny procesoru (PA2, PA3). Tímto kanálem probíhá veškerá komunikace mikroprocesoru s nadřazeným PC.

Pro rozšíření funkcionality a konektivity systému jsou na desce vyvedeny konektory pro připojení dalších periférií, komunikujících prostřednictvím rozhraní I2C, SPI a UART. Dále jsou z mikroprocesoru vedeny LED indikátory pro snadné ověření komunikace s PC, indikace sepnutí topení a informace o průběhu experimentu.

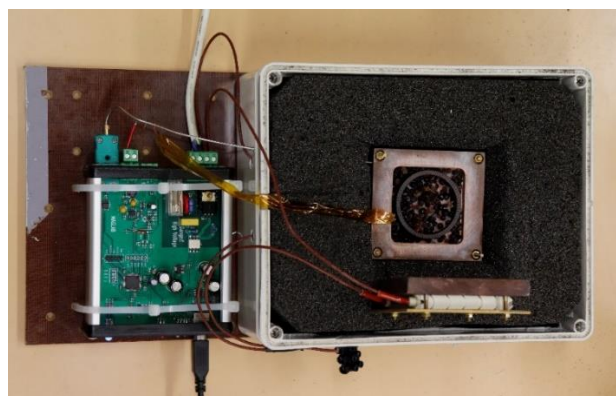
3.2 MECHANIKA EXPERIMENTU

Pro celou mechanickou část systému bylo potřeba navrhnout komplexní uspořádání jednotlivých dílů pece, které by v dostatečné míře umožňovalo uživatelskou manipulaci s experimentem a zároveň bylo vyrobitelné v laboratorních podmínkách fakulty. Již předem bylo dáno, že izolačním materiálem pece bude pěnové sklo, pro své izolační vlastnosti a snadné opracování. Topení bylo vybráno na základě nabídek dodavatelů a měděná část pece byla navržena po konzultaci s vedoucím práce. Následně byl celý systém namodelován v konstrukčním softwaru Catia pro získání náhledu a odhalení možných chyb při návrhu.



Obrázek 29 - model v CAD datech

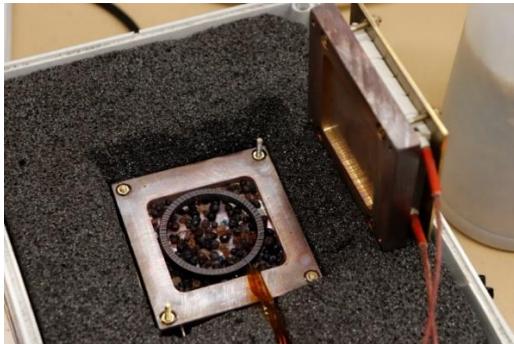
Při výrobě došlo ještě k drobným úpravám vzhledem k použitým materiálům. Izolace byla modifikována pro rozměry zakoupené krabice a celý systém byl umístěn na pertinaxovou desku, aby mohl být pevně spojen s měřicími obvody a předešlo se mechanickému poškození při přenášení nebo v průběhu experimentu.



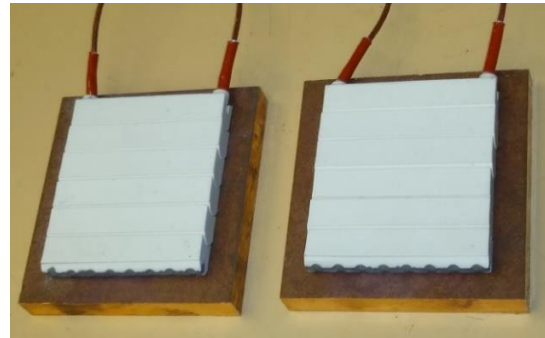
Obrázek 30 - Zkonstruovaný systém na desce

3.2.1 Pec z měděných desek a keramického topení

Jádrem systému je pec, která měla být tvořena ze 4 měděných desek o tloušťce 10 mm. Tyto desky by byly obrobena tak, aby dvě vnější tvořily pomyslná víka a dvě vnitřní vytvořily kapsu pro zkoumaný vzorek. Nakonec byl zvolen systém s dvěma deskami o větší tloušťce, do kterých byly potřebné otvory a prohlubně vyfrézovány.

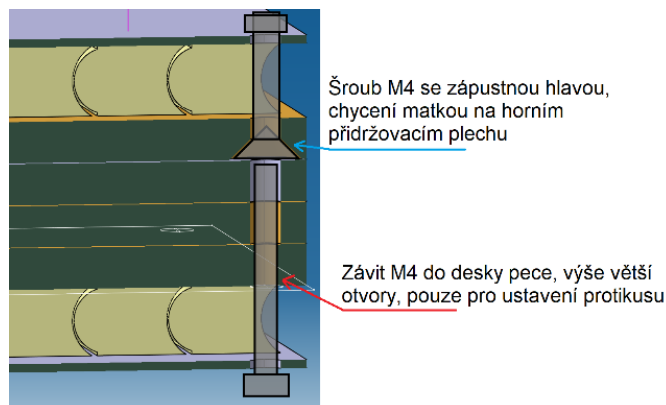


Obrázek 31 - Měděné desky po kompletaci



Obrázek 32 - Keramické topné elementy

Desky jsou vzájemně ustaveny pomocí 4 šroubů v rozích. Tyto šrouby zároveň slouží pro uchycení mosazných plechů, které spojují keramické topení s měděnými deskami. Do spodní měděné desky byly ještě doplněny otvory pro instalaci termočlánku a pro vedení přívodních vodičů cívky. Po úvodních experimentech došlo k charakteristického zbarvení měděných desek. To však nemá na celý experiment žádný vliv.



Obrázek 33 - Řez kotvicích šroubů

Přímo na měděné desky pece doléhá dvojice keramických topných elementů, protkaných odporovým drátem. Jedná se o kordieritové nosníky odporových drátů, dodávaných a kompletovaných na zakázku firmou ELKOP Technik s.r.o. Každý z nich má výkon 75W a ve výsledném zapojení jsou umístěny sériově.

Původním záměrem bylo využití síťového napětí pro napájení těchto elementů. Dodavatel nás však upozornil, že při potřebných rozměrech těles by musel být využit příliš slabý odporový drát. Aby se tomuto jevu předešlo, ale zároveň byl zachován výkon topení, bylo stanoveno, že se pro sériové zapojení využije zdroj střídavého napětí o jmenovité hodnotě 76V, při proudovém odběru 2A. Tato hodnota proudu je pro použitý triak BT139 ještě akceptovatelná. Nebude tedy využito napětí ze sítě, což má pozitivní vliv na bezpečnost při manipulaci s topením.

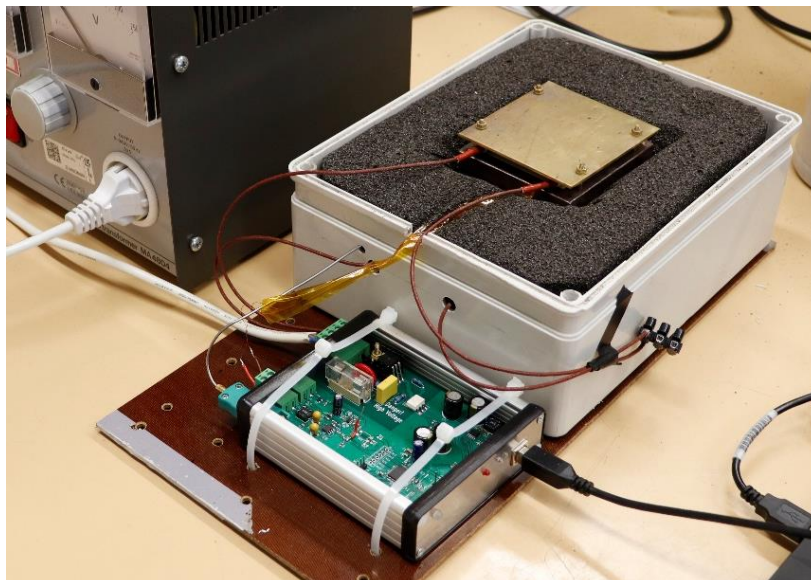
K zajištění potřebného zdroje bylo použito laboratorní nastavitelné trafo Metrel MA4808 viz. Obrázek 14. V sepnutém stavu se dle ukazatele na přístroji proudový odběr celého topení pohybuje okolo 2A, což odpovídá hodnotě požadované při návrhu.



Obrázek 34 - Laboratorní trafo Mertel MA4808

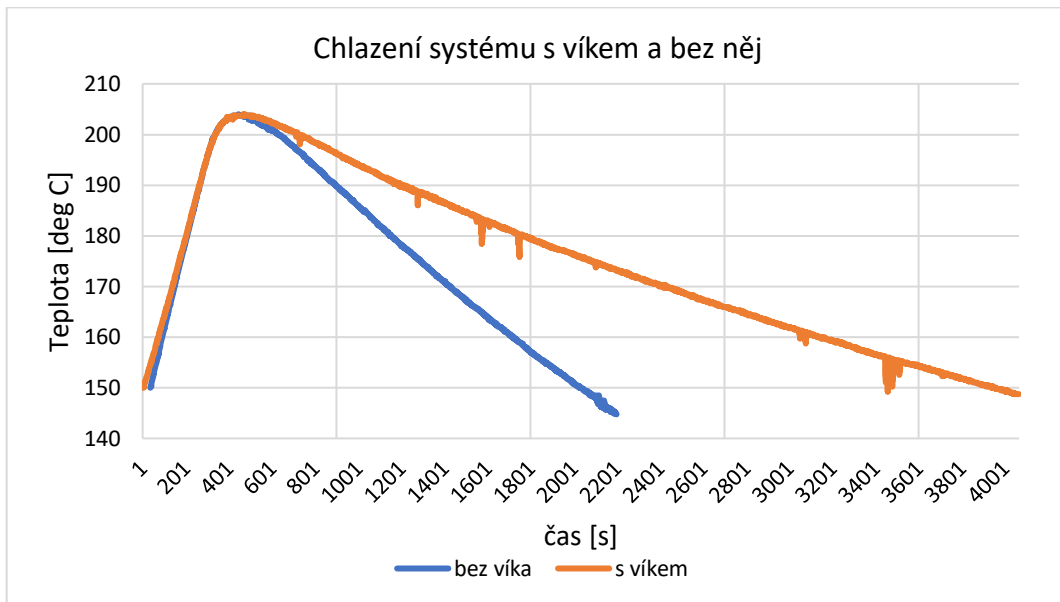
3.2.2 Chlazení

K urychlení průběhu experimentu bylo uvažováno instalovat přídatné chlazení v podobě větráku v bezprostřední blízkosti pece, řízeného a napájeného z desky plošných spojů. Tato varianta by však vzhledem ke konstrukci pece vyžadovala velký zásah obsluhy experimentu a rotující lopatky větráku by mohly způsobit potenciální ohrožení bezpečnosti. Chlazení pece tedy probíhá pasivním způsobem. Pokud zůstane po vypnutí topení víko pece zavřené, probíhá ochlazování vlivem dobré izolace poměrně dlouho. Je tedy doporučováno při fázi ochlazování sejmut vrchní izolační kryt z pece, čímž se proces výrazně urychlí.



Obrázek 35 - Chlazení bez víka

K zjištění významu sejmutí víka byl proveden experiment, kdy se pec vyhřála na 200°C a po vypnutí topení byl sledován pokles teploty při odkrytém a nasazeném víku krabice. Z následujícího grafu lze pozorovat, že ochlazení o 50°C probíhalo při nasazeném víku o 1912 sekund déle, což odpovídá téměř 32 minutám. Z důvodu urychlení celého měření je tedy doporučováno víko při každém chlazení sejmout. V opačném případě bude experiment trvat násobně déle.



Obrázek 36 - Graf chlazení s víkem a bez

3.2.3 Izolace

Vzhledem k vysokým teplotám, jež musí pec vydržet (až 400°C), je nutné horké vnitřní kovové části izolovat. K tomuto účelu slouží pěnové sklo ve formě tří desek, které obklopují vnitřní pec a tepelně jí izolují od okolí. Pěnové sklo je materiál, jenž se vyrábí z recyklovaného skla a je tvořen miliony hermeticky uzavřených skleněných buněk o velikosti do $100\mu\text{m}$. Porézni strukturu zobrazuje následující detailní fotografie.



Obrázek 37 - Detail pěnového skla

Hustota takového materiálu nepřesahuje $170\text{kg}/\text{m}^3$ [IV]. Tento materiál se běžně využívá ve stavebnictví, pro naše účely je však také vhodný. Jeho tepelná vodivost $\lambda = 0.06\text{W}/\text{m}^2\text{K}$

a měrná tepelná kapacita $c = 850 \text{ J/kg.K}$ jsou parametry srovnatelné s jinými druhy izolačních materiálů. Jedná se ale o materiál třídy hořlavosti A1, což znamená, že nepřispívají k šíření požáru, a to ani plně rozvinutého. V případě náhlého vzplanutí pece by tedy nemělo dojít k šíření požáru do okolí. Pěnové sklo jako materiál je dobře opracovatelné, ale má tendenci se drolit. Z toho důvodu je použití vnější krabice nutností.

V průběhu experimentů bylo zjištěno, že vlivem mechanického rozpínání okolních materiálů dochází k praskání skla v části přímo se dotýkající měděné pece. To však na měření nemělo vliv a praskliny se při dalších měřeních nerozšiřovaly.



Obrázek 38 - Obložení pece z pěnového skla

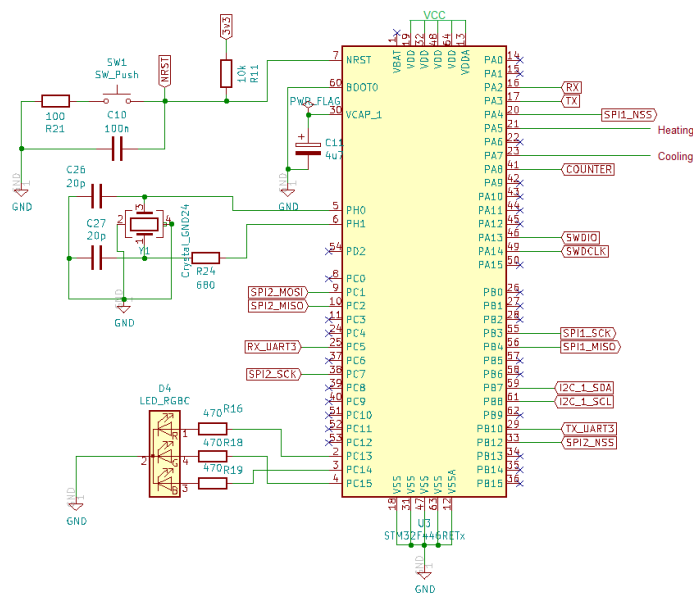
3.3 NÁVRH OBVODU

Pro celý experiment bylo na místě navrhnout komplexní elektronický obvod, který by sestával ze všech potřebných částí pro měření, regulaci a zpracování dat. Po zvolení mikroprocesoru STM32F446RE bylo tedy navrženo kompletní zapojení jednotlivých komponent, napájení jednotlivých částí obvodu, galvanické oddělení výkonové části a komunikace s PC. V této kapitole se blíže věnuji tomuto návrhu a jeho následné realizaci.

Celé schéma zařízení je členěno do jednotlivých sekcí, dle funkce obvodu. Ve zbytku kapitoly se věnuji podrobnějšímu popisu těchto částí.

3.3.1 Procesor

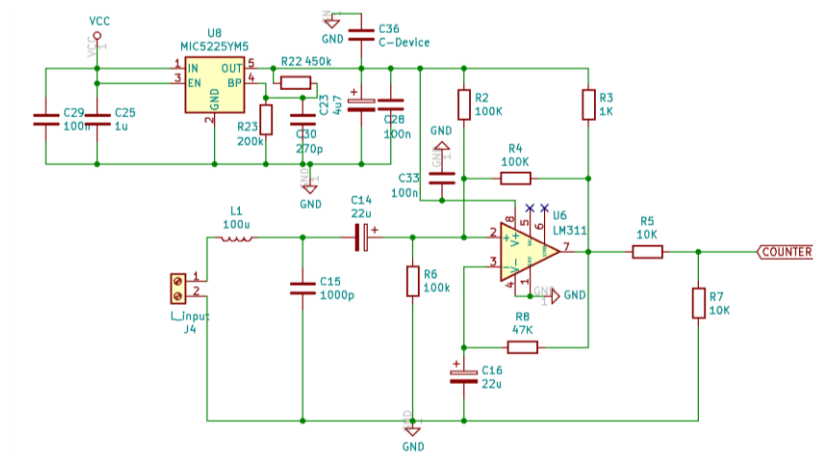
Procesor STM32F446RE je na desce zapojen minimalisticky. Je zde použit externí krystalový oscilátor s vlastní frekvencí 14.7456 MHz. Dále je vyvedeno tlačítko pro ruční reset procesoru. Jeho osazení na desce není nutné pro správnou funkčnost. RGB Led dioda slouží pro indikaci různých událostí v průběhu měření. Dále je zde vyveden header pro programování procesoru a debugging prostřednictvím ST-Linku. Jedná se o piny PA13 a PA14, kam jsou přivedeny signály SWDIO a SWCLK. Dále jsou na headery vyvedeny SPI2, I2C1 a USART3. Zde je prostor pro případné rozšíření funkcí desky v budoucnu.



Obrázek 39 - Schéma zapojení procesoru

3.3.2 Převodník Indukčnost – frekvence

Pro vyhodnocení indukčnosti cívky jsem využil ověřený návrh LC měřiče z internetu [1]. Tento návrh jsem upravil pro potřeby použití s STM32 v této konkrétní konfiguraci a následně v laboratoři otestoval funkčnost.



Obrázek 40 - LC oscilátor s napájením

Jedná se o zapojení, kde při zapnutí napájení je na pinu 2 komparátoru 2.1V, což je polovina napájecího napětí. Na výstupu je pak 4.2V. Výstup nabíjí kondenzátor C16 skrze rezistor R8, dokud napětí na pinu 3 komparátoru nedostáhne 2.1V. Tím se výstup komparátoru přepne do nuly, což vyvolá přechodový proud do části s cívkou L1, měřenou cívku a kondenzátorem C15. Tento proud v LC části vyvolá kmitání na jeho rezonanční frekvenci, které se projeví na výstupu komparátoru jako obdélkový signál. Ten je dále napěťovým děličem upraven na 3.3 V, aby splnil požadavky na vstupní signál procesoru.

Původní obvod byl navržen pro použití s operačním zesilovačem LM311, jenž je napájen 5 V. To v systému s 3.3 V napájením není ideální součástka. Byl tedy zvolen komparátor MCP6561T-E, který je napájen 3.3 V. Oscilátor však s tímto prvkem neosciloval. Na výstupu OZ byl přítomen pouze šum. V laboratoři se nepodařilo odhalit důvod, proč oscilátor s tímto komparátorem, podobných parametrů jako LM311, neplní požadovanou funkci. Z toho důvodu sešlo z jeho použití a pro osvědčený LM311 se jako napájení použil stabilizovaný zdroj napětí MIC5225Y. Na výstupu obvodu je v aktivním stavu signál, který odpovídá rezonanční frekvenci LC obvodu dle Thomsonova vztahu.

$$f = \frac{1}{2\pi\sqrt{L_c * C_{15}}}$$

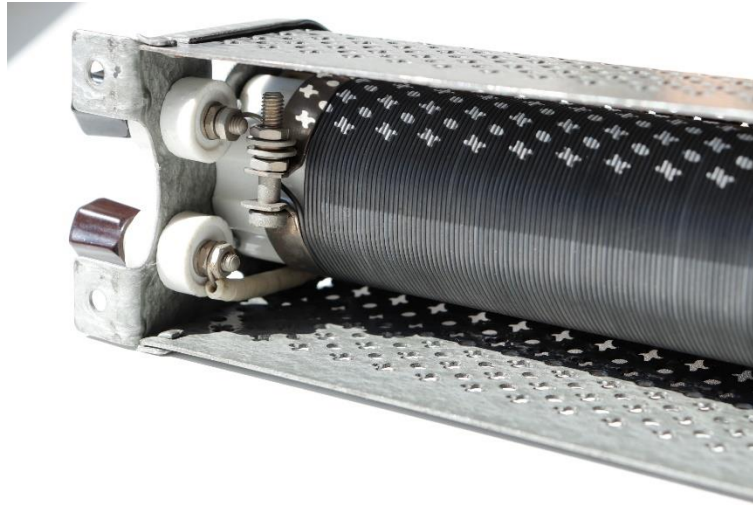
Zpětně tedy můžeme určit indukčnost L_c , která je dána součtem indukčnosti referenční cívky a cívky měřené.

$$L_c = L_1 + L_{input}$$

Odezva obvodu je velmi rychlá, výstupní frekvence se pohybují v řádu stovek kHz. Pro dosažení dostatečné přesnosti měření probíhá výpočet frekvence a přepočtení na indukčnost jednou za sekundu po celou dobu měření.

V praxi se ukázalo, že obvod vlivem neznámých okolností neosciluje přesně na rezonanční frekvenci. Z toho důvodu byl proveden experiment, kdy na svorky laboratorního reostatu

s maximální hodnotou odporu $R = 16\Omega$ byl připojen přesný LCR-metr Agilent 1733C. Posuvem reostatu docházelo i ke změně indukčnosti, neboť reostat je realizován dlouhým vinutím, které vykazuje vlastní indukčnost.

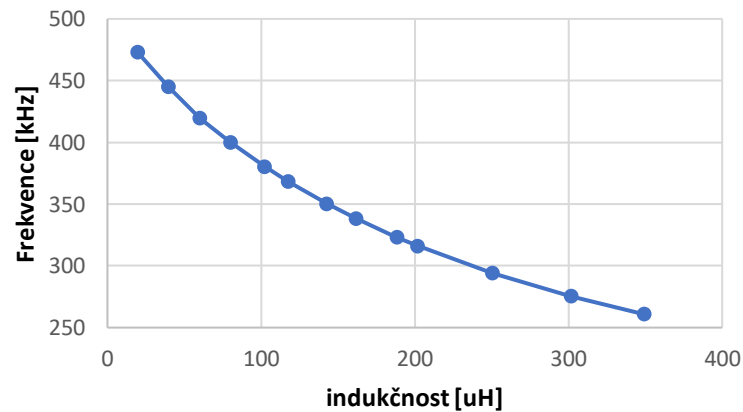


Obrázek 41 - Detail vinutí reostatu

Byla proměřena závislost naměřené frekvence a indukčnosti převodníku na indukčnosti změřené LCR metrem. Následně byla stanovena kompenzační konstanta, která eliminuje převážnou část chyby v převodníku. Výsledný vzorec pro výpočet indukčnosti v mikrokontroleru je tedy

$$L_{input} = 1.36 \cdot \left(\frac{(2\pi f)^2}{C_{15}} - L_1 \right).$$

Závislost frekvence na indukčnosti

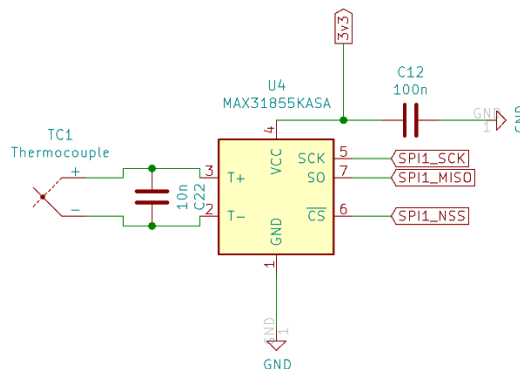


Obrázek 42 - Graf závislosti frekvence na indukčnosti

Zde je nutné podotknout, že absolutní hodnota indukčnosti není stěžejní pro měření T_C . V teplotní závislosti je důležitá spíše změna indukčnosti. T_C se určuje v místě největšího poklesu.

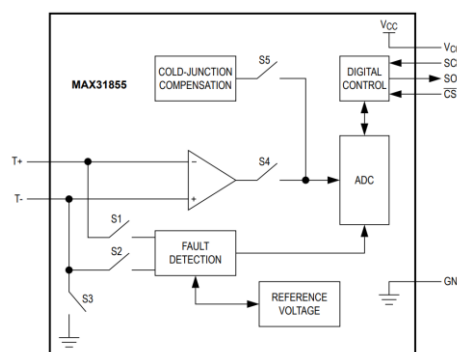
3.3.3 Obvod termočláunku

Pro určení teploty v peci při probíhajícím experimentu je využíván termočlánek typu K – Chromel/Alumel. Napětí na konci termočláunku zpracovává obvod MAX31855KASA.



Obrázek 43 - Obvod termočláunku

Ten prostřednictvím sběrnice SPI posílá data do MCU. Tento obvod krom vyhodnocení napětí termočláunku měří i teplotu studeného konce, takže dokáže kompenzovat vliv okolní teploty při měření. Výstupní údaj o teplotě termočláunku je udáván s rozlišením 0.25° C, což je pro tuto úlohu dostačující, vzhledem k povaze testovacího prostředí. Rozsah měření je od 20° C do cca. 400° C.



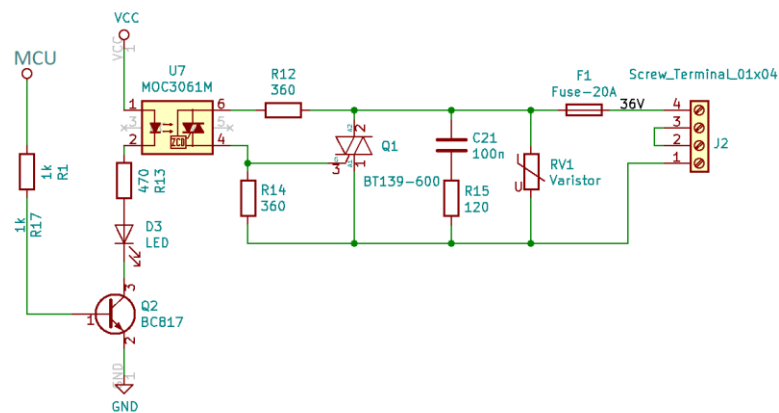
Obrázek 44 - Vnitřní schéma obvodu MAX31855[VI]

Obvod navíc umožňuje detekci zkratu na zem, zkratu na napájení a rozpojení termočláunku. Tato funkce je vzhledem ke konektorovému připojení termočláunku vítaná a chybová data jsou v programu procesoru zpracovávána.

Přesnost termočláunku byla ověřena v kalibrační pídce Omega CL1000. V klíčové oblasti (nad 200° C) se chyba měření termočláunku pohybovala kolem 1° C. Pro účely měření je to dostačující přesnost.

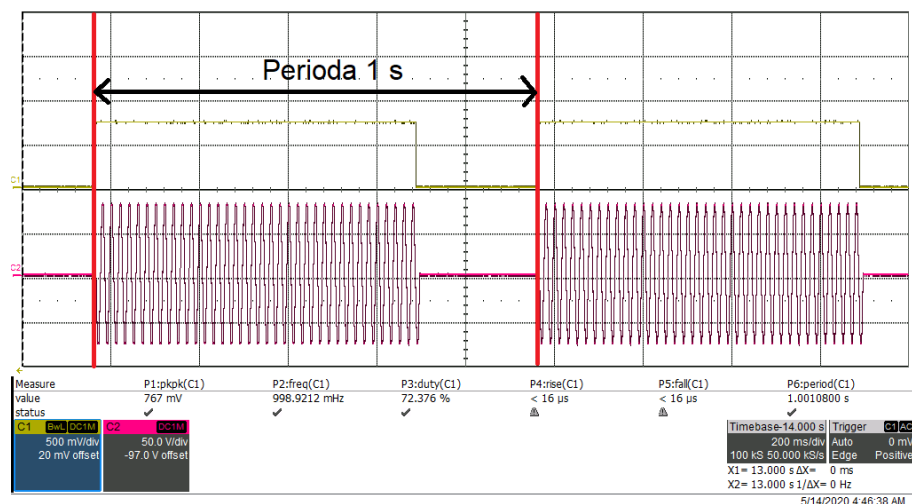
3.3.4 Galvanicky oddělená část

Spínat procesorem vysoké napětí je vhodné přes opticky oddělený člen. Pin mikroprocesoru je zde přes tranzistor nastaven jako PWM výstup s frekvencí 1 Hz a střídou závislou na PID regulátoru. LED v obvodu MOC3061M spíná optotriak. Protože je zapojen obvod sledující průchod vyššího napětí nulou, dojde k sepnutí právě při průchodu nulou. Samotný MOC3061M není schopen spínat takto vysoké výkony, proto je zde dále použit triak BT139, který je spínán optotriakem. Ten umožňuje spínat proud 2A, procházející topením. Je zde však nutné použít dostatečně velký chladič. V laboratoři bylo zjištěno, že spínání větších proudů již vede k neúměrnému zahřívání triaku. Kondenzátor C21 a rezistor R15 v sériovém zapojení jako RC snubber omezí eventuální rušení, vznikající při rozepínání obvodu. Použitý varistor RV1 je dimenzován až na 360 V. Použití většího topení je tedy do budoucna možné. V praxi se však ukázalo, že i současné topení zahřívá vzorky velice rychle. Celý obvod je znázorněn na následujícím obrázku.



Obrázek 45 - Spínací triak

Při periodě 1s spínacího signálu se výkon topení určuje střídou tohoto signálu. Na obrázku níže lze vidět řídicí a spínaný signál při výkonu cca. 73 %. Lze si povšimnout i spínání v nule u sinusového signálu ze zdroje střídavého napětí o frekvenci 50 Hz, určeného pro napájení topení.

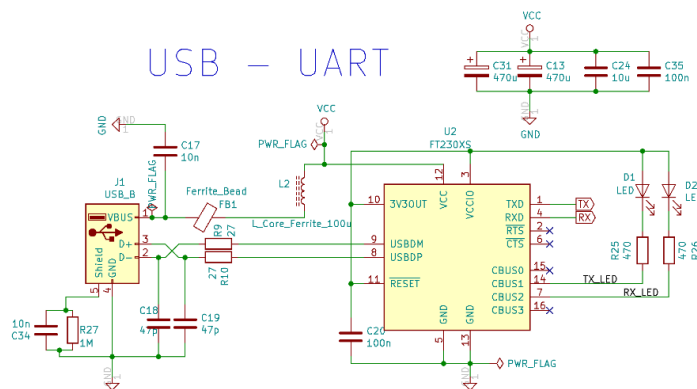


Obrázek 46 - Signál spínání v nule

3.3.5 Komunikační rozhraní

Nejlepší a také nejjednodušší způsob propojení systému s počítačem je samozřejmě rozhraní USB. Zároveň bylo vyžadováno, aby zařízení komunikovalo s PC jako virtuál COM port. K těmto účelům byl zvolen integrovaný převodník UART-USB FTDI FX230X. Jedná se o jednočipový převodník s vestavěným USB protokolem. Není tedy třeba programovat firmware pro komunikaci. Vodiče RX a TX se přímo přivedou z MCU, kde se definují jako UART. Obvod poté data skrze pakety USB posílá do PC, kde se celé zařízení jeví jako virtuál COM port. Velkou výhodou je kompatibilita s Windows OS. Většina převodníků potřebuje speciální drivery pro správnou funkčnost. Tato bolest s FTDI odpadá a ovladače nejsou třeba.

Obvod navíc disponuje vlastním napájecím regulátorem na 3.3 V z napětí USB (5 V), který je využit pro definici napěťových úrovní na UART rozhraní, což je výhodné, protože stejné úrovně používá i mikrokontrolér

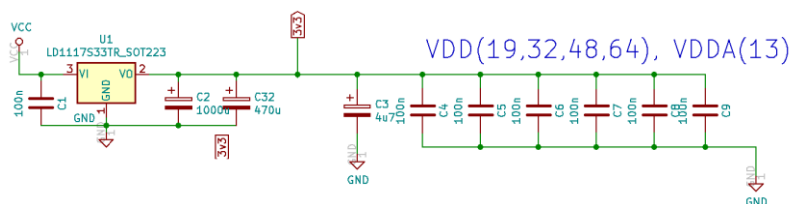


Obrázek 47 - FTDI rozhraní

Obvod FT230X byl doplněn o potřebné pasivní součástky a propojen s USB konektorem typu A. Z něj je ještě využíván vodič VBUS, jako zdroj napětí pro stabilizátor na 3.3 V, který je popsán v následující části.

3.3.6 Napájení

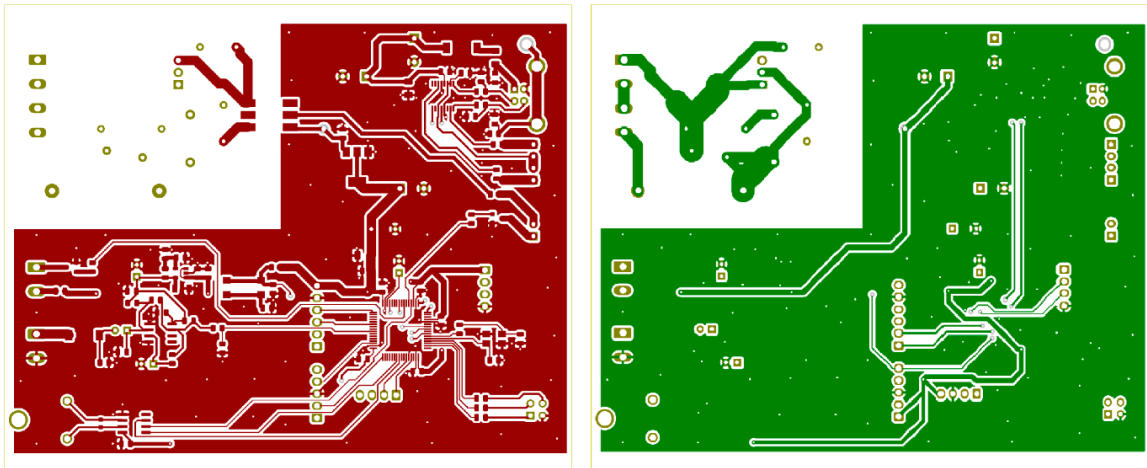
Při napájení z USB se musí počítat s výkyvy napětí. Amplituda napětí se pohybuje od 4.4 do 5.52 V. To není vhodné jako zdroj napětí pro citlivou mikroelektroniku, se kterou se pracuje. Mikroprocesor STM32F446RE navíc vyžaduje napájecí napětí 3.3 V. Tuto funkci zde plní lowdrop napěťový regulátor LD1117. Většinu vstupního proudu propouští přes NPN tranzistor na výstup. Ke stabilizaci regulační smyčky využívá 10μF kondenzátor. Tolerance výstupního napětí je ±1% při 25°C a ±2% v plném provozním teplotním rozsahu. Dále bylo třeba umístit po desce několik blokovacích kondenzátorů. Elektrolytické přímo k hlavnímu rozvodu zdroje napětí a keramické mezi napájení a země procesoru.



Obrázek 48 - Obvody napájení

3.4 DESKA PLOŠNÝCH SPOJŮ A JEJÍ USAZENÍ

Deska plošných spojů byla navržena s ohledem na galvanicky oddělenou výkonovou část s topením. Rozstup mezi výkonovou částí a rozlitanou zemí dalších obvodů je ve všech částech alespoň 10 mm. Ve výkonové části jsou také použity vodiče největší šířky pro minimální odporové ztráty.



Obrázek 49 - Deska plošných spojů

Deska se skládá ze dvou vrstev, které jsou v oblastech zemnění propojeny řadou prokůvů. Tento prvek byl zaveden s ohledem na použití relaxačního oscilátoru a dalších citlivých obvodů, kde je nutné eliminovat všechny rušící vlivy. Deska je členěna do jednotlivých sekcí, které jsou následně spojeny s procesorem. Komunikační vodiče a vodič, nesoucí obdélníkový signál z L-f převodníku, jsou pak vedeny v šířce 0.2mm k dosažení co možná nejlepších výsledků, k omezení rušení. Blokovací kondenzátory jsou umístěny jak v hlavních sekcích napájení, tak i mezi napájecími a zemními piny procesoru. Veškeré konektory a identifikační LED diody jsou směřovány k příčným hranám pro použití se zvolenou krabičkou.

Její rozměr byl volen dopředu, aby usazení DPS bylo co nejpřesnější bez nutnosti použít distanční kolíky nebo jiné upevňovací prvky. Jedná se o hliníkový box pro desku o rozměrech do 120 × 100mm. Nerezová čela s otvory pro konektory byla vymodelována a obrobena na laseru z 2 mm silných nerezových plechů.

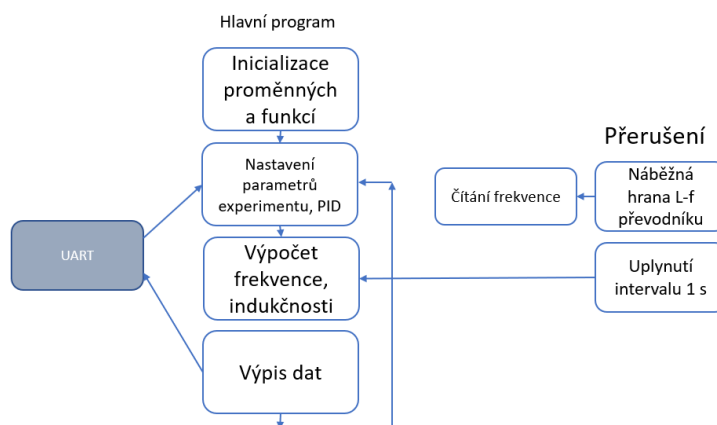


Obrázek 50 - Kompletovaná krabička s DPS

3.5 PROGRAMOVÁNÍ MCU

Samotný program systému byl sepsán ve vývojovém prostředí Cube IDE určeném pro mikroprocesory ST s vestavěným debugingovým nástrojem. Vzhledem k použití programovacího rozhraní ST-Link byl tento nástroj hojně využit. Prostředí umožňuje grafickou konfiguraci hodinových signálů procesoru, definici funkcí pinů a nakonec i programování mikrokontroleru v jazyce C.

Kromě hlavní smyčky se v programu vyskytují dvě přerušení, vyvolaná čítači pro měření frekvence. Celý program je zjednodušeně popsán následujícím diagramem.



Obrázek 51 - Diagram programu pro STM32

Regulace topení je řešena PWM generátorem s frekvencí 1 Hz , jejíž střídu určuje diskretní PID regulátor vzhledem k současné odchylce teploty. Parametry tohoto regulátoru byly určeny Ziegler-Nicholsovou metodou vzhledem k předchozím pokusům o identifikaci systému a následně doladěny v laboratoři na reálném modelu.

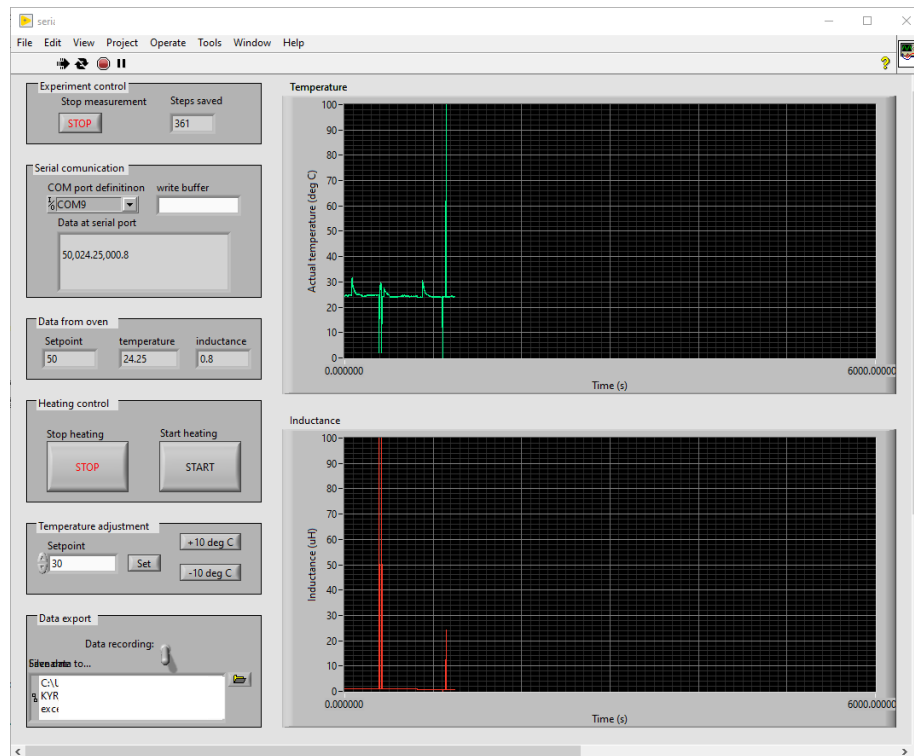
3.6 Aplikace pro PC

Obsluha systému je zajištěna počítačovou aplikací vytvořenou v prostředí NI Labview 2019. Hlavní význam aplikace je záznam dat, konfigurace parametrů a řízení experimentu. Požadavek je takový, aby uživatel i bez předchozího seznámení se systémem byl schopen připojit zařízení, nastavit parametry, spustit měření a získat potřebná data. Aplikace by měla být přenosná a použitelná na každém počítači s Windows (verze 7 a vyšší). Linuxová verze zatím nebyla uvažována.

Software Labview od americké firmy National Instruments je standardem pro vývoj technických aplikací. Jedná se o vývojové prostředí pro návrh a realizaci aplikací, určených pro měření, řízení a testování. Využívá grafického programování funkčních bloků. Nepracuje se zde tedy s klasickým textovým programováním jako například v Labwindows CVI. Podporuje knihovny VISA, laboratorní systémy typu DAQmx, LXI a další. Pro debugging, vykreslování a záznam dat z měření je Labview ideální nástroj.

3.6.1 Popis aplikace

Aplikace se skládá z jednoho hlavního okna. Tomu dominují dva grafy pro záznam hodnot indukčnosti testovací cívky a aktuální teploty v peci. Grafy zaznamenávají až hodinu měření, měřítka os jsou přizpůsobivé aktuálním maximálním a minimálním hodnotám.



Obrázek 52 - Okno aplikace v Labview

Z parametrů sériové komunikace je zde pouze kolonka pro volbu Virtual com portu. Baudrate, parita a počty bitů jsou zadány fixně, není důvod, aby uživatel tyto hodnoty znal, případně zadával. Pole pro výběr COM portu skenuje připojená zařízení. Je-li tedy k PC připojeno pouze jedno zařízení využívající virtual COM port, nemusí uživatel v ovládacích panelech systému hledat, který port byl zařízení přiřazen. Po zavření aplikace se port automaticky uzavře.

Dalším prvkem je dvojice polí pro ruční zadávání příkazů a čtení dat na vstupu aplikace. Tyto položky slouží primárně k debuggování funkcí aplikace, případně pro nestandardní zadávání příkazů do systému. Do pole „write buffer“ lze zadávat jednotlivé znaky a příkazy, podle komunikačního protokolu systému. Jedná se o obdobu terminálového řízení. Druhé pole, „Data at serial port“ slouží jako datový sledovač vstupu aplikace. Data zde jsou pouze informativní, jejich zpracování probíhá dále v aplikaci. Jedná se spíše o monitoring komunikace, zdali je vše v pořádku a data jsou přijímána. Obnovování těchto polí závisí na přijímaných datech, jinak probíhá každou sekundu od spuštění měření.

Příchozí data jsou dále zpracovávána, oddělena a vypsána do dalších třech indikačních polí pro sledování postupu měření. „Setpoint“ ukazuje cílovou hodnotu teploty v peci, které se právě snaží docílit regulátor v MCU. „Temperature“ odpovídá aktuální teplotě v peci a „Inductance“ potom aktuální indukčnosti cívky, ohříváné v peci v jednotce μH .

Pro záznam dat z měření musí uživatel v dalším poli zadat cestu k tabulkovému souboru, kam chce data zapsat. Aplikace pracuje se soubory s příponou .xlsx. Do tohoto souboru jsou data zapisována v průběhu měření. Pokud by měření z jakéhokoli důvodu selhalo, veškerá naměřená data jsou zde zálohována a jsou dostupná i po náhlém konci experimentu.

Dalšími prvky jsou tlačítka a vstupy pro řízení parametrů experimentu. Jedná se o tlačítka pro nastavení teplot v peci. Uživatel má dvě možnosti. Buď může teplotu zadat do „Setpoint“ pole pro zadávání číselných dat a potvrdit tlačítkem „Set“, nebo může příslušnými tlačítky přidávat a ubírat cílovou teplotu po deseti stupních Celsia. Tato metoda byla zachována s ohledem na možnost použít zařízení s čistým terminálovým prostředím typu Putty, Teraterm a další. Pokud po dosažení teplotního setpointu během experimentu nepoklesne výrazně indukčnost měřeného vzorku, experiment se ukončí a pec se nechá volně vychladnout. Pokud indukčnost poklesne, provede se ještě dvojice opakování poklesu a nárůstu teploty. Měření se tedy provede opakovaně. Tento stav lze pozorovat na obrázku, který byl pořízen po ukončení měření konkrétního vzorku.

Poslední dvojici tvoří tlačítka pro zahájení a ukončení topení. Tlačítko start uvede do chodu regulátor v MCU a zahájí topení v peci až do hodnoty Setpoint, případně dle indukčnosti a dříve popsaného algoritmu. Pokud uživatel toto tlačítko stiskne ještě před nastavením Setpointu, bude pec udržovat výchozí nastavenou hodnotu, tedy 20°C. I po zahájení experimentu lze setpoint měnit bez nutnosti vypínat měření. Tlačítko „Stop“ analogicky zastaví topení a ukončí zápis dat do souboru. Pokud by se uživatel rozhodl znovu zahájit experiment, data se budou zapisovat do nového souboru, číslovaného vzestupně vzhledem k poslednímu použitému.

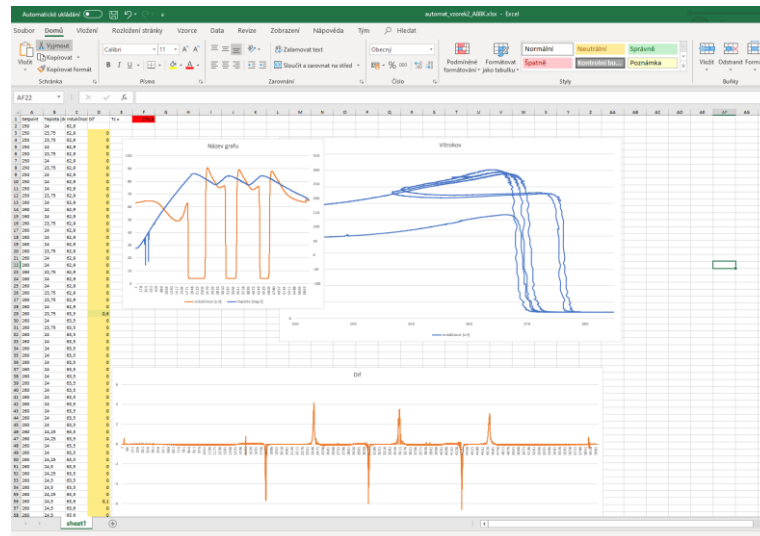
3.6.2 Výstupy

Po ukončení měření má uživatel získaná data uložená v tabulkovém souboru. Jedná se o spojitý sběr dat o třech sloupcích, odpovídajících setpointu, aktuální teplotě a indukčnosti. Každá hodnota odpovídá odběru za jednu sekundu. Počet hodnot ve sloupcích odpovídá počtu sekund od začátku záznamu.

	A	B	C
1	Setpoint	Temperat	Inductanc
2	250	24	62,9
3	250	23,75	62,9
4	250	23,75	62,9
5	250	24	62,9
6	250	23,75	62,9
7	250	24	62,9
8	250	23,75	62,9
9	250	24	62,9
10	250	24	62,9
11	250	24	62,9

Obrázek 53 - Vzorek naměřených dat

Další zpracování dat už je na uživateli a jeho schopnostech práce s tabulkovým procesorem. Nabízí se zobrazení podrobnějších grafů, filtrace dat nebo výpočty a odhady Curieho teploty měřeného vzorku.



Obrázek 54 - Zpracování dat z měření v Excelu

3.6.3 Komunikační protokol

Komunikace mezi aplikací a programem v MCU je řízena vysíláním ASCII znaků směrem k procesoru. Procesor samostatně vysílá data z měření. Nejlépe komunikaci vysvětlí následující tabulka. Komunikace od procesoru je demonstrována jedním datovým balíkem, který je následně popsán. Řídící znaky aplikace jsou popsány jednotlivě. Data od MCU lze rozdělit dle standardu CSV, používají desetinnou tečku a jednotlivá čísla jsou oddělena čárkou.

Tabulka 2 - Popis komunikačního protokolu

MCU → Aplikace		Aplikace → MCU	
„250,26.3,77.6\n“	Celá data	,h'	Zvyš cílovou teplotu o 10°C
250	Setpoint	,c'	Sniž cílovou teplotu o 10°C
26.3	Aktuální teplota	,b'	Zahaj topení
77.6	Aktuální indukčnost	,s'	Vypni topení
		„nXXXf“	Nastav setpoint na XXX°C.
		,d'	Vypiš měř. data na terminál

4 TESTOVÁNÍ

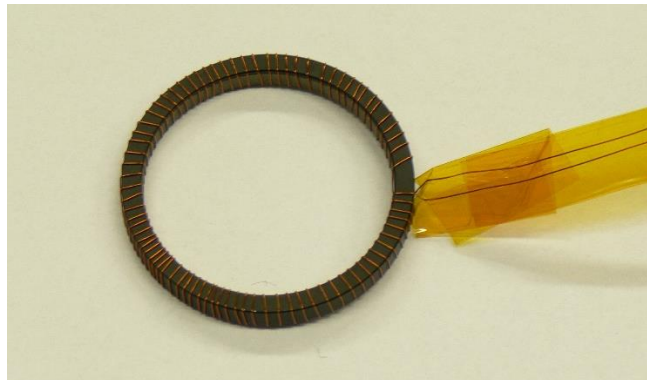
Nelepší způsob, jak otestovat funkčnost zařízení je proměřit nějaký konkrétní vzorek o známé T_C . První měření proběhlo manuálně, s ručním nastavováním Setpointu pece podle hodnot získaných při měření. Druhé měření již probíhalo automaticky. Během experimentu bylo třeba dávat pozor a při fázi chlazení snímat víko pece.

4.1 MĚŘENÍ VZORKU METGLAS 2714A

První vzorek Metglas 2714A má dle datasheetu $T_C = 225^\circ C$. [VII]. Jedná se o slitinu kobaltu, jejíž primární využití je v jádrech precizních transformátorů na vysoké frekvenci, nebo použití s magnetickými senzory. Dodává se ve formě tenké pásky navinuté na cívce. Pásek se vložil ve čtyřech vrstvách do keramického kroužku, na který bylo namotáno 83 závitů izolovaného měděného drátu. Celý vzorek byl umístěn do pece a měření zahájeno.

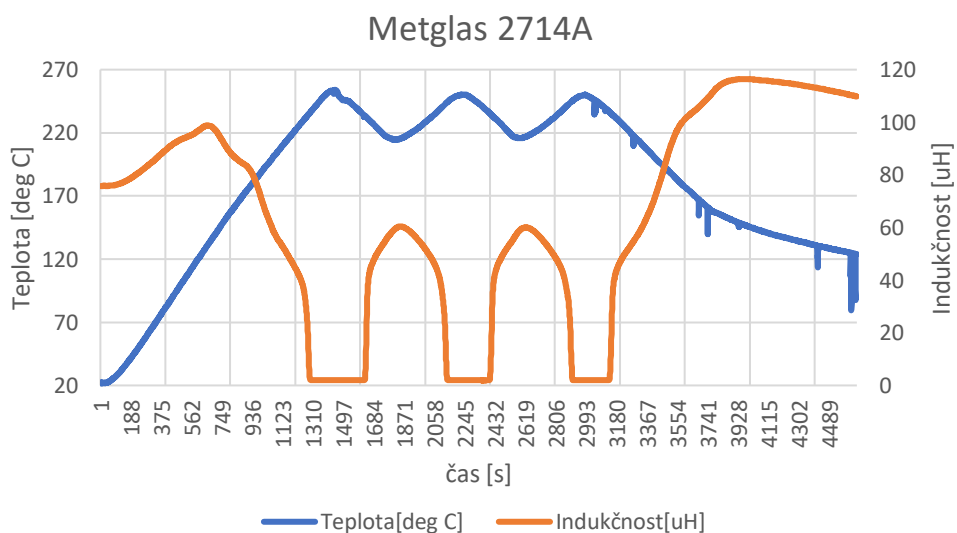


Obrázek 55 - Materiál 2714A



Obrázek 56 - 2714A v testovací cívce

Měření probíhalo opakovaně. Vzorek se třikrát zahřál nad T_C . Následující graf ukazuje průběh měření.



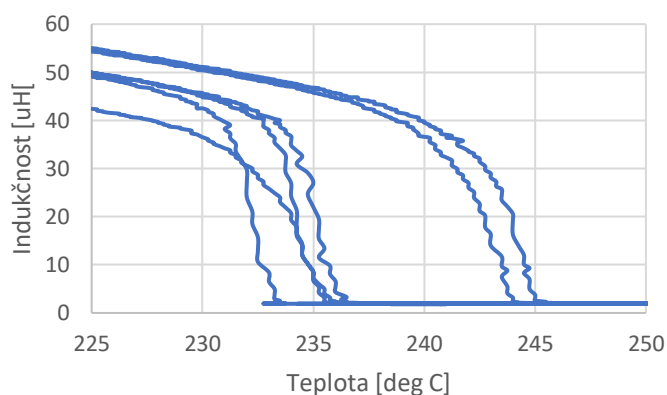
Obrázek 57 - Graf časového průběhu měření Metglas 2714A

Naměřená data byla následně podrobena analýze a v bodech největšího poklesu nebo nárůstu indukčnosti byla stanovena T_C . Výsledky byly znázorněny graficky a zapsány do tabulky.

Tabulka 3 – Vyhodnocení vzorku 2714A

Děj	T_C [°C]
První ohřívání na 250 °C	234.5
První chlazení na 220 °C	232.0
Druhé ohřátí z 220 °C na 250 °C	243.75
Druhé chlazení na 220 °C	234.25
Poslední ohřátí na 250 °C	244.0
Závěrečné zchlazení pece	234.75

Závislost indukčnosti na teplotě



Obrázek 58 - Graf závislosti indukčnosti na teplotě - 2714A

Dvě z hodnot se vymykají datasheetu [VII]. Tuto skutečnost si vysvětlujeme tvrzením, že ohřívání mohlo u vzorku způsobit efekt žíhání, čímž se jeho T_C mohla změnit. Alternativně se jedná o chybu způsobenou příliš rychlým měřením, kdy rychlé teplotní změny mohly mít neblahý vliv na homogenitu prostředí v peci a teplota termočlánku nemusela odpovídat teplotě vzorku.

4.2 MĚŘENÍ VZORKU VITROKOV

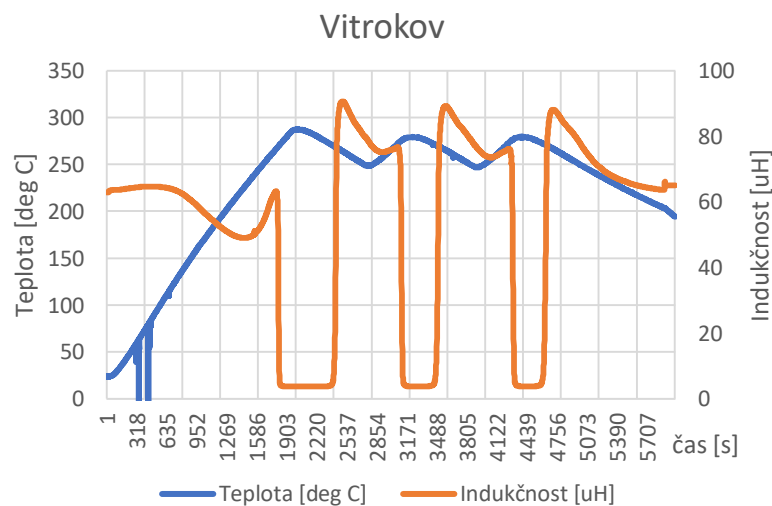
Druhým testovaným byl vzorek feromagnetické folie, na níž bylo lihovým popisovačem napsáno A88K. Později bylo zjištěno, že se jedná o materiál vyvinutý na Slovenské akademii věd. Jeho označení je Vitrokov.

Z tohoto materiálu byla nastříhána páska o šířce přibližně 2 až 3 mm. S tou se poté postupovalo stejně jako v předchozím případě namotáním do kroužku, namotáním závitů na cívku a následně bylo provedeno měření, tentokrát již plně automatizované. V průběhu bylo při chlazení pece snímáno víko pro urychlení měření.



Obrázek 59 - Vzorek A88K – „Vitrokov“

Na následujícím grafu lze pozorovat časový průběh měření. Zde jsou oproti materiálu 2714A výraznější poklesy indukčnosti. Vzhledem k tomu, že počet závitů cívky při obou měření byl stejný, je tento jev jistě způsoben odlišnými vlastnostmi materiálu.

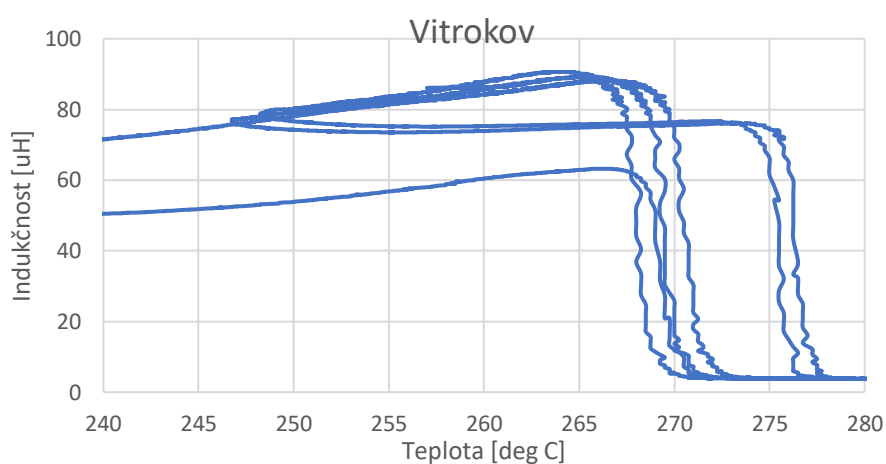


Obrázek 60 - Graf časového průběhu měření vzorku Vitrokov

Teplota, při které byl zaznamenán pokles indukčnosti byla vyšší než u předchozího vzorku. Po určení kritických bodů poklesu indukčnosti byly odečteny hodnoty T_C . Výsledky byly znázorněny graficky a zapsány do tabulky.

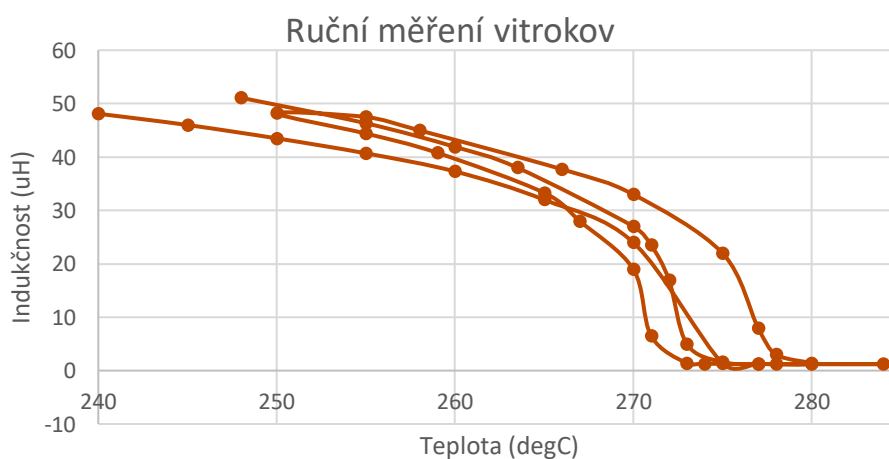
Tabulka 4 – Vyhodnocení vzorku Vitrokov

Děj	T_C [°C]
První ohřívání na 290°C	269.25
První chlazení na 250°C	268.25
Druhé ohřátí z 250°C na 290°C	275.25
Druhé chlazení na 250°C	269.25
Poslední ohřátí na 290°C	276.5
Závěrečné zchlazení pece	270.25



Obrázek 61 – Graf závislosti indukčnosti na teplotě - "Vitrokov"

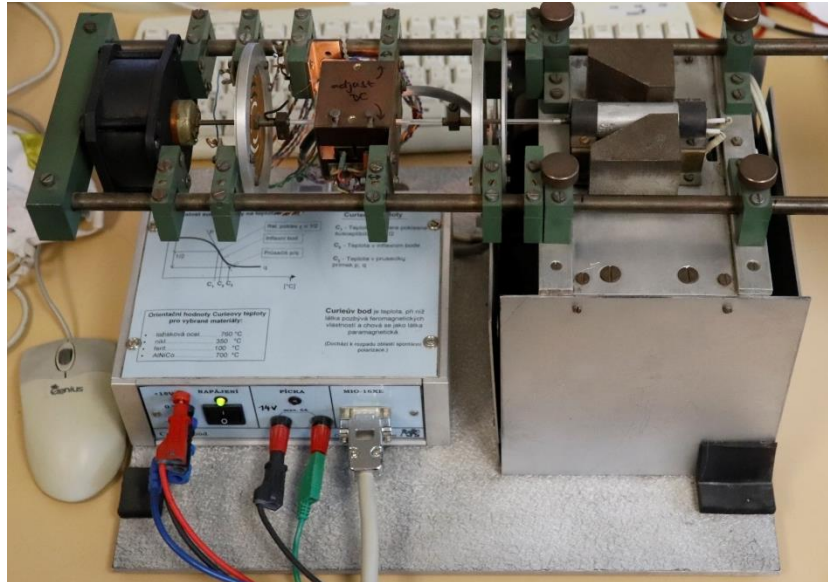
Porovnání s datasheetem v tomto případě nebylo možné, neboť se jedná o vědecký materiál bez patřičné dokumentace. Vedoucí práce však dříve provedl ruční měření tohoto vzorku a svolil, že pro účely této práce mohou prezentovat jeho data. Odhadovaná $T_C = 275^\circ C$.



Obrázek 62 - Graf ručního měření - Vitrokov

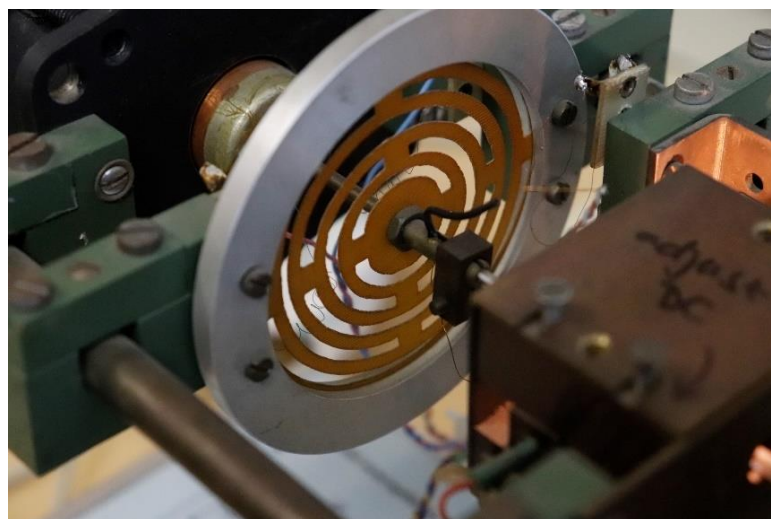
4.3 MĚŘENÍ SILOVOU METODOU

Jako ověření předchozích měření a názorná ukázka alternativní metody měření Curieho teploty byl v laboratoři magnetických senzorů opětovně zprovozněn přípravek pro měření T_C silovou metodou. Jedná se o mechanický systém s podélným umístěním měřeného vzorku na axiálním táhlu.



Obrázek 63 - System pro měření T_C silovou metodou

Vzorek je magnetem a pólovým nástavcem vtahován, dokud nedojde ve válci s topením k dostatečnému ohřátí vzorku. Mechanické membrány umožňují volný pohyb vzorku v podélné ose. Poloha táhla je detekována optickým snímačem a kompenzována proudem do elektromagnetu na druhé straně systému. Data jsou zaznamenána měřicí aplikací, která vyhotoví závislost susceptibility materiálu na teplotě. Je nutné celé měření pečlivě mechanicky připravit. Použitý vzorek se musí vměstnat do trubičky na konci táhla.



Obrázek 64 - Membrána umožňující podélný pohyb

Topení je v tomto případě zajištěno topnými dráty umístěnými v izolovaném válci v bezprostřední blízkosti měřeného vzorku. Zde se nachází i termočlánek pro měření aktuální

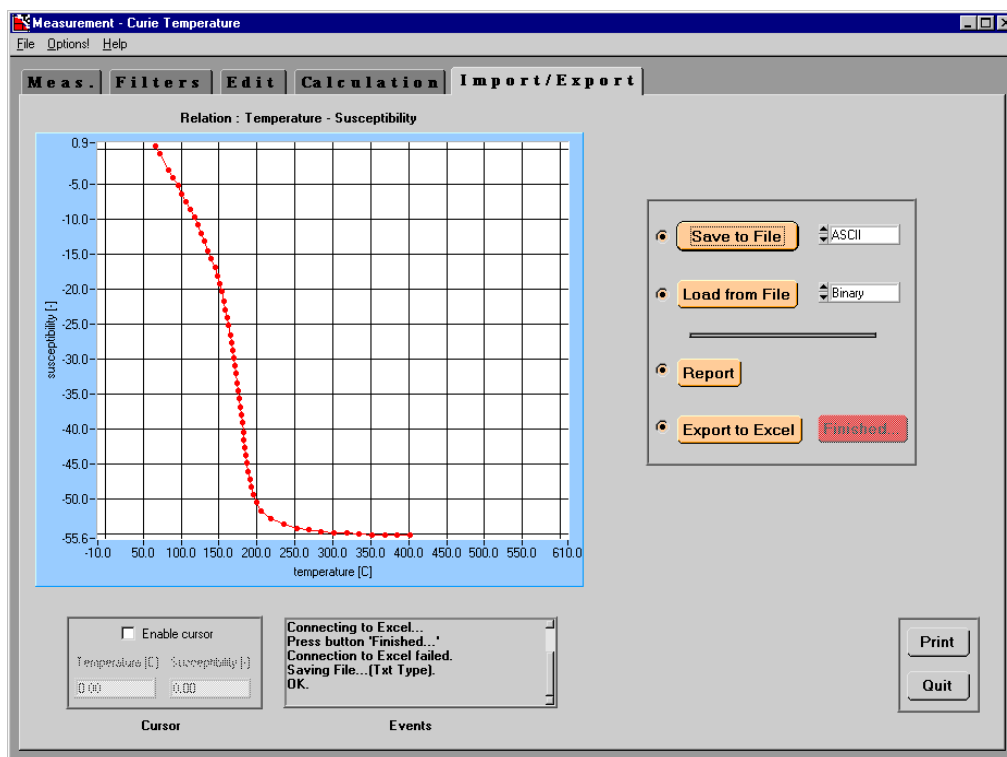
teploty při měření. Důležité je, aby se jednotlivé komponenty v peci nedotýkaly. Jinak je měření neúspěšné.



Obrázek 65 - Detail topení a termočlánu v izolovaném válci

Následující obrázek ukazuje vyhodnocení celého měření. Vidíme zřetelný pokles susceptibility. Z dat získaných při tomto měření byla stanovena Curieho teplota materiálu Metglas 2714A jako inflexní bod charakteristiky při poklesu susceptibility:

$$T_C = 221^\circ C$$



Obrázek 66 - Okno měřicí aplikace silové metody

5 ZÁVĚR

Cílem práce bylo navrhnout a sestavit kompletní automatizovaný systém pro měření Curieho teplot feromagnetik. Nejprve jsem prostudoval možnosti měření T_C a konstatoval, že zvolená metoda měření poklesu indukčnosti je ideální pro implementaci. Současně jsem navrhoval jednotlivé části systému. Definoval jsem konstrukci pece a dalších mechanických částí systému. Následně jsem určil potřebné elektronické komponenty a navrhl obvody pro jednotlivé části systému. Klíčové prvky, jako například převodník indukčnost – frekvence, jsem otestoval na nepájivém poli. Dále jsem navrhl desku plošných spojů. Tu jsem posléze osadil a oživil.

V dalším pokračování jsem se věnoval návrhu a realizaci softwaru pro komunikaci jednotlivých komponent, řízení systému a měření fyzikálních veličin. Po ověření funkčnosti jsem navrhl PC aplikaci pro záznam dat a řízení experimentu. Tato aplikace byla doladěována v průběhu testování na konkrétních vzorcích.

Tím se dostáváme k fázi testování. V laboratoři jsem prováděl měření na reálných vzorcích. Průběžně jsem odhaloval chyby a omyly v softwaru, které jsem postupně odstranil. Tato fáze byla velmi zdoluhavá, neboť každý cyklus měření trval cca. půl hodiny. Pro provedení dalšího experimentu bylo třeba čekat, až se pec dochladí. Zde jsem nejvíce pocítil časový deficit způsobený uzavřením školy.

Poté, co byl systém uveden do použitelného stavu, jsem se pustil do závěrečného měření reálných vzorků. Tato měření jsou prezentována ve čtvrté kapitole diplomové práce. Když to bylo možné, využil jsem katalogové listy pro ověření výsledků měření. Ve druhém případě jsem naměřená data srovnával s předchozími výsledky ručního měření. Konstatoval jsem, že výsledky měření jsou přijatelné. U prvního vzorku bylo navíc provedeno měření alternativní metodou silového určení T_C . K tomu byl využit starší přístroj z laboratoře magnetických senzorů ČVUT FEL, na kterém lze krásně demonstrovat složitost, ale i eleganci tehdejšího inženýrství.

Do budoucna by se zařízení jistě dalo vylepšit. Je zde prostor pro sofistikovanější řešení uživatelské aplikace, kde je možné ošetřit některé chyby a rozšířit parametry a nastavení experimentu. Nabízí se nastavení rychlosti výhřevu a dochlazování pece, určení počtu měřících cyklů, filtrace naměřených dat a další funkcionality, na které v závěru nezbyl čas.

6 SEZNAM LITERATURY

6.1 LITERATURA

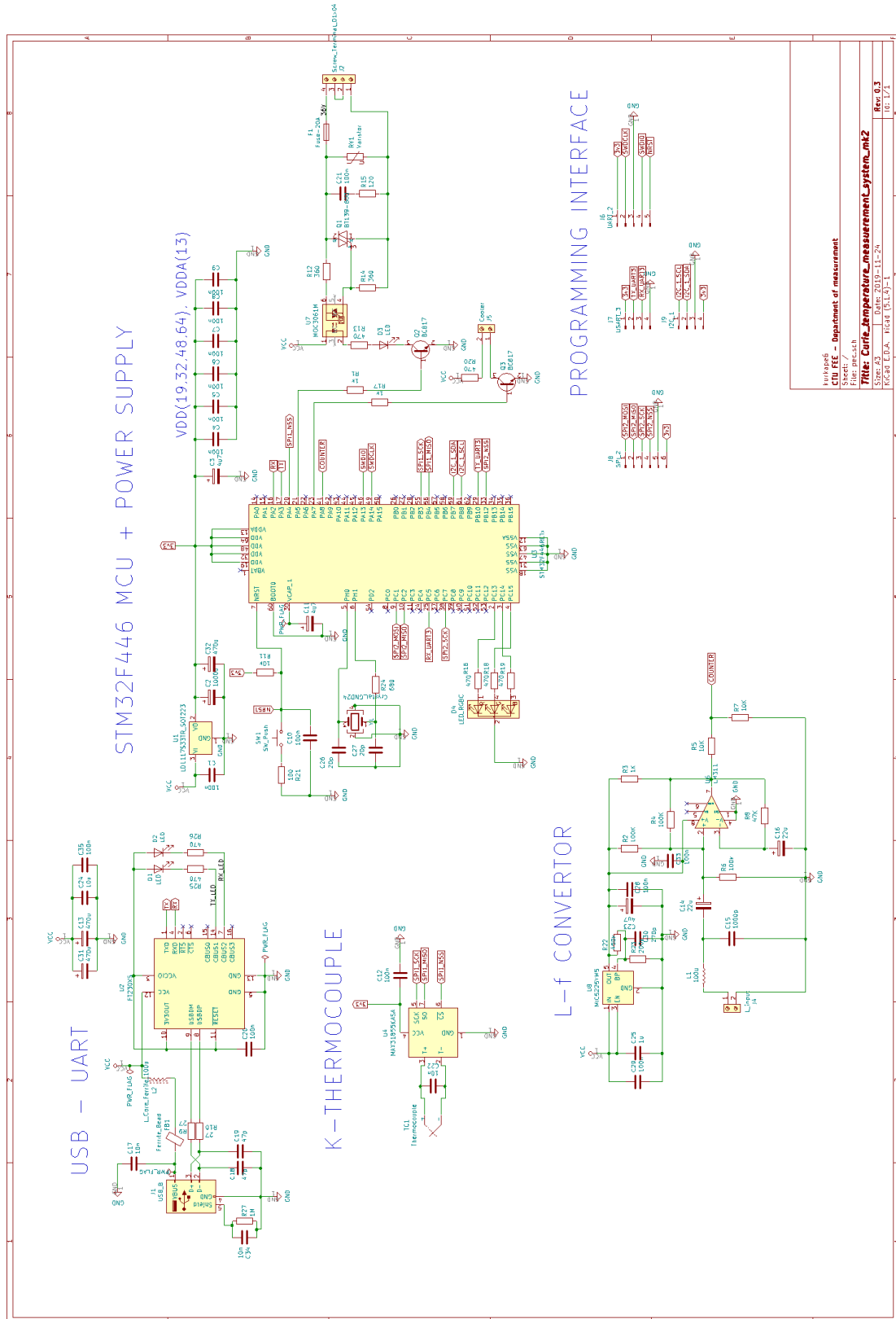
- [1] COEY, J. M. D. Magnetism and Magnetic Materials [online]. Cambridge University Press, 2012 [cit. 2020-05-20]. DOI: 10.1017/CBO9780511845000. ISBN 9780521016766.
- [2] DRAXLER, Karel, Petr KAŠPAR a Pavel RIPKA. Magnetické prvky a měření. Vyd. 3. V Praze: Česká technika - nakladatelství ČVUT, 2008. ISBN 978-80-01-03970-0.
- [3] HASIER, John, Maria Annichia RIOLO a Philip NASH. Curie temperature determination via thermogravimetric and continuous wavelet transformation analysis. EPJ Techniques and Instrumentation [online]. 2017, 4(1) [cit. 2020-05-20]. DOI: 10.1140/epjti/s40485-017-0040-y. ISSN 2195-7045. Dostupné z: <https://epjtechniquesandinstrumentation.springeropen.com/articles/10.1140/epjti/s40485-017-0040-y>
- [4] MARCON, Petr & Ostanina, K. (2012). Overview of Methods for Magnetic Susceptibility Measurement. Progress in Electromagnetics Research Symposium.
- [5] MILES, David M., Mirosław CIURZYNSKI, David BARONA, et al. Low-noise permalloy ring cores for fluxgate magnetometers. Geoscientific Instrumentation, Methods and Data Systems [online]. 2019, 8(2), 227-240 [cit. 2020-05-05]. DOI: 10.5194/gi-8-227-2019. ISSN 2193-0864. Dostupné z: <https://www.geosci-instrum-method-data-syst.net/8/227/2019/>
- [6] BEDNAŘÍK, Michal. Fyzika 1. V Praze: České vysoké učení technické, 2011. ISBN 978-80-0104-834-4.
- [7] HAASZ, Vladimír, Jan HOLUB, Michal JANOŠEK, Petr KAŠPAR a Vojtěch PETRUCHA. Elektrická měření: přístroje a metody. 3. přepracované vydání. Praha: Česká technika – nakladatelství ČVUT, 2018. ISBN 978-80-01-06412-2.

6.2 ONLINE ZDROJE, KATALOGOVÉ LISTY

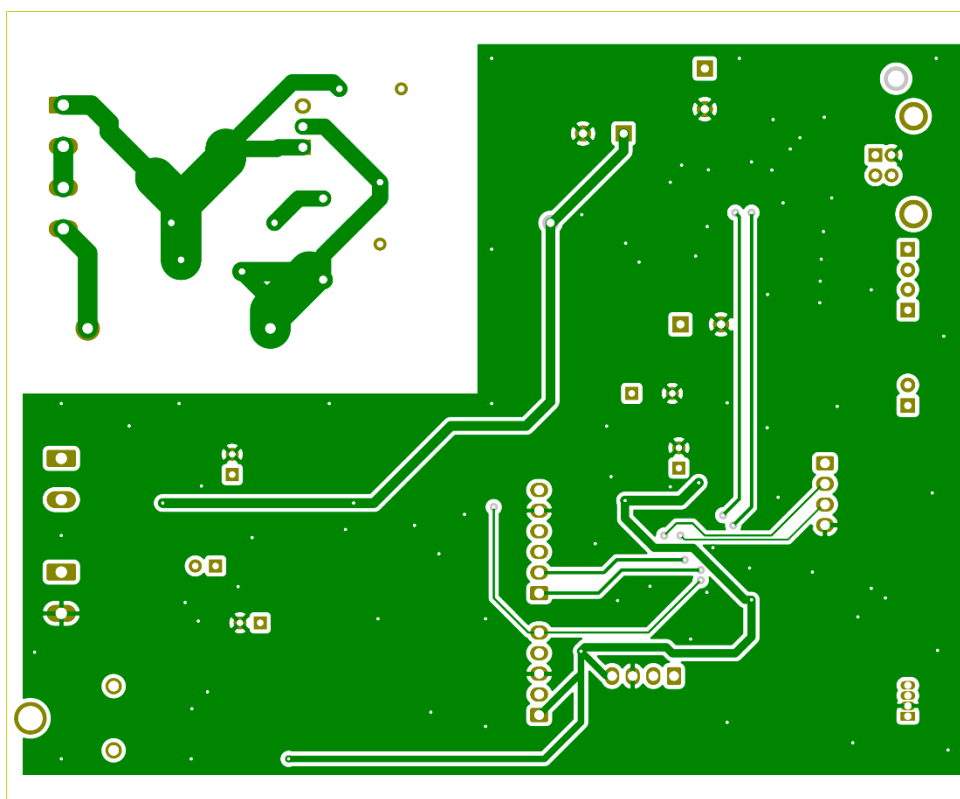
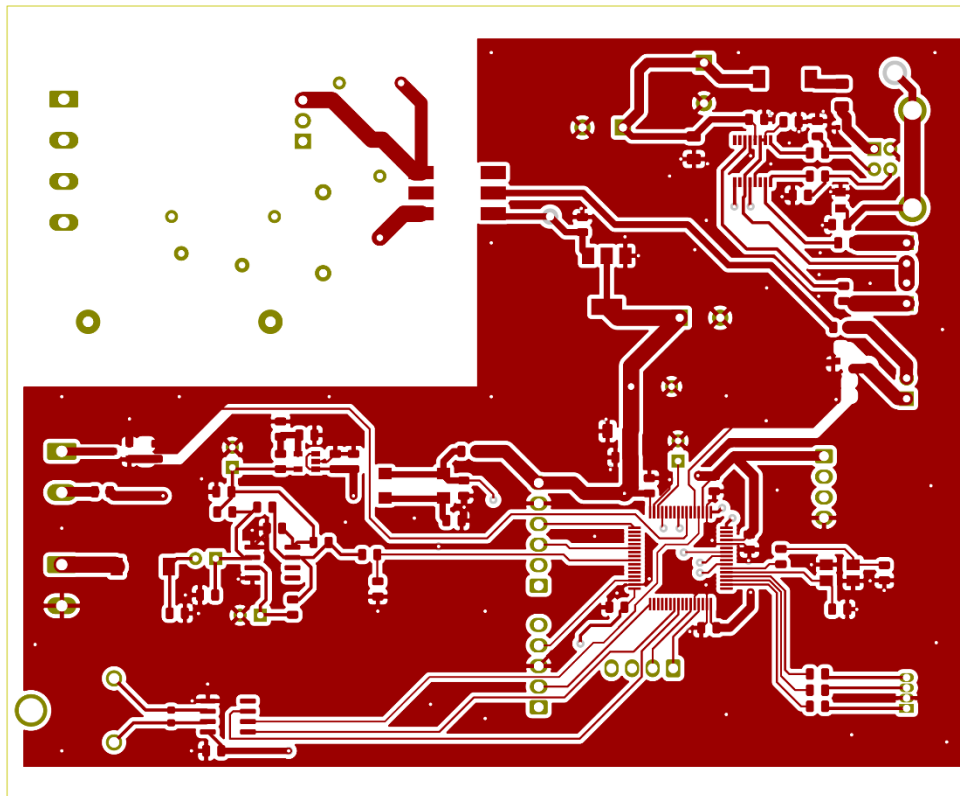
- [I] Very Accurate LC Meter based on PIC16F628A. Electronics-DIY [online]. [cit. 2020-04-15]. Dostupné z: https://electronics-diy.com/lc_meter.php
- [II] STM32F446RE Datasheet. ST Microelectronics [online]. [cit. 2020-02-26] Dostupné z: <https://www.st.com/resource/en/datasheet/stm32f446re.pdf>
- [III] Produktový list pěnového skla. A-GLAS [online]. [cit. 2020-05-03] Dostupné z http://www.a-glass.cz/public/media/A-GLASS_skladacka_A4_18-1212.pdf
- [IV] Pěnové sklo: Tepelná izolace s úžasnými vlastnostmi, Dřevostavitel [online]. [cit. 2020-05-03] Dostupné z: <https://www.drevostavitel.cz/clanek/penove-sklo/5452>
- [V] Železo. In: Wikipedia: the free encyclopedia [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2020 [cit. 2020-05-20]. Dostupné z: <https://cs.wikipedia.org/wiki/%C5%BDelezo>
- [VI] MAX31855: Cold-Junction Compensated Thermocouple-to-Digital Converter. Maxim integrated [online]. [cit. 2020-05-20]. Dostupné z: <https://www.maximintegrated.com/en/products/interface/sensor-interface/MAX31855.html>
- [VII] Magnetic Alloy 2714A (cobalt-based). Metglas [online]. [cit. 2020-05-15] Dostupné z: <https://metglas.com/wp-content/uploads/2016/12/2714A-Technical-Bulletin.pdf>
- [VIII] System Identification Toolbox. Mathworks [online]. [cit. 2020-05-19] Dostupné z: <https://www.mathworks.com/products/sysid.html>
- [IX] The Torque Magnetometer. Microsense [online]. [cit. 2020-05-12] Dostupné z: <http://www.microsense.net/Collateral/Documents/English-US/The%20Torque%20Magnetometer.pdf>
- [X] What is Hysteresis Loop. Vector [online]. [cit. 2020-04-01] Dostupné z: <http://www.vectormagnets.com/n1849177/what-is-Hysteresis-Loop.htm>
- [XI] Ferromagnetic Materials. Electrical 4U [online]. [cit 2020-04-01] Dostupné z: <https://www.electrical4u.com/ferromagnetic-materials/>

7 Přílohy

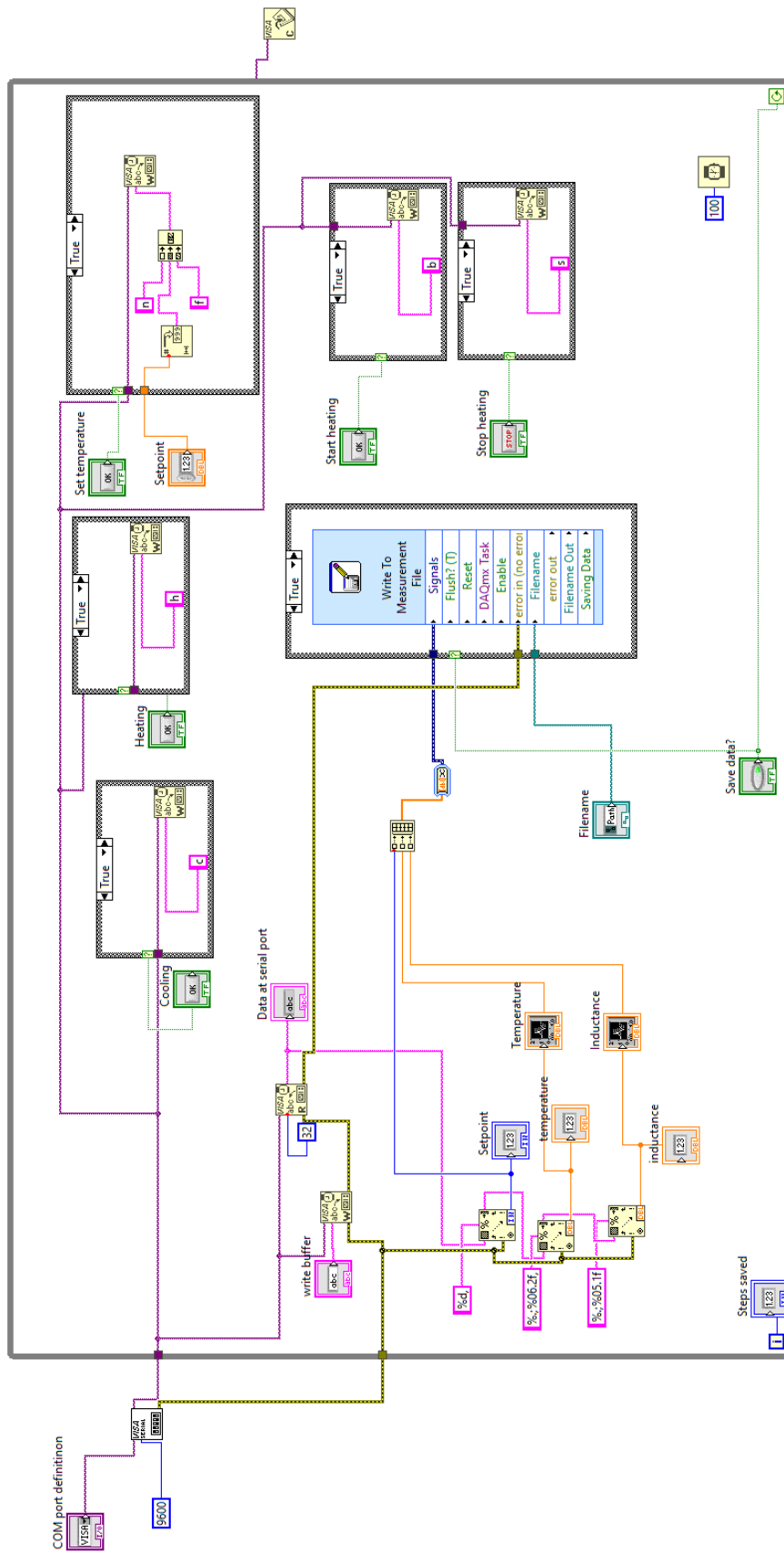
7.1 KOMPLETNÍ SHCÉMA



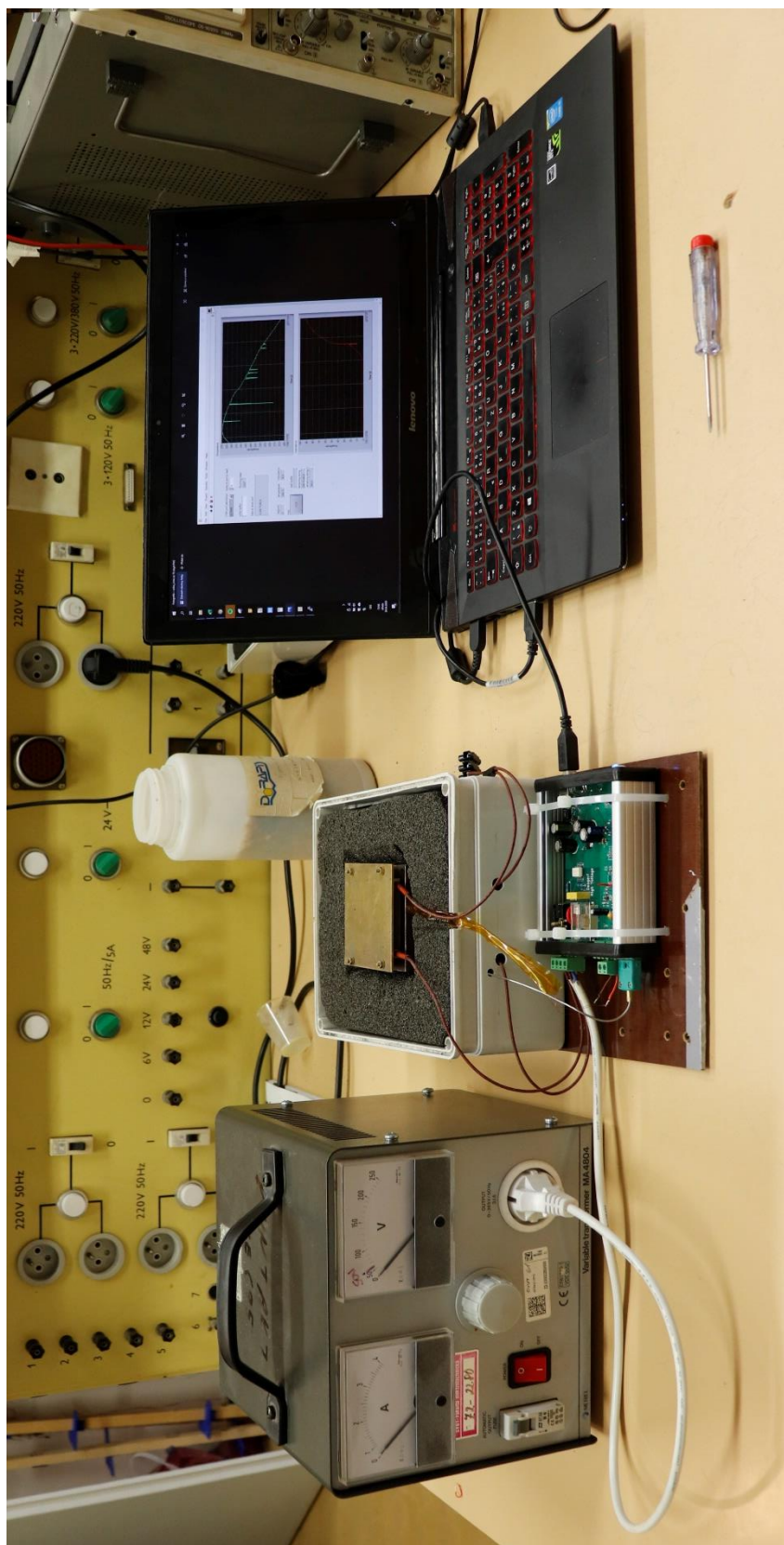
7.2 DESKA PLOŠNÝCH SPOJŮ



7.3 ZDROJOVÝ DIAGRAM LABVIEW



7.4 FOTOGRAFIE KOMPLETNÍHO SYSTÉMU



7.5 OBSAH CD

- CD/
 - /CUBEIDE_Project-Curie_oven_V_2_1.zip
 - /Curie_app_Labview_project.zip
 - /KiCAD_Project-Curie_board_V_xx.zip
 - /Curie_oven_application
 - /Curie_oven_app.aliases
 - /Curie_oven_app.exe
 - /Curie_oven_app.ini
 - /ReadMe.txt
 - /DP_Kurka_Petr_2020.pdf

