

Національна академія наук України
Інститут електродинаміки

Кваліфікаційна наукова
праця на правах рукопису

МІХАЛЬ ОЛЕКСАНДР ОЛЕКСІЙОВИЧ

УДК 621.317.73

ДИСЕРТАЦІЯ

РОЗВИТОК ТЕОРІЇ І ПРАКТИЧНА РЕАЛІЗАЦІЯ ІМІТАНСНИХ
МЕТОДІВ ПЕРЕТВОРЕННЯ ДЛЯ ЕТАЛОННИХ ТЕРМО- ТА
КОНДУКТОМЕТРИЧНИХ ВИМІРЮВАНЬ

Спеціальність 05.11.05 – "Прилади та методи вимірювання електричних і
магнітних величин"

Подається на здобуття наукового ступеня доктора технічних наук

Дисертація містить результати власних досліджень. Використання ідей, результатів і текстів інших авторів мають посилання на відповідне джерело



О.О. Міхаль

Науковий консультант Сурду Михайло Миколайович,
доктор технічних наук, професор, лауреат Державної премії СРСР

Київ – 2018

АНОТАЦІЯ

Міхаль О.О. Розвиток теорії і практична реалізація імітансних методів перетворення для еталонних термо- та кондуктометричних вимірювань. – Кваліфікаційна наукова праця на правах рукопису.

Дисертація на здобуття наукового ступеня доктора технічних наук за спеціальністю 05.11.05 "Прилади та методи вимірювання електричних та магнітних величин". – Інститут електродинаміки НАН України, Київ, 2018.

Дисертація присвячена вирішенню комплексної науково-прикладної проблеми подальшого розвитку теорії вимірювання іммітансу провідників першого або другого роду та створення прецизійних приладів і систем для термо- кондуктометрії з метрологічними характеристиками, що відповідають вимогам національних еталонів. Для її вирішення наукові задачі згруповані у три напрямки.

1. Розробка фізичних, математичних та електричних моделей ТК давачів для оцінки впливу факторів, що призводять до порушення ідеальної моделі в процесі вимірювання. Визначення розрахункових значень коефіцієнтів перетворення і поправок на неідеальність моделі.

2. Забезпечення інваріантності ТК вимірювальних кіл до неінформативних параметрів давачів.

3. Розробка науково-методичної бази метрологічного забезпечення створених ТК приладів, що відповідають вимогам національних еталонів.

В результаті вирішення сукупності задач отримані такі основні результати.

Спираючись на зв'язок між диференціальними характеристиками електромагнітного поля (напруженістю електричного поля, векторним магнітним та скалярним електричним потенціалом) та інтегральними характеристиками електричних кіл (електричним струмом та напругою), теоретично обґрунтовано, що в електричному полі провідника у вигляді стовпа розчину електроліту найбільше значення похибки, зумовленої зміною векторного магнітного потенціалу, не перевищує 0,01 ppm.

Розроблені математичні моделі коло-польових задач чотири електродних кондуктометричних давачів з розрахунковою константою для визначення складових методичної похибки, які дали змогу обчислити поправки до невилученої систематичної похибки, що зумовлена кінцевою товщиною струмових та потенціальних електродів або неідеально прямокутною формою профіля циліндричної поверхні. Це дало можливість отримати розрахункові параметри номінальних статичних характеристик перетворення кондуктометричних давачів з похибками на рівні 0,1-5 ppm.

Використовуючи імпедансні моделі стандартних платинових термоперетворювачів опору отримані вирази для обчислення поправок до невилученої систематичної похибки, що зумовлені змінним характером робочого струму, зокрема поверхневим ефектом у платиновому дроті (в діапазоні гелійових температур $t = (13-30)$ K) та шунтувальним ефектом кварцових елементів конструкції стандартного платинового термоперетворювача опору (в діапазоні високих температур $t = (900-1300)$ K).

Розроблена топологічна модель системи планарно розташованих гребінчастих електродів, поле яких у верхньому напівпросторі описуються 3D моделями, але дає змогу розраховувати функцію перетворення двоелектродного давача із використанням методів 2D аналізу, а саме теорії функцій комплексної змінної та конформних перетворень. Розв'язок у вигляді відношення еліптичних функцій дає можливість оптимізувати геометрію електродної системи.

Визначені функції перетворення та умови їх лінійності для чотирьох типів компенсаційно-мостових вимірювальних кіл, а саме: послідовно-послідовних, послідовно-паралельних, паралельно-послідовних, паралельно-паралельних з використанням базових рівнянь теорії чотириполюсників. Це дало змогу мінімізувати вплив на результат вимірювання неінформативних вхідних і вихідних опорів давачів, міри чи масштабних перетворювачів.

Запропоновано новий клас подвійноекранованих трансформаторних вимірювальних кіл, в яких поєднуються методи магнітного та екіпотенційного захисту контурів виділення напруги нерівноваги. Від відомих коаксіальних мостових

кіл, що мають два контури у просторі, в яких протікають прямий та зворотний струми, подвійноекрановані кола відрізняються наявністю третього контура. Він розміщується між першими двома, забезпечує функцію еквіпотенціального захисту та зменшує вплив на результат вимірювання паралельних (шунтуючих) адмітансів. Таким чином, зберігаються всі переваги коаксіальних мостів за наявності значної ємності індуктивного подільника напруги з тісним магнітним зв'язком та довгого вимірювального кабеля.

Завдяки використанню багатоконтурних вимірювальних кіл забезпечена інваріантність результату вимірювання до опорів під'єднання, через які протікає робочий струм термо- або кондуктометричного давача та взірцевої міри, в умовах, коли величина цих опорів співмірна або перевищує інформативний параметр – взаємний опір. Таким чином, апаратними методами досягнута інваріантність до повздовжніх неінформативних параметрів ТК давачів і повністю вирішується “yoke problem”.

Використання логометричного перетворення та варіаційного методу зрівноважування дало змогу для стандартних платинових термоперетворювачів опору з малим фазовим зсувом ($<0,003$) забезпечити похибку вимірювання термометричних мостів на рівні 0,1 ppm, але зменшити габарити, вагу та споживання приладу в 5-7 разів у порівнянні з кращими світовими аналогами.

Запропоновано новий метод перетворення імпедансів диференціального двоелектродного кондуктометричного давача. За допомогою пристрою з функцією передачі що пропорційна різниці двох імпедансів та зрівноваження залишкового сигналу забезпечена інваріантність функції перетворення вимірювального кола з диференціальними двоелектродними кондуктометричними давачами до неінформативних синфазних та квадратурних складових імпедансу, що перевищують інформативний параметр на два порядки.

На основі моделі міри нульового опору доведено, що її еквівалентний опір складає 0,1-0,001 нОм. Тому міру нульового опору можна використовувати для визначення адитивної похибки існуючих прецизійних термометричних мостів. Запропоновано новий метод вимірювання адитивної похибки на основі нового пі-

д'єднання відомої чотиризажимної міри опору практично довільного номіналу в якості міри нульового опору.

Запропоновано нові методи (бісекційний метод) вимірювання нелінійності функції перетворення термометричних мостів на рівні 0,1 ppm і нижче. Розроблені засоби вимірювання нелінійності, що використовують стабільні але не обов'язково точні міри опору.

Розроблено метрологічну модель державного еталона електролітичної провідності розчинів електролітів. Проведено аналіз та мінімізацію факторів впливу на невизначеність вимірювання, що дало змогу зменшити бюджет похибок з 44 до 7 складових.

Запропоновано уточнити визначення основної фізичної величини в кондуктометрії – електролітичної провідності. Вона має визначатися як *дійсна частина* відношення двох *комплексних* величин – напруженості електричного поля та щільності струму.

Наукова новизна одержаних результатів:

1. Вперше на основі аналізу коло-польових задач, фізичних моделей та електричних еквівалентних схем давачів, встановлено кількісний зв'язок між складовими похибки вимірювання і параметрами основних факторів впливу, що дало змогу забезпечити розрахунковість функції перетворення термо- та кондуктометричних давачів з похибкою яка відповідає вимогам еталонних вимірювань.

2. Вперше в мостах змінного струму поєднані методи магнітного та еквіпотенційного захисту контурів виділення сигналу нерівноваги, що дало змогу створити новий клас вимірювальних кіл – коаксіальні подвійноекрановані трансформаторні кола та тим самим забезпечити повну інваріантність перетворення до неінформативних внутрішніх та зовнішніх поперечних провідностей.

3. Набула розвитку теорія побудови мостових зрівноважених кіл змінного струму, а саме науково обґрунтовано використання багатоконтурних зрівноважених мостових кіл для компенсації сигналів від неінформативних параметрів давачів, що дало змогу досягти повної інваріантності до неінформативних внутрішніх

та зовнішніх поздовжніх опорів які співпадають або перевищують інформативний параметр та вирішити в цілому "yoke problem".

4. Набула розвитку теорія побудови мостових зрівноважених кіл змінного струму, а саме науково доведено, що застосування попередніх функціональних перетворювачів, функція перетворення яких визначається різницею імпедансів, дає змогу забезпечити виділення корисного сигналу в умовах, коли неінформативний параметр диференційного кондуктометричного давача на два порядки більший за інформативний.

5. Набула розвитку науково-методична база метрологічного забезпечення термо- та кондуктометричних приладів, зокрема теоретично обґрунтовані нові методи вимірювання адитивної похибки та не лінійності, спрощення метрологічної моделі еталону електролітичної провідності, що дало змогу контролювати основні метрологічні характеристики засобів вимірювання еталонного рівня в умовах відсутності мір відповідної точності та обґрунтувати високі результати міжнародних звірянь державного еталона електролітичної провідності.

Практичне значення. Результати роботи на практиці дозволили:

А) Зменшити похибки ТК засобів вимірювання в декілька разів у порівнянні з існуючими засобами і досягнути рівня 1-0,1 ppm. Розробити прецизійні термо- та кондуктометричні прилади змінного струму, які є основою інформаційно вимірювальних систем для трьох державних еталонів України: еталона одиниці температури Кельвіна в діапазоні від 273,16 до 1357,77 К (ДЕТУ 06-05-98), еталона одиниці електролітичної провідності рідин (ДЕТУ 05-02-04), еталона одиниці енергії згоряння (ДЕТУ 06-04-97). Еталон одиниці електролітичної провідності рідин за принципом дії не має світових аналогів, а за результатами міжнародних звірянь перебуває у трійці найкращих поряд з еталонами США та Німеччини.

Б) Створити необхідну документацію для дрібно-серійного виробництва засобів вимірювання температури та електричної провідності з унікальними метрологічними характеристиками, виготовити експериментальні зразки та передати їх у регіональні метрологічні центри України і за кордон. Зокрема, термометричні мости СА300 за метрологічними характеристиками не поступаються кращим сві-

товим зразкам, але мають у 5-7 разів менші габарити, вагу та потужність споживання.

В) Забезпечити кращу стабільність та відсутність дрейфів в термо- та кондуктометричних приладах загально промислового призначення. Таким чином спростити процедуру калібрування термокондуктометра КЦ-ЗС для вимірювання зольності цукру чи забезпечити вимірювання температури в калориметрах з одиницею молодшого розряду нижче, ніж 10 мК, наприклад прилад «Delta R».

Г) Розробити нормативні документи для покращення ефективності забезпечення єдності термо- та кондуктометричних вимірювань, зокрема розробити проекти: державного стандарту ДСТУ 4448 «Державна повірочна схема для засобів вимірювання електролітичної провідності рідин» та нових методик контролю надмалих складових похибки (10^{-7} та менше).

Ключові слова: вимірювання, імпеданс, температура, електролітична провідність, давач, міст, індуктивний дільник напруги, похибка, первинний еталон

Список публікацій в яких опубліковані основні наукові результати.

1. Сурду М.Н., Михаль А.А., Изволенская Н.Е. Кондуктометрический преобразователь. *Техн. электродинамика*. 1992. № 2. С. 101–104.
2. Сурду М.Н., Михаль А.А., Шве́ц Т.В. Метрологическое обеспечение измерений УЭП растворов в океанологических и промышленных измерениях. *Украинский метрологический журнал*. 1998. №3. С. 21–25.
3. Гриневич Ф.Б., Сурду М.Н., Михаль А.А., Шве́ц Т.В., Кромпляс Б.А., Мелешук Д.В. Прецизионный мост переменного тока для работы в диапазоне частот 125-925 Гц. *Техн. электродинамика*. Тематический выпуск «Проблемы современной электротехники». 2000. Ч. 3. С. 76–78.
4. Кромпляс Б., Михаль А., Сурду М. Прецизионный термометрический мост СА300. *Вимірювальна техніка та метрологія*. 2003. Вип. 63. С. 95-99.
5. Мелешук Д.В., Михаль А.А. Погрешность платиновых термометров сопротивления, вызванная поверхностным эффектом в проводе чувствительного элемента. *Техн. электродинамика*. 2004. №2. С. 69–71.

6. Гаврилкін В.Г., Нагібін С.М., Прокопенко Л.В., Рожнов М.С., Балаховцева Л.С., Сурду М.М., Міхаль О.О. Державний первинний еталон одиниці електролітичної провідності рідин. *Український метрологічний журнал*. 2006. № 3. С. 47–51.
7. Левицкий А. С., Медведенко М.П., Михаль А.А. Расчет коэффициента преобразования планарной системы электродов с гребенчатой геометрией. *Техн. електродинаміка*. 2006. №5. С. 9–16.
8. Мельник В.Г., Василенко А.Д., Медведенко М.П., Михаль А.А., Солдаткин А.А. Исследование информативных параметров дифференциальных кондуктометрических биосенсоров. *Технічна електродинаміка*. Тематичний випуск: "Проблеми сучасної електротехніки". 2006. Ч. 3. С. 119–124.
9. Михаль А.А. Актуальные задачи исследования кондуктометрических биосенсорных измерителей. *Праці Інституту електродинаміки НАН України*. Київ. 2006. №2 (14). С. 137–138.
10. Михаль А.А., Рубанчук М.П. Расчет коэффициента преобразования кондуктометрического датчика биосенсора. *Технология и конструирование в электронной аппаратуре*. 2007. №5. С. 35–39.
11. Михаль А.А. Особенности построения измерительной цепи для кондуктометрических биосенсорных преобразователей. *Праці Інституту електродинаміки НАН України*. Київ. 2007. №1 (16). Ч.2. С. 142–144.
12. Мельник В. Г., Рубанчук М.П., Михаль А.А. Измерительные цепи для кондуктометрических преобразователей с дифференциальными двухэлектродными датчиками. *Техн. електродинаміка*. 2008. № 2. С. 58–64.
13. Михаль А.А., Семенычева Л.Н., Сурду М.Н. Методика определения нелинейности прецизионных термометрических измерителей. *Техн. електродинаміка*. 2008. № 4. С.75–79.
14. Михаль А.А. Метод половинных сечений для контроля погрешности линейности прецизионных термометрических мостов. *Технічна електродинаміка*. 2009. № 4. С. 71-74.

15. Михаль А.А., Синицкий О.П., Тимошенко О.Л. Анализ факторов влияющих на метрологические характеристики основных типов кондуктометрических ячеек в эталонах электролитической проводимости. *Вимірювальна та обчислювальна техніка в технологічних процесах*. 2008. № 2 (32). С.23-29.
16. Dzyadevych S.V., Soldatkin A.P., Soldatkin A.A., Peshkova V.N., Vasilenko A.D., Melnik V.G., Mikhal A.A., Semenycheva L.N., Rubanchuk M.P. Four-channel biosensor's analyzer of saccarides. *Sensor Electronics and Microsystem Technologies*. 2009. № 3. С. 47–53.
17. Глухенький А.И., Михаль А.А. Расчетная оценка составляющих импеданса цилиндрического проводника при их измерении на переменном токе. *Техн. електродинаміка*. 2010. № 1. С. 15–22.
18. Глухенький А.И., Михаль А.А. Оценка погрешности эталонной кондуктометрической ячейки, обусловленной неэквипотенциальностью поверхности электродов. *Технічна електродинаміка*. 2011. № 1. С.76–82.
19. Михаль А.А., Мелешук Д.В. Импедансная модель прецизионных платиновых термометров сопротивления в области высоких температур. *Техн. електродинаміка*. 2012. № 4. С. 73–79.
20. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Metody wykrywania składowej addytywnej błędu w precyzyjnych mostkach termometrycznych. *Pomiary Automatyka Kontrola*. 2012. Vol. 58, № 12. P. 1033–1036 (in Polish)
21. Гребеньков І., Міхаль О. Метод віднімання імпедансів у кондуктометричних біосенсорних перетворювачах. *Метрологія та прилади*. 2013. №1. С. 15–18. (Укр.)
22. Михаль А.А., Мелешук Д.В., Душко А.А. Комбинированный метод измерения импеданса в термометрических мостах с вариационным уравниванием. *Техн. електродинаміка*. 2013. № 4. С. 88–92. (Scopus)
23. Gavrylkin V.G., Glukhenkiy A.I., Mikhal A.A. An Analysis of the Error When Determining the Constant of the Primary Standard Conductometric Cell. *Measurement Techniques*. 2013. Vol. 56. Issue 8. P. 935–941. (Scopus)

24. Міхаль О., Гребеньков І. Аналіз метрологічних характеристик вимірювального кола з порівнянням струмів для кондуктометричних біосенсорів. *Метрологія та прилади*. 2014. №3. С. 37–43. (Укр.)
25. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Electromagnetic Protection in High Precision Tri-axial Thermometric AC Bridge. *Progress in Automation, Robotics and Measuring Techniques*, vol. 3, Measuring Techniques and Systems, Advances in Intelligent Systems and Computing 352, Springer (2015) P.147–156. (Scopus)
26. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Geometric part of uncertainties in the calculation constant of the primary four electrode conductivity cell. *ACTA IMEKO*. 2015. Vol. 4, No 2. P. 18–22. (Scopus)
27. Mikhal A.A., Warsza Z.L., Gavrylkin V.G. Primary Standard of Electrolytic Conductivity Based on the AC Four Electrode Cell. *Challenges in Automation, Robotics and Measurement Techniques. Advances in Intelligent Systems and Computing* 440. Springer (2016). P. 867–879. (Scopus)
28. Mikhal A.A., Warsza Z.L., Gavrylkin V.G. Experimental evaluation of dynamic properties of the four electrode reference conductivity cells. *Measurement Automation Monitoring*. 2015. Vol. 61. № 10. P. 456–459.
29. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Influence of AC field distribution on impedance of the conductivity cell. *Measurement Automation Monitoring*. 2015. Vol. 61. № 11. P. 521–525
30. Михаль А.А., Мелешук Д.В., Гребеньков И.Н. Экспериментальные исследования импеданса кондуктометрического интерфейса Pt/H_2O и Pt/KCl на частотах 10 кГц – 1 МГц. *Техн. электродинамика*. 2016. №6. С. 76–82. (Scopus)
31. Mikhal A.A., Glukhenkyi A.I., Warsza Z.L. Factors of AC Field Inhomogeneity in Impedance Measurement of Cylindrical Conductors. *Recent Advances in Systems, Control and Information Technology, Advances in Intelligent Systems and Computing* 543, Springer (2017). P. 535–545. (Scopus)
32. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Nowe metody sprawdzania błędu addytywnego i nieliniowości precyzyjnych termometrycznych mostków AC. VI Kongres Metrologii,

Metrologia krolowa badan stosowanych. Poland, Kielce-Sandomierz, 19-22 czerwca, 2013. P. 201-202.

33. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Influence of geometric Uncertainties on the Accuracy of calculated constant of the primary conductivity cell. 11th International Symposium on *Measurement and Quality Control*. IMEKO ISMQC 2013, Poland, Cracow-Kielce, 11-13 September, 2013, P.87. (Scopus)

34. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Simply Methods to Measure the Additive Error and Integral Nonlinearity of Precision Thermometric Bridges. Symposium on *Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science*, TEMPMEKO-2013, Portugal, Funchal, Madeira, October 14-18, 2013. Book of Abstracts. P. 351.

35. Mikhal A.A., Warsza Z.L., Gavrylkin V.G. Evaluation of the uncertainty of electrolytic conductivity primary standard. Proceedings conference "*Problems and progress in metrology (ppm'15)*". Koscielisko, Poland, 07-10 june, 2015. P. 86-92.

36. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Impact of AC electric field non-uniformity on impedance of the conductivity cell. Electronic Proceedings of XXI IMEKO World Congress. *Measurement in Research and Industry*. Prague, Czech Republic, August 30 – September 4, 2015. P. 2266-2270. (Scopus)

37. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Bisection method for measuring Integral Nonlinearity of Precision Thermometry Bridges. International Symposium on *Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science*, TEMPMEKO-2016. Zakopane, Poland, 26 June-1July, 2016. Book of Abstracts. P. 86.

38. Спосіб визначення адитивної складової похибки прецизійного засобу а електричного опору: пат. 60108 Україна: МПК G01R 27/02, G01R 17/00, № u 201013970; заявл. 23.11.10; опубл. 10.06.11, Бюл № 11. 7 с.

39. Кондуктометричний перетворювач біосенсора: пат. 77278 Україна: МПК G01N27/04, G01N27/28. № u 201208265; заявл. 06.07.12; опубл. 11.02.13 Бюл. №3. 6 с.

40. ДСТУ 4448:2005 Метрологія. Державна повірочна схема для засобів вимірювання електролітичної провідності рідин. Київ, ДП «УкрНДНЦ». 2006. 9 с.

ANNOTATION

Mikhal O.O. Development of the theory and the practical realization of immitance conversion methods of transformation for primary thermo- and conductometric measurements. – Manuscript.

The thesis for a Doctor of Engineering Sciences degree by specialty 05.11.05 – devices and methods of measuring electric and magnetic quantities. – Institute of Electrodynamics, National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, 2018.

Dissertation for the degree of Doctor of Technical Sciences in specialty 05.11.05 "Devices and methods of measuring electric and magnetic quantities". - Institute of Electrodynamics of NAS of Ukraine, Kyiv, 2018.

The dissertation is devoted to solving the complex scientific and applied problems of increasing accuracy to the level of national standards of thermo- and conductometric measurements with immittance sensors.

To solve it, three clusters of tasks are formulated.

1. Development of physical, mathematical and electrical models of TC sensors to assess the influence of factors that lead to a violation of the ideal model in the measurement process. Determination of the calculated values of the conversion factors and corrections to the model's non-ideality.

2. Ensuring the invariance of TC measuring circles to non-informative sensor parameters.

3. Development of the scientific and methodological base of the metrological support of the created TC instruments of the level of national standards.

As a result of solving these problems, the following main results were obtained.

Based on the relationship between the differential characteristics of the electromagnetic field (electric field strength, vector magnetic and scalar electric potential), and the integral characteristics of electric circuits (electric current and voltage), it is theoretically grounded that the electric field of the conductor in the form of a column of a solution of an electrolyte, the greatest significance of the error caused by the change in the vector magnetic potential does not exceed 0.01 ppm.

Circuits-field tasks have been developed to determine the components of the methodological error of four electrode conductive metering sensors with a calculated constant, which made it possible to calculate corrections to the systematic error due to the finite thickness of current and potential electrodes, or the non-ideal rectangular profile of the cylindrical surface. This made it possible to obtain the calculated parameters of the nominal static characteristics of conductometric sensors with errors of 0.1-5 ppm.

Using the impedance models of the standard platinum resistance thermometer, the expressions were obtained for calculating the corrections to the systemic error caused by the AC nature of the operating current, in particular, the skin effect in the platinum wire (in the range of cryogenic temperatures (13-30) K), and shunt effect of quartz elements of the platinum resistance thermometer design (in the range of high temperatures (900-1300) K).

The topological model of the system of planarly located combing electrodes whose field in the upper half-space is described by 3D models is developed but allows to calculate the transformation function of a two-electrode sensor using 2D analysis methods, namely, the theory of functions of complex variable and conformal transformations. The solution in the form of the ratio of elliptic functions gives an opportunity to optimize the geometry of the electrode system.

The transformation functions and conditions of their linearity for the four types of compensating bridge measuring circuits are defined, namely: series-series, series-parallel, parallel-series, parallel-parallel with the use of basic equations of the theory of quadruples. This made it possible to minimize the effect on the measurement result of non-informative longitudinal impedances and to take into account the input and output resistance of the sensors, reference or scale converters.

A new class of coaxial be-shielded transformer measuring circuits is proposed, in which the methods of magnetic and electrostatic protection of equilibrium loops are combined. From known coaxial bridge circles having two contours in space, in which direct and reverse currents occur, the coaxial be-shielded circles are distinguished by the presence of the third contour. It is placed between the first two, provides the function of equipotential protection and reduces the influence on the result of measurement of shunt

admittances. Thus, all advantages of coaxial bridges are preserved in the presence of a significant capacity of an inductive voltage divider with a close magnetic connection and a long measuring cable.

Due to the use of multi-loop measuring circles, the invariance of the measurement result to the load resistance takes place, provided that the magnitude of these resistances is comparable or exceeds the informative parameter. Thus, by hardware methods, invariance to longitudinal non-informative sensor parameters is achieved and the "yoke problem" is completely solved.

The use of logometric transformation and variation of the equilibrium method enabled for standard platinum resistance thermometer with a small phase shift ($<0,003$) to provide an error of measurement of thermometric bridges at the level of 0.1 ppm, but to reduce the size, weight and consumption of the device in 5-7 fold compared with the best world analogues.

A new method for transforming impedances of a differential two-electrode conductivity sensor is proposed. By means of a device with a transfer function that is proportional to the difference between two impedances and the balancing of the residual signal, the invariance of the transformation function of the measuring circle with differential two-electrode conductivity sensors to the non-informative components of the impedance, which exceeds the informative parameter by two orders of magnitude, is ensured.

Based on the model of the zero resistance standards, it is proved that its equivalent resistance is 0.1-0.001 nOm. Therefore, the zero resistance standards can be used to determine the additive error of existing precision thermometric bridges. A new method of measurement of additive error is proposed on the basis of a new connection of a known four-clamping measure of resistance of practically arbitrary face value as a zero resistance standard.

New bisection method for measuring the nonlinearity of the transformation of thermometric bridges at the level of 0.1 ppm and below is proposed. The tools of control of nonlinearity, using stable but not necessarily accurate resistors, are developed.

The metrological model of the Ukraine's national standard for the unit of electrolytic conductivity is developed. The analysis and minimization of the factors of influence on measurement uncertainty have been carried out, which made it possible to reduce the budget of errors from 44 to 7 components.

It is proposed to clarify the definition of the basic physical value in conductometry – electrolytic conductivity. For harmonic excitation it must be defined as the *real part* of the ratio of two complex values – the electric field strength and current density.

Scientific novelty of the obtained results:

1. For the first time, on the basis of the analysis of chain-field task, physical models and electric equivalent circuits of sensors, a quantitative relationship was established between the components of the measurement error and the parameters of the main factors of influence, which made it possible to provide the calculation of the transformation function of the thermo- and conductometric sensors with an error corresponding to requirements of primary measurements.

2. For the first time, in the bridges of alternating current, the methods of magnetic and electrostatic protection of the contours of the allocation of a nonequilibrium signal have been combined, which made it possible to create a new class of measuring circles-coaxial double-shielded transformer circles and thus ensure the complete invariance of transformation into non-informative internal and external transverse conduction.

3. The theory of constructing bridge equilibrium circuits of the AC has developed, namely, scientifically grounded the use of multi-contour balanced equilibrium circles to compensate for signals from noninformative sensor parameters, which made it possible to achieve complete invariance to noninformative internal and external longitudinal resistances that coincide or exceed the informative parameter and to solve in general, "yoke problem".

4. The theory of constructing bridge equilibrium circuits has developed, namely, it has been scientifically proved that the use of the previous functional converters, whose function of transformation is determined by the difference in impedances, enables the allocation of a useful signal in conditions where the noninformative

parameter of the differential conductivity meter is two orders of magnitude larger than Informative.

5. The scientific and methodological base of the metrological support of thermo- and conductometric devices has developed, in particular the theoretically grounded new methods of control of additive error and nonlinearity, simplification of the metrological model of the electrolytic conductivity standard, which made it possible to control the basic metrological characteristics of the means of measuring the reference level in the absence of measures of appropriate accuracy and to justify the high results of international tests of the state standard of electrolytic conductivity.

Practical meaning. The results of the work in practice allowed:

A) Reduce the errors of TC measuring devices several times compared with existing ones and reach a level of 1-0.1 ppm. To develop precision thermocouples and conductometric alternating current devices that are the basis of information measuring systems for three state standards of Ukraine: the standard of the Kelvin temperature unit in the range from 273.16 to 1357.77 K (DETU 06-05-98), the standard of the unit of electrolytic conductivity liquids (DETU 05-02-04), standard of unit of combustion energy (DETU 06-04-97). The standard of the unit of electrolytic conductivity of liquids on the principle of action does not have world counterparts, and according to the results of international tests is in the top three among the standards of the USA and Germany.

B) Create the necessary documentation for the production of small-scale production of means for measuring temperature and electrical conductivity with unique metrological characteristics, to make experimental samples and transfer them to regional metrological centers of Ukraine and abroad. In particular, the thermometric bridges of the CA300, according to metrological characteristics, are not inferior to the best world standards, but have 5-7 times smaller dimensions, weight and power consumption.

B) Ensure better stability and the absence of drift in thermo- and conductometric devices for general industrial use. In this way, simplify the calibration procedure of the KII-3C thermoconductometer to measure the sugar ash content, or to provide a temperature measurement in calorimeters with a junior unit lower than 10 μ K, for example, the "Delta R" device.

D) Develop normative documents for improving the efficiency of ensuring the unity of thermo- and conductometric measurements, in particular, to develop projects: the state standard DSTU 4448 "State verification scheme for measuring the electrolytic conductivity of liquids" and new methods for controlling excessive component errors (0.1 ppm and less).

Key words: measurement, impedance, temperature, electrolytic conductivity, sensor, bridge, inductive voltage divider, error, primary standard

List of publications in which the main scientific results are published.

1. Surdu M.N., Mikhal A.A., Izvolenskaya N.E. Conductometric converter. *Tekhnichna Elektrodynamika*. 1992. № 2. P. 101-104. (Rus.)
2. Surdu M.N., Mikhal A.A., Shvets T.V. Metrological support of measurements of UEP solutions in oceanological and industrial measurements. *Ukrainian metrology journal*. 1998. № 3. P. 21-25. (Rus.)
3. Grinevich F.B., Surdu M.N., Mikhal A.A., Shvets T.V., Kromplyas B.A., Meletschuk D.V. Precision AC bridge for operation in the frequency range 125-925 Hz. *Tekhnichna Elektrodynamika*. Thematic issue "Problems of modern electrical engineering". 2000. V. 3. P. 76-78. (Rus.)
4. Kromplyas B., Mikhal A., Surdu M. Precision thermometric bridge CA300. *Measuring equipment and metrology*. 2003. V 63. P. 95-99. (Rus.)
5. Meleshchuk D.V., Mikhal A.A. Accuracy of platinum resistance thermometers caused by the skin effect in the wire sensor element. *Tekhnichna Elektrodynamika*. 2004. №2. P. 69-71. (Rus.)
6. Gavrilkin V.G., Nagybin S.M., Prokopenko L.V., Rozhnov M.S., Bala-khovtseva L.S., Surdu M.M., Mikhal O.O. State primary standard of the unit of electrolytic conductivity of liquids. *Ukrainian Metrological Journal*. 2006. № 3. P. 47 – 51. (Rus.)
7. Levitsky A.S., Medvedenko M.P., Mikhal A.A. Calculation of the transformation coefficient of a planar electrode system with a finger geometry. *Tekhnichna Elektrodynamika*. 2006. №5. P. 9–16. (Rus.)

8. Melnik V.G., Vasilenko A.D., Medvedenko M.P., Mikhal A.A., Soldatkin A.A. Research of informative parameters of differential conductometric biosensors. *Tekhnichna elektrodinamika*. Thematic issue: "Problems of electric engineering". 2006. Part 3. P. 119-124. (Rus.)
9. Mikhal A.A. Actual problems of the study of conductometric biosensor meters. *Proceedings of the Institute of Electrodynamics of NAS of Ukraine*. Kiev. 2006. No. 2 (14). P. 137-138. (Rus.)
10. Mikhal A.A., Rubanchuk M.P. Calculation of the conversion factor of the conductivity sensor of the biosensor. *Technology and design in electronic equipment*. 2007. №5. P. 35–39. (Rus.)
11. Mikhal AA Features of measuring circuit construction for conductometric bisensor transducers. *Proceedings of the Institute of Electrodynamics of NAS of Ukraine*. Kiev. 2007. No. 1 (16). Part 2. P. 142-144. (Rus.)
12. Melnik V.G., Mikhal A.A., Rubanchuk M.P. Measuring circuits for conductometric converters with differential two-electrode sensors. *Tekhnichna Elektrodynamika*. 2008. № 2. P. 58–64. (Rus.)
13. Mihal A.A., Semenycheva L.N., Surdu M.N. Method of determination of nonlinearity of precision thermometric meters. *Tekhnichna Elektrodynamika*. 2008. № 4. P. 75-79. (Rus.)
14. Mikhal A.A. The method of half-sections to control the error in the linearity of precision thermometric bridges. *Tekhnichna elektrodinamika*. 2009. № 4. P. 71-74. (Rus.)
15. Mikhal A.A., Sinitsky O.P., Timoshenko O.L. Analysis of factors affecting the metrological characteristics of the main types of conductometric cells in electrolytic conductivity standards. *Measuring and computing engineering in technological processes*. 2008. № 2 (32). P.23-29. (Rus.)
16. Dzyadevych S.V., Soldatkin A.P., Soldatkin A.A., Peshkova V.N., Vasilenko A.D., Melnik V.G., Mikhal A.A., Semenycheva L.N., Rubanchuk M.P. Four-channel biosensor's analyzer of saccarides. *Sensor Electronics and Microsystem Technologies*. 2009. № 3. P. 47–53.

17. Mikhal A.A., Glukhenkyi A.I. Analysis of circular conductor impedance component within AC measurement. *Tekhnichna Elektrodynamika*. 2010. №1. P. 15–22. (Rus.)
18. Mikhal A.A., Glukhenkyi A.I. Error estimation reference conductivity cell due nonequipotential electrode surface. *Tekhnichna Elektrodynamika*. 2011. №1. P.76–82. (Rus.)
19. Mikhal A.A., Meleshchuk D.V. Impedance Model of Precision Platinum Resistance Thermometers in the Field of High Temperatures. *Tekhnichna Elektrodynamika*. 2012. №4. P. 73–79. (Rus.)
20. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Metody wykrywania składowej addytywnej błędu w precyzyjnych mostkach termometrycznych. *Pomiary Automatyka Kontrola*. 2012.Vol. 58, № 12, P. 1033–1036 (in Polish)
21. Ghreben'kov I.N., Mikhal A.A. Subtraction method in conductometric biosensor impedance converters. *Metrology and devices*. 2013. №1. P. 15–18. (Ukr.)
22. Mikhal A.A., Meleshchuk D.V., Dushko A.A. Combined method of impedance measuring in thermometric bridges with variation balancing. *Tekhnichna Elektrodynamika*. 2013. №4. P. 88–92. (Rus.)
23. Gavrylkin V.G., Glukhenkiy A.I., Mikhal A.A. An Analysis of the Error When Determining the Constant of the Primary Standard Conductometric Cell. *Measurement Techniques*. 2013. Vol. 56. Issue 8. P. 935–941.
24. Mikhal A.A., Ghreben'kov I.N. Analysis of metrological characteristics of measuring circuit with the comparing currents for conductometric biosensors. *Metrology and devices*. 2014. №3. P. 37–43. (Ukr.)
25. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Electromagnetic Protection in High Precision Tri-axial Thermometric AC Bridge. Progress in Automation, Robotics and Measuring Techniques, vol. 3, Measuring Techniques and Systems, Advances in Intelligent Systems and Computing 352, Springer (2015) P.147–156.
26. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Geometric part of uncertainties in the calculation constant of the primary four electrode conductivity cell. *ACTA IMEKO*. 2015. Vol. 4. No 2. P. 18–22.

27. Mikhal A.A., Warsza Z.L., Gavrylkin V.G. Primary Standard of Electrolytic Conductivity Based on the AC Four Electrode Cell. Challenges in Automation, Robotics and Measurement Techniques. *Advances in Intelligent Systems and Computing* 440. Springer (2016). P. 867–879.
28. Mikhal A.A., Warsza Z.L., Gavrylkin V.G. Experimental evaluation of dynamic properties of the four electrode reference conductivity cells. *Measurement Automation Monitoring*. 2015. Vol. 61. № 10. P. 456–459.
29. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Influence of AC field distribution on impedance of the conductivity cell. *Measurement Automation Monitoring*. 2015. Vol. 61. № 11. P. 521–525
30. Mikhal A.A., Meleshchuk D.V., Ghreben'kov I.N. Experimental researches of impedance of conductometric interface Pt/H₂O and Pt/KCl on frequencies 10 kHz – 1 MHz. *Tekhnichna Elektrodynamika*. 2016. №6. P. 76–82. (Rus.)
31. Mikhal A.A., Glukhenkyi A.I., Warsza Z.L. Factors of AC Field Inhomogeneity in Impedance Measurement of Cylindrical Conductors. Recent Advances in Systems, Control and Information Technology, *Advances in Intelligent Systems and Computing* 543, Springer (2017). P. 535–545.
32. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Nowe metody sprawdzania błędu addytywnego i nieliniowości precyzyjnych termometrycznych mostków AC. VI Kongres Metrologii, *Metrologia krolowa badan stosowanych*. Poland, Kielce-Sandomierz, 19-22 czerwca, 2013. P. 201-202.
33. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Influence of geometric Uncertainties on the Accuracy of calculated constant of the primary conductivity cell. 11th International Symposium on *Measurement and Quality Control*. IMEKO ISMQC 2013, Poland, Cracow-Kielce, 11-13 September, 2013, P.87.
34. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Simply Methods to Measure the Additive Error and Integral Nonlinearity of Precision Thermometric Bridges. Symposium on *Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science*, TEMPMEKO-2013, Portugal, Funchal, Madeira, October 14-18, 2013. Book of Abstracts. P. 351.

35. Mikhal A.A., Warsza Z.L., Gavrylkin V.G. Evaluation of the uncertainty of electrolytic conductivity primary standard. Proceedings conference “*Problems and progress in metrology (ppm’15)*”. Koscielisko, Poland, 07-10 june, 2015. P. 86-92.
36. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Impact of AC electric field non-uniformity on impedance of the conductivity cell. Electronic Proceedings of XXI IMEKO World Congress. *Measurement in Research and Industry*. Prague, Czech Republic, August 30 – September 4, 2015. P. 2266-2270.
37. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Bisection method for measuring Integral Non-linearity of Precision Thermometry Bridges. International Symposium on *Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science*, TEMPMEKO-2016. Zakopane, Poland, 26 June-1July, 2016. Book of Abstracts. P. 86.
38. Mikhal O.O. Method for determining the additive component of the precision precision instrument for measuring electrical resistance: Patent UA № 60108, 2011. (Ukr.)
39. Grebenkov I.M., Mikhal O.O., Dzyadevich S.V. Conductometric converter of biosensor. Patent UA № 77278, 2013. (Ukr.)
40. State Standard of Ukraine 4448:2005. Metrology. State traceability scheme for the instruments intended for measuring electrolytic conductivity of liquids. Kiev. DP "UkrNDNTs", 2006, P. 9 (Ukr.)

ЗМІСТ

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ.....	6
ВСТУП.....	7
РОЗДІЛ 1 ПРОБЛЕМИ ПІДВИЩЕННЯ ТОЧНОСТІ ПРЕЦИЗІЙНИХ ТК ПРИБОРІВ.....	18
1.1 Загальний аналіз відомих методів підвищення точності імпедансних приладів.....	18
1.2 Аналіз контактних методів і засобів високоточного вимірювання температури на основі термоперетворювачів опору.....	22
1.2.1 Вплив з'єднувальних провідників на результат вимірювання. Переваги та недоліки коаксіальних мостів.....	25
1.2.2 Проблеми контролю метрологічних характеристик трансформаторних термометричних мостів.....	30
1.3 Метрологічне забезпечення кондуктометричних вимірювань. Фізичні основи створення стандартних розчинів електролітів із заданою електролітичною провідністю.....	37
1.3.1 Аналіз методів і засобів прецизійного вимірювання електролітичної провідності рідин в національних еталонах провідних країн світу.....	44
1.4 Основні характеристики та фактори впливу на точність вимірювання ТК приборів	52
1.5 Висновки до розділу 1.....	58
РОЗДІЛ 2 ЕЛЕКТРОМАГНІТНІ І ЕЛЕКТРОХІМІЧНІ ПРОЦЕСИ У МОДЕЛЯХ ПРЕЦИЗІЙНИХ ТК ДАВАЧІВ.....	60
2.1 Математичні і електричні моделі ТК давачів для оцінки поправок, викликаних змінним характером електричного поля.....	64
2.1.1 Польова модель для дослідження імпедансу ділянки провідника у вигляді прямого кругового циліндра у змінному електромагнітному полі.....	65
2.1.2 Польова модель для дослідження імпедансу стовпа рідини в безвих-	

ровому (потенціальному) електричному полі.....	73
2.2 Електрична модель інтерфейсу електрод\розчин.	
Електрохімічний і об'ємний імпеданси.....	81
2.3 Висновки до розділу 2.....	91
РОЗДІЛ 3 МОДЕЛІ ДЛЯ РОЗРАХУНКУ ІНФОРМАТИВНИХ ПАРАМЕТРІВ ПРЕЦИЗІЙНИХ ІМПЕДАНСНИХ ТК ДАВАЧІВ.....	94
3.1 Електричні моделі стандартних платинових термоперетворювачів опору (СПТО) в широкому діапазоні температур.....	94
3.1.1 Імпедансна модель для оцінки поправок до похибки СПТО в області низьких (нижче 30 К) температур.....	95
3.1.2 Імпедансна модель СПТО для оцінки поправок до похибки платинового термоперетворювача опору в області високих (вище 700 К) температур.....	99
3.1.3 Імпедансна модель СПТО у вигляді еквівалентної схеми в діапазоні середніх температур	106
3.2 Шляхи зменшення похибки обчислення константи чотириелектродного кондуктометричного давача (ЧКД).....	109
3.2.1 Еквівалентні електричні схеми ЧКД з розрахунковою константою..	110
3.2.2 Імпедансна модель для дослідження конструктивних факторів, що впливають на нелінійність поля і визначення поправок до похибки активного опору ЧКД.....	114
3.2.3 Методи зменшення похибок, обумовлених технологією виготовлення центральної секції ЧКД з розрахунковим значенням константи.....	119
3.3 Імітансні моделі диференціальних двоелектродних кондуктометричних давачів (ДКД) з планарно розташованими гребінчастими електродами..	126
3.3.1 Імпедансна модель диференціального ДКД для роздільного дослідження інформативних і неінформативних параметрів.....	128
3.3.2 Дослідження електричної трьохелементної еквівалентної схеми диференціального ДКД.....	129

3.3.3 Топологічна і математична моделі для розрахунку адмітансу планарно-розташованої гребінчастої системи електродів в однорідному середовищі	133
3.4 Висновки до розділу 3.....	140
РОЗДІЛ 4 РОЗРОБКА І ДОСЛІДЖЕННЯ ВИМІРЮВАЛЬНИХ КІЛ, ІНВАРІАНТНИХ ДО НЕІНФОРМАТИВНИХ ПАРАМЕТРІВ ІМПЕДАНСНИХ ТК ДАВАЧІВ.....	143
4.1 Загальні принципи побудови прецизійних ТК вимірювальних кіл...	143
4.1.1 Двоканальні методи перетворення: компенсаційно-мостові та логометричні.....	143
4.1.2 Логометричні перетворення в прецизійних ТК вимірювальних колах	
4.1.3 Фрактальний алгоритм аналізу з використанням фігури подібності у вигляді чотириполюсника для забезпечення лінійності КМВК.....	147 156
4.2 Методи підвищення точності і забезпечення інваріантності КМВК до неінформативних параметрів електричної моделі ТК давачів.....	167
4.2.1 Метод багатоконтурних КМВК для забезпечення інваріантності до поздовжніх неінформативних параметрів давачів.....	170
4.2.2 Коаксіальний подвійноекранований об'єкт і вимірювальне коло для забезпечення інваріантності до поперечних неінформативних параметрів..	174
4.3 Прецизійні термометричні КМВК на основі індуктивних дільників напруги з тісним магнітним зв'язком (трансформаторні КМВК).....	182
4.3.1 Багатоконтурні термометричні трансформаторні КМВК.....	183
4.3.2 Коаксіальні подвійно екрановані термометричні трансформаторні КМВК.....	187
4.3.3 Термометричні трансформаторні КМВК з комбінованим перетворенням	189
4.4 Прецизійні кондуктометричні КМВК для ЧКД з розрахунковим значенням константи.....	196
4.4.1 Проблеми аномальних КМВК при побудові кондуктометричних при-	

ладів з чотириелектродними давачами.....	196
4.4.2 Багатоконтурні кондуктометричні трансформаторні КМВК.....	198
4.4.3 Коаксіальні подвійноекрановані кондуктометричні трансформаторні КМВК.....	204
4.5 КМВК для перетворення інформативних параметрів диференціальних ДКД.....	205
4.5.1 Аналіз проблем чотириплечих мостових вимірювальних кіл змінного струму з диференціальними ДКД.....	206
4.5.2 Нові методи перетворення імпедансів диференціальних ДКД.....	210
4.5.3 Зрівноважені КМВК «аномального Y-типу» із компенсацією реактивної складової імпедансу давача.....	213
4.5.4 Зрівноважені КМВК «нормального Z-типу» з попереднім аналоговим перетворювачем, що має функцію перетворення пропорційну різниці імпедансів давача.....	224
4.6 Висновки до розділу 4.....	226
РОЗДІЛ 5 МЕТРОЛОГІЧНЕ ЗАБЕЗПЕЧЕННЯ РОЗРОБЛЕНИХ ТК ПРИЛАДІВ.....	230
5.1 Нові методи контролю основних метрологічних характеристик термометричних мостів.....	230
5.1.1 Електрична модель міри нульового опору. Метод вимірювання адитивної складової похибки термометричних мостів.....	231
5.1.2 Методи і засоби контролю похибки лінійності термометричних мостів. Рівноінтервальний метод і метод дихотомії.....	236
5.2 Державний еталон одиниці ЕП.....	246
5.2.1 Структурна схема державного еталона одиниці ЕП	246
5.2.2 Метрологічна модель державного еталона одиниці ЕП та шляхи мінімізації невизначеності.....	248
5.2.3 Аналіз бюджету похибок державного еталона одиниці ЕП.....	253
5.3 Висновки до розділу 5.....	260

РОЗДІЛ 6 ВПРОВАДЖЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ДОСЛІДЖЕННЯ.....	262
6.1 Інформаційно-вимірювальна система для національного еталона електrolітичної провідності рідин.....	262
6.1.1 Результати міжнародних звірянь.....	268
6.2 Термометричний міст СА300.....	270
6.3 Кондуктометр КЦ-3С	275
6.4 Високочутливий вимірювач температури «Delta R».....	277
6.5 Кондуктометричний міст КМ4-Е.....	279
6.6 Висновки до розділу 6.....	281
ЗАГАЛЬНІ ВИСНОВКИ	283
СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ.....	287
ДОДАТОК А Список основних публікацій за темою дисертації та відомості про апробацію результатів дисертації.....	309
ДОДАТОК Б Копії документів про використання результатів наукових досліджень.....	314
ДОДАТОК В Копії документів про достовірність метрологічних характеристик ТК приладів	321
ДОДАТОК Д Протокол міжнародних ключових (К36) звірянь еталонів одиниці ЕП національних метрологічних інститутів провідних країн світу.....	326
ДОДАТОК Ж Державна повірочна схема для засобів вимірювань електролітичної провідності рідин. ДСТУ 4448.....	341
.....	

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ

АС – змінний струм гармонічної форми

АЦП – аналого-цифровий перетворювач

Г – генератор змінного струму

ДКД – двоелектродний кондуктометричний давач

ДР – детектор рівноваги

ДСКН – джерело струму кероване напругою

ЕП – електролітична провідність

ЕРС – електро рушійна сила

ІДН – індуктивний подільник напруги з тісним магнітним зв'язком

КМВК – компенсаційно-мостове вимірювальне коло

МТШ 90 міжнародна температурна шкала

НСП – невилучена систематична похибка

ОМР – одиниця молодшого розряду

ОП – операційний підсилювач

ПН – повторювач напруги

САЗ – система автоматичного зрівноваження

СКВ – середньоквадратичне відхилення

СПТО – стандартний платиновий термоперетворювач опору

ТК – термокондуктометричний

ppm (part per million) – одна мільйонна частина (еквівалент 10^{-6}), використовується як мультиплікатор мікро тільки для відносних (безрозмірних) величин

ЧКД – чотириелектродний кондуктометричний давач

ЧПМ – чотириплечий міст

ВСТУП

Контур відбору тепла ТЕС, АЕС, гілку лози, Світовий океан, або кровоносну судину можна розглядати як комірку з розчином електроліту. До головних фізичних величин рідини, що потребують постійного нагляду, відносять температуру та електролітичну провідність. Причому вимоги до точності вимірювань цих фізичних величин постійно зростають. Це пов'язано з кількома аспектами. По-перше, в загальному випадку точність або її кількісна характеристика похибка перетворення - це один з основних показників, що визначають рівень технологічного прогресу в окремо взятій державі або галузі. Боротьба за лідерство ведеться практично у всіх сферах науки, техніки і виробництва, починаючи від точності позиціонування і знімання даних з об'єктів спостереження (вимірювальних перетворювачів) як в макро (планетарній рівень, космос) так і в мікро (бактерії, живі клітини, ДНК) світі і закінчуючи ефективністю будь-якого виробництва, від фармакології до енергетики. По-друге, вимоги до похибки робочих термо- та кондуктометричних приладів інколи перевищують сучасні можливості еталонної бази. Це стосується, наприклад, океанологічних досліджень, де потрібно вимірювати температуру Світового океану з абсолютною похибкою, меншою за $0,001\text{ }^{\circ}\text{C}$, або солоність води з відносною похибкою, меншою за 10 ppm. По-третє, проголошення незалежності України потребувало формування основ державності, до яких відноситься також створення незалежної еталонної бази. Звідси підвищення точності прецизійних термо- та кондуктометричних приладів та систем до рівня національних еталонів є актуальною задачею загальнодержавного рівня.

Обґрунтування вибору теми дослідження. На шляху до забезпечення метрологічних характеристик еталонного рівня існує протиріччя щодо кількості складових, які визначають сумарну невилучену систематичну похибку або невизначеність типу В. За критерієм складності ця кількість повинна збільшуватись (теоретично до нескінченності), а за критерієм точність – зменшуватись (теоретично до нуля). Оскільки залежності від найбільш суттєвих факторів впливу на результат вимірювання в загальному випадку невідомі, а кількість чинників, які

впливають на похибку, сягає 30-40, то відомими структурними, алгоритмічними методами чи аналітичними методами із побудовою цільової функції досягти мети практично не можливо. Крім того, еталонні засоби вимірювання мають найвищі метрологічні характеристики. Для них не завжди існують засоби повірки, відповідні еталони для калібрування. Тому виникають суттєві труднощі із метрологічним забезпеченням. Зазначимо також, що конкретні наукові задачі в галузі прецизійної термо- та кондуктометрії потребують сумісного розв'язання задач декількох теорій: вимірювальної техніки, коло-польових задач, електрохімії, статистики. Таким чином, з огляду на унікальність еталонних засобів вимірювання та необхідність отримання гранично високих метрологічних характеристик, розробка імітансних приладів, що забезпечують термо- та кондуктометричні вимірювання на рівні державних еталонів, є комплексною науково-прикладною проблемою. В її основі знаходиться протиріччя між знанням про потреби у підвищенні точності термо- та кондуктометричних вимірювань та незнанням засобів, шляхів, методів реалізації цих потреб.

Принципи побудови сучасних прецизійних приладів для термо- та кондуктометричних вимірювань засновані на контактних імітансних методах перетворення. Для прецизійних вимірювань температури найкращі результати отримують за використання стандартних платинових термоперетворювачів опору (СПТО). Під еталонними метрологічними характеристиками термометричних приладів розуміють похибку лінійності на рівні $10^{-6} - 2 \times 10^{-7}$, зведену до кінця діапазону вимірювання одиницю молодшого розряду порядку 2^{-24} за умови, що потужність, яка розсіюється на СПТО, не перевищує 10^{-4} Вт. Подібного класу прилади використовуються для апаратного забезпечення міжнародної температурної шкали МТШ 90, що задіяні в алгоритмі відтворення, збереження та передачі іншим засобам вимірювання основної теплової фізичної величини – градуса Кельвіна. Принципи роботи таких приладів базуються на методах перетворення сигналів у трансформаторних вимірювальних колах змінного струму з тісним індуктивним зв'язком.

Основні схемотехнічні рішення термометричних мостів з зазначеними характеристиками були отримані в 60-х роках минулого століття в мостах Хілла (Hill J.J.), Гіббінса (Gibbins D.L.) та Фурда (Foord T.R.). Важливими для оцінки стану проблеми в термометрії є роботи Куінна (Quinn T.), Вайта (White D.R.), Вепшека (Verp`ek J.), Кіббла (Kibbl B.). Значний внесок у розвиток термометричних мостів зробив Каткоскі (Cutkosky R.). Він ввів поняття чотири парного підключення та використав багато ступеневі (дво-, три- і навіть п'ятиступеневі) трансформаторні подільники напруги. Деякі з них стали прототипами серійних мостів моделей F16, F17 та F18. Серед вітчизняних вчених сучасного періоду слід виділити роботи Гриневича Ф.Б., Новіка А.І., Сурду М.М., завдяки яким створені наукові основи побудови трансформаторних мостів змінного струму, що дало змогу протягом останніх 40 років виготовляти серійно прецизійні спеціалізовані та універсальні мости для вимірювання *RLC* параметрів імітансу.

У порівнянні з платиновим термоперетворювачем опору нестабільність кондуктометричного давача (в кондуктометрії має назву комірка) на два порядки більша. Причина полягає у значно більшій кількості дестабілізуючих факторів. У першу чергу, це електрохімічні процеси на межі електрод\розчин та значна величина температурного коефіцієнта. Наприклад, нестабільність температури 0,1 °C призведе до нестабільності результату вимірювання електролітичної провідності розчину KCl на рівні 2,6%. Тому кондуктометричні засоби вимірювання, що мають похибку, меншу за 0,5%, вважаються прецизійними. Основи прецизійних кондуктометричних вимірювань були закладені Джонсом (Jones G.) у 30-х роках минулого століття. Наразі для зменшення впливу електрохімічних явищ використовується диференціальний метод у двох модифікаціях. З використанням комірки типу Джонса зі змінною центральною частиною (значні досягнення отримані Ву та Пратт (Wu and Pratt K. , NIST) Йєнсен (Jensen H.D., DFM), (Marissy M., SMU)) та комірки поршневого типу Спітцер (Spitzer P., PTB). Аналіз їх властивостей буде докладно розглянуто у 1 розділі. В той же час вітчизняні вчені Гриневич Ф.Б. та Сурду М.М. запропонували оригінальний метод, що використовує чотириелек-

тродну комірку із розрахунковим коефіцієнтом перетворення. На цьому принципі у 1983 році був побудований еталон електролітичної провідності розчинів електrolітів колишнього Радянського Союзу. За принципом цієї етолон не має світових аналогів. Територіально він знаходиться у Тбілісі, Грузія. Чотириелектродна комірка змінного струму є одним із найбільш перспективних кондуктометричних давачів, яка дасть змогу покращити метрологічні характеристики прецизійних кондуктометрів. Але для зменшення невизначеності обчислення константи комірки необхідно провести аналіз значної кількості методичних похибок. Крім того, для такої комірки опори стовпів рідини між струмовими та потенціальними електродами є імпедансами, що виконують роль з'єднувальних провідників. Їх модуль може сягати 10 кОм, а тангенс фазового кута на частоті 1 кГц наближається до одиниці. Тому «йоке проблем» або проблема інваріантності результату перетворення до неінформативних параметрів, що визначають вхідний імпеданс комірки, має ще більше значення, ніж в термометрії.

Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами. Дослідження за темою дисертаційної роботи виконувались в Інституті електродинаміки НАН України згідно з планами фундаментальних НДР:

"Методи підвищення точності і швидкодії електромагнітних, оптоелектронних і віброакустичних вимірювальних перетворювачів та створення на цій основі базових апаратно-програмних засобів контролю і діагностики промислових об'єктів" («Метрономіка»), 2005 – 2006 рр., № ДР 0102U000404 - здобувач був відповідальним виконавцем розділу №5 звіта.

«Створення нових принципів побудови та прототипів серійноспроможних уніфікованих програмно-апаратних засобів вимірювання електромагнітних та інших фізичних величин для електроенергетичної галузі» («Адаптація-2»), 2007 – 2011рр., № ДР 0107U002516 - здобувач був виконавцем розділів №1.7.2, 6.2.1-6.2.3, 6.3.1 звіта.

«Високопродуктивні завадостійкі засоби створення, передачі та цифрової обробки сигналів вимірювальної інформації для систем безперервного моніторингу елект-

роенергетичного устаткування» («Завадостійкість»), 2012 – 2016рр., № ДР 0111U009252 - здобувач був виконавцем розділу №4.1 звіта.

«Розробка базисних електронних інформаційно – вимірювальних систем термобіосенсорів» («Біосенсор»), 2003 – 2006 рр., № ДР 0103U006713 - здобувач був виконавцем розділів №6, 7 та 8 звіта

«Кондуктометрична біосенсорна система для аналізу сахаридів у харчовій промисловості. Розробка та реалізація експериментального зразку біосенсорної кондуктометричної системи» («Біосенсор 2»), 2007 – 2012рр., № ДР 0107U003158 - здобувач був виконавцем розділу №1 звіта.

«Створення науково-методичної бази підвищення точності кондуктометричних вимірювань» («Диполь»), 2014-2018 рр., № ДР 0113U006533 - здобувач був відповідальним виконавцем теми, а з 2016 р. – науковий керівник теми.

Мета і завдання дослідження. Мета роботи - розвиток теорії вимірювання імітансу провідників першого або другого роду в напрямку розробки нових моделей давачів та принципів побудови вимірювальних кіл інваріантних до основних дестабілізуючих факторів і створення на їх основі приладів і систем для термокондуктометрії з метрологічними характеристиками, що відповідають вимогам національних еталонів.

Досягнення мети та вирішення наукової проблеми потребує концептуального підходу. Тому наукові задачі в роботі згруповані у декілька напрямків. Головні із них полягають у необхідності:

1. Розробити математичні та електричні моделі імпедансних термо та кондуктометричних давачів для визначення їх функції перетворення та оцінки методичних похибок, зумовлених різноманітними факторами впливу: нерівномірним розподілом щільності струму, геометрією струмових та потенціальних електродів, реальними співвідношеннями між конструктивними елементами комірки, технологією виготовлення, ефектами шунтування чутливого елемента.

2. Розробити методи побудови вимірювальних кіл для зменшення впливу на результат вимірювання неінформативних повздовжніх імпедансів чи поперечних адмітансів.

3. Розробити методи вимірювання надмалих рівнів похибок термометричних мостів – адитивної похибки і похибки лінійності за умов, що мір опору відповідної точності не існує.

Об'єкт дослідження: Процеси вимірювального перетворення в прецизійних імітансних термо- та кондуктометричних приладах.

Предмет дослідження: Методи зменшення систематичних похибок прецизійних імітансних термо- та кондуктометричних приладів.

Методи досліджень: Методологічну основу роботи складає системний підхід до розробки нових прецизійних термо- та кондуктометричних приладів або вимірювальних систем, в основі якого: теоретичне обґрунтування розрахунковості функцій перетворення давачів, методи аналізу вимірювальних кіл приладів та методи їх метрологічного забезпечення.

Для визначення функції перетворення імпедансних давачів в умовах значної кількості дестабілізуючих чинників використовувались числові методи обчислення польових задач, зокрема, метод скінченних елементів для розв'язання інтегральних та диференціальних рівнянь Максвела, диференціальних рівнянь Лапласа та Пуасона та аналітичні методи з використанням теорії функцій комплексної змінної, конформних перетворень, інтеграла Кристофеля-Шварца. Для розробки нових методів перетворення та функціональних схем вимірювальних кіл, інваріантних до неінформативних параметрів моделей, використовувались: теорія радіотехнічних кіл та сигналів, теоретичні основи інформаційно-вимірювальної техніки. Для мінімізації невилученої систематичної похибки використовувались теорія похибок та статистичні методи обробки результатів вимірювання.

Наукова новизна отриманих результатів полягає у розвитку теоретичних засад покращення метрологічних характеристик імітансометричних засобів вимірювання для прецизійних термо- та кондуктометричних вимірювань, а саме:

1. Вперше на основі аналізу коло-польових задач для розроблених фізичних моделей та електричних еквівалентних схем встановлено кількісний зв'язок між складовими похибки вимірювання і параметрами основних факторів впливу, що

дало змогу забезпечити розрахунковість функції перетворення термо- та кондуктометричних давачів з похибкою, яка відповідає вимогам еталонних вимірювань.

2. Вперше в мостах змінного струму поєднані методи магнітного та еквіпотенційного захисту контурів виокремлення сигналу нерівноваги, що дало змогу створити новий клас вимірювальних кіл – коаксіальні подвійно екрановані трансформаторні кола, в яких забезпечена повна інваріантність перетворення до неінформативних внутрішніх та зовнішніх поперечних адмітансів ТК приладів.

3. Набула розвитку теорія побудови мостових зрівноважених кіл змінного струму, а саме науково обґрунтовано використання багатоконтурних зрівноважених мостових кіл для компенсації сигналів від неінформативних параметрів давачів, що дало змогу досягти повної інваріантності до неінформативних внутрішніх та зовнішніх поздовжніх опорів, які співпадають або перевищують інформативний параметр та вирішити в цілому "yoke problem".

4. Набула розвитку теорія побудови мостових зрівноважених кіл змінного струму, а саме науково доведено, що застосування попередніх функціональних перетворювачів, функція перетворення яких визначається різницею імпедансів, дало змогу забезпечити виокремлення корисного сигналу з постійною чутливістю в умовах, коли неінформативний параметр диференційного кондуктометричного давача на два порядки більший за інформативний параметр.

5. Набула розвитку науково-методична база метрологічного забезпечення термо- та кондуктометричних приладів, зокрема: теоретично доведені можливості нових методів вимірювання адитивної похибки та не лінійності контролювати основні метрологічні характеристики засобів вимірювання еталонного рівня в умовах відсутності мір відповідної точності; науково обґрунтовані високі результати міжнародних звірянь державного еталона електролітичної провідності та спрощення його метрологічної моделі.

Практичне значення отриманих результатів. Результати роботи на практиці дозволили:

А) Зменшити похибки ТК засобів вимірювання в декілька разів у порівнянні з існуючими засобами і досягнути рівня 1-0,1 ppm. Розробити прецизійні термо-

та кондуктометричні прилади змінного струму, які є основою інформаційно вимірювальних систем для трьох державних еталонів України. Один з них, еталон одиниці електролітичної провідності рідин за принципом дії не має світових аналогів, а за результатами міжнародних звірянь перебуває в трійці кращих поряд з еталонами США та Німеччини.

Б) Створити необхідну документацію для дрібносерійного виробництва засобів вимірювання температури та електричної провідності з унікальними метрологічними характеристиками, виготовити і поставити експериментальні зразки в регіональні метрологічні центри України та за кордон. Зокрема, термометричні мости СА300 за метрологічними характеристиками не поступаються кращим світовим зразкам, але мають у 5-7 разів менші габарити, вагу та потужність споживання.

В) Забезпечити кращу стабільність та відсутність дрейфів в термо- та кондуктометричних приладах загально промислового призначення. Таким чином спростити процедуру калібровки термокондуктометра КЦ-3С для вимірювання зольності цукру чи забезпечити вимірювання температури в калориметрах з одиницею молодшого розряду краще за 10 мК, наприклад прилад «Delta R».

Г) Розробити нормативні документи для забезпечення єдності термо- та кондуктометричних вимірювань, зокрема, державний стандарт ДСТУ 4448 «Державна повірочна схема для засобів вимірювання електролітичної провідності рідин» та нові методики вимірювання надмалих складових похибки (10^{-6} та менше).

Теоретичні та практичні результати дисертаційної роботи впроваджені:

- як вимірювальна система для державного первинного еталону України одиниці електролітичної провідності рідин ДЕТУ 05-02-04 у Укрметертестстандарт, Київ, Україна;

- як термометричний міст змінного струму СА300 у національному еталоні одиниці температури Кельвіна в діапазоні від 273,16 до 1357,77 К ДЕТУ 06-05-98 у ННЦ «Метрологія», Харків, Україна;

- як вимірювач температури «Delta R» у національному еталоні одиниці згорання ДЕТУ 06-04-97 в НВЦ «Метрологія», Харків, Україна;

- як термокондуктометр КЦ-ЗС для вимірювання зольності цукру на цукрових підприємствах України.

Документи, що підтверджують впровадження, наведено у Додатку Б.

Достовірність отриманих результатів обумовлена коректністю використання математичного апарата та повнотою виконаних експериментів. Вона підтверджується малими значеннями похибок, отриманих під час метрологічної повірки; малими значеннями розбіжностей створених приладів чи систем при двосторонніх звіряннях з найкращими зарубіжними зразками або пілотними чи в подальшому ключовими міжнародними звіряннями відповідних державних еталонів.

Особистий внесок здобувача. Усі наукові положення та результати, що виносяться на захист, отримані автором особисто на основі самостійних досліджень, узагальнень та висновків. У дисертації не використовувались ідеї та розробки, що належать співавторам, з якими спільно опубліковані наукові праці.

У дисертації використано спільний із дисертацією доктора технічних наук Мельника В.Г., захист 2017 р. (спец. вчена рада Д 26.187.02 в Інституті електродинаміки НАН України,) об'єкт досліджень, а саме диференційний кондуктометричний давач з гребінчастими електродами. Напрямки досліджень автора стосувались розробки топологічної моделі для визначення коефіцієнтів перетворення давачів в залежності від геометрії електродів та нового метода перетворення з функціональним перетворювачем. Деякі матеріали спільних робіт використано у дисертаціях канд. техн. наук Мелешука Д.В., захист 2004 р., канд. техн. наук Рубанчук М.П., захист 2013 р., (спец. вчена рада Д 26.187.02 в Інституті електродинаміки НАН України,). У цих дисертаціях здобувач керував частиною відповідних досліджень, формулював напрямки, завдання, безпосередньо приймав участь у проведенні експериментів та уточнював висновки.

Серед основних публікацій у колективних працях здобувачеві особисто належать: ключові наукові положення, фізичні та математичні моделі, на яких ґрунтуються методи обчислення функцій перетворення ТК давачів та їх похибок від різноманітних факторів впливу [17, 18, 23, 26, 28, 29, 31, 33, 35, 36, 39]; топологічні моделі для використання конформних перетворень в обчисленні 3D електрич-

ного поля кондуктометричного давача з планарно розташованими електродами [7, 10]; електричні та математичні моделі для визначення складових імпедансу і інших характеристик ТК давачів [5, 19, 30]; вибір напрямку досліджень, аналіз та розвиток теоретичних засад побудови структурних, функціональних схем ТК приладів [1, 2, 4, 6, 21, 27]; трьох контурна схема для повного зрівноваження вимірювального кола із диференційними кондуктометричними давачами [12]; чотири каналний перетворювач імпедансу в напругу [16]; методи еквіпотенціального захисту, коаксіальні подвійно екрановані вимірювальні кола [25]; розрахунок функції перетворення і чутливості вимірювального кола [8, 24]; алгоритм обчислення похибки вимірювання термометричних мостів з варіаційним методом зрівноваження [3, 22]; аналіз переваг і недоліків відомих первинних і робочих кондуктометричних засобів вимірювання [15, 40]; методи і алгоритми вимірювання адитивної похибки та нелінійності термометричних мостів [13, 20, 32, 34, 37].

Апробація результатів дисертації. Основні положення, наукові результати та практичні розробки дисертації доповідались та обговорювались на міжнародних конференціях, а саме: XXI IMEKO World Congress. Measurement in Research and Industry, Prague, Czech Republic, August 30 – September 4, 2015; 11th International Symposium on Measurement and Quality Control. IMEKO, Poland, Cracow-Kielce, 11-13 September 2013; Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science, TEMPMEKO 2013, Portugal, Funchal, Madeira, October 14 – 18, 2013; and TEMPMEKO 2016. Zakopane, Poland; VI Kongres Metrologii, Metrologia krolowa badan stosowanych. Poland, Kielce-Sandomierz, 19-22 czerwca 2013; X Konferencja Naukowa, SP 2014, Systemy Pomiarowe w badaniach naukowych i w przemyśle. Poland, Lagow, 1-4 czerwca 2014; International conference. Problems and progress in metrology (ppm'15)", Koscielisko. Poland, 07-10 June 2015; 11-th International conference Mechatronics-2015, Warsaw, Poland, 21-23 September 2015; International conference, System, Control and Information Technology SCIT2016, Warsaw, Poland, 20-21.05, 2016; 9-a Міжнародна науково – технічна конференція, "Методи та засоби вимірювання фізичних величин" (Температура 2012), Львів,

25-28 вересня 2012; 8-а Міжнародна науково-технічна конференція, "Метрологія та вимірювальна техніка" (Метрологія 2012), Харків, 9-11 жовтня 2012; Міжнародні науково-технічні конференції "Вимірювальна та обчислювальна техніка в технологічних процесах", Одеса, ВОТТП-13, 6-12 червня 2014 р. та ВОТТП-17, 8-13 червня 2017 р.

Публікації. Основний зміст, наукові положення і отримані результати роботи викладено в 40 публікаціях, зокрема в 24 публікаціях, що входять до переліку наукових фахових видань України, семи публікаціях у наукових періодичних виданнях інших держав (РАК, МАМ, Springer)), двох патентах України, державному стандарті України, шести доповідях в працях наукових конференцій з напрямків, за якими підготовлена дисертація (XXI всесвітній конгрес ІМЕКО, три спеціалізовані конференції ІМЕКО, VI Конгрес метрології, Польща). У МНБД SCOPUS автор має 9 індексованих праць, 16 посилань, h-індекс = 2.

Структура та обсяг дисертації. Дисертація складається із вступу, шести розділів, загальних висновків і списку використаних джерел. Обсяг дисертації становить 349 сторінок, до яких входять 278 сторінок основного тексту, 136 рисунків, 14 таблиць, 227 найменувань використаних джерел і 5 додатків.

РОЗДІЛ 1

ПРОБЛЕМИ ПІДВИЩЕННЯ ТОЧНОСТІ ТК ЗАСОБІВ ВИМІРЮВАННЯ

1.1 Загальний аналіз відомих методів підвищення точності імпедансних приладів

Вимоги до точності вимірювань постійно зростають. Цей тренд зберігається не одне століття. На рубежі 19-20 віків знаменитий фізик Альберт Майкельсон в щорічнику Чиказького університету використав фразу Томпсона (лорда Кельвіна) про те, що всі вади і прогалини сучасної фізики того періоду вдасться усунути, якщо необхідні вимірювання виконати з точністю до "наступного знака після коми". За іронією долі через два десятка років для визначення швидкості світла йому знадобилося вимірювати дистанцію в 22 миль з похибкою менше 10^{-6} .

Незважаючи на гадану простоту, повне визначення поняття «вимірювання» постійно змінюється та має не завжди однакове трактування. Спектр підходів до визначення даного терміну досить широкий: від інформаційно-статистичного, який розглядає вимірювання як процес зниження ентропійної невизначеності, до філософсько-пізнавального, який розглядає вимірювання як один з видів відображення об'єктивної реальності [1, 2]. Більш обґрунтованим (технічно і економічно) слід визнати визначення, дане вітчизняним метрологом Маліковим М.Ф. більше 60 років тому [3]. «Вимірювання - пізнавальний процес, який складається в порівнянні шляхом фізичного експерименту певної величини з відомою величиною, прийнятої за одиницю порівняння».

Ключовим поняттям в теорії вимірювань є поняття фізичної величини [2, 4]. Кількість фізичних величин досить велика (близько 1000) і продовжує постійно зростати. Будь-який засіб вимірювання може бути представлений сукупністю вимірювальних перетворювачів. За визначенням [2] вимірювальний перетворювач - це технічний засіб, що служить для перетворення вимірюваної величини в іншу величину або сигнал, зручний для обробки, зберігання, подальших перетворень, індикації або передачі і має нормовані метрологічні характеристики. Основним

показником якості цього перетворення є точність [2]. До основних характеристик точності вимірювання належать: похибка, невизначеність, правильність, збіжність та відтворюваність. Похибка розглядається як відхилення результату вимірювання від істинного значення, а невизначеність – як міра його можливих розсіювань відносно середнього значення. Правильність відображає близькість до нуля систематичних впливів (похибок); збіжність – випадкових впливів в однакових умовах; відтворюваність - випадкових впливів в різних умовах (в різний час, в різних місцях, різними методами, засобами або експериментаторами) [5]. Перші дві характеристики мають кількісне вираження, а останні три – не мають.

Наразі у відповідності до європейських стандартів основною кількісною характеристикою при обробці або оцінці результату вимірювання є невизначеність. За звичай вона використовується для складних об'єктів, еталонних вимірювань та міждержавних звірянь. Невизначеність, як характеристика, в першу чергу стосується процесу вимірювання. Для порівняння метрологічних властивостей різноманітних приладів або для аналізу та оптимізації характеристик вимірювальних перетворювачів в процесі розробки нових приладів використовувати характеристику невизначеності складно, технічно та економічно недоцільно. Тож при розробці та дослідженні нових приладів або метрологічній повірці все ще використовують показники похибки.

Задача підвищення точності в багато разів ускладнюється в разі, якщо об'єктом дослідження є високоточні (прецизійні) вимірювальні системи, точність яких порівнянна з національними еталонами. Обумовлено це тим, що рівень корисного сигналу, який відповідає одиниці молодшого розряду вимірювального приладу, є дуже малим, а рівень різних завад і факторів, що впливають - великим. Крім того підвищення точності прецизійного приладу вимагає врахування великої кількості складових похибки.

Відомі методи підвищення точності в цих умовах можуть бути не завжди ефективними. Одна з найбільш узагальнюючих і повних, на наш погляд, класифікацій методів підвищення точності або відповідно зниження похибки вимірювань

наведена в [2]. У ній виділені дві групи методів: запобігання виникненню помилок і зниження впливу вже існуючих похибок. У [6] ці дві групи методів розглянуті як консервативні і адаптивні або структурні. До першої групи належать конструктивно-технологічні і захисно-запобіжні методи (термостатування, екранування, стабілізація параметрів джерела живлення, амортизація). Прогрес у цьому напрямку пов'язаний із застосуванням нових фізичних явищ, матеріалів, комплектуючих з малою чутливістю до впливаючих величин. Тому можливості цих методів обмежені. До другої групи належать методи корекції (для зниження систематичної складової) і статистичної мінімізації похибки (для зниження випадкової складової). За останні півстоліття найкращі результати в підвищенні точності були отримані із застосуванням структурних методів. В [7] структурні методи розбиті на методи стабілізації коефіцієнта перетворення (методи зворотного зв'язку, складових параметрів) і автоматичної корекції (методи допоміжних вимірювань, зразкових сигналів, зворотних перетворень).

Не ставлячи під сумнів вибір критеріїв і не маючи на меті розробку будь-якої нової класифікації, відзначимо, що в структурних методах можна виявити два підходи. У першому підході, назовемо його апаратним, коригуюче значення похибки отримують у вигляді сигналу певного типу, отриманого за допомогою додаткових пристроїв. У другому підході, назовемо його алгоритмічним, коригуюче значення похибки отримують у вигляді деякого числа, отриманого в результаті рішення системи рівнянь. І в тому, і в іншому випадку для отримання додаткової інформації про похибки перетворення використовується апаратна надмірність.

В апаратних структурних методах ця надмірність впливає з принципу інваріантності [6]. Необхідною, але недостатньою умовою технічної реалізації принципу є наявність у структурі приладу двох каналів перетворення сигналів. Класифікація, аналіз і основні способи реалізації апаратних структурних методів наведені в [8]. Основне завдання сформульоване у вигляді мінімізації різниці реальної і номінальної передавальної характеристики приладу і створення умов, за яких коефіцієнти впливу складових похибки будуть меншими одиниці. Методи представлені у вигляді замкнутих (пристрої зрівноваження) і розімкнутих систем

з адитивною або мультиплікативною корекцією. Недоліком існуючих методів є те, що при формуванні коригуючого впливу використовуються узагальнені метрологічні характеристики (похибки: адитивна, мультиплікативна, лінійності) без акцентування уваги на окремих факторах впливу.

Алгоритмічні структурні методи представлені в [7] у вигляді методів допоміжних вимірювань і зразкових сигналів. Метод зразкових сигналів у [9] названий тестовим методом. Виділяють тести незалежні й функціональні, адитивні й мультиплікативні. Найпростішими в реалізації є методи адитивних незалежних тестів. Точність корекції тестовими методами залежить від стабільності, похибки самих тестів. Часто вимоги до метрологічних характеристик тестів перевищують вимоги до вимірювального засобу в цілому. Більш загальним, по відношенню до тестового методу, на наш погляд, є варіаційний метод корекції похибок [10]. Варіацією може виступати не тільки сигнал з його метрологічними параметрами, але і деякі зміни в структурі приладу. Наприклад: перемикання екрана кабелю до загального проводу або генератора, зміна місцями детектора рівноваги і генератора або об'єкта вимірювання та міри та ін. Тому до варіації в загальному вигляді не обов'язково пред'являти високі метрологічні вимоги. Варіаційні методи по відношенню до структурних методів мають суттєву перевагу. Варіація може проводитися безпосередньо над фактором, що впливає на складову систематичної похибки. Проте варіаційний метод, як підвид алгоритмічних структурних методів, має істотний недолік, який впливає з його переваг. Кількість факторів, що впливають, а значить, і число рівнянь для розрахунку похибки різко зростає в разі прецизійних вимірювань. Рахунок йде на десятки, іноді сотні рівнянь. Іншою особливістю прецизійних вимірювань вищої точності є неможливість виключення випадкової складової похибки. В результаті при оцінці систематичної складової похибки значно (приблизно на корінь з числа рівнянь) зростає випадкова складова, падає чутливість до керуючого сигналу, що відповідає за корекцію похибки.

Таким чином, зменшити сумарну похибку від збурюючих впливів широкого спектра, використовуючи існуючі апаратні або алгоритмічні структурні методи, для прецизійних ТК приладів не уявляється можливим. Подальше підвищення то-

чності цих засобів вимірювання пов'язано з аналізом існуючих технічних рішень, спрямованих на мінімізацію похибки, обумовленої найважливішими факторами впливу, і виявлення тих, які не вдалося компенсувати в прецизійних засобах вимірювання до цього часу.

Необхідно також відзначити, що підвищення точності структурними методами досягається за рахунок зниження інструментальної складової систематичної похибки. Інша складова, а саме методична похибка, вимагає проведення окремого аналізу за кожним фактором впливу або його параметром.

1.2 Аналіз контактних методів і засобів високоточного вимірювання температури на основі термоперетворювачів опору

Можна відзначити, що за часів створення перших термоперетворювачів опору основні потреби, що до зниження похибки приладів вимірювання опору, витікали із завдань термометрії. Історія створення прецизійних приладів для вимірювання електричного опору добре представлена в [11]. Вперше незалежність результату вимірювання опору від напруги живильної батареї була реалізована в схемі з балістичним гальванометром Антоніо Беккереля. Аналогічні ж властивості були виявлені Крісті [12]. Його публікація з'явилася у 1834 році. Згодом в 1843 вийшла публікація Вінстона [13]. Вимірювальні установки в цих дослідженнях мало нагадували звичні для сучасності електричні моделі. Лише набагато пізніше конфігурація з чотирьох резисторів, в діагоналі якої включені джерело живлення і детектор рівноваги, отримала назву чотириплечих мостів (ЧПМ). Перше серйозне узагальнення відносно мостових вимірювальних кіл зробив Хег'ю (Hague). У 1923 році вийшла його монографія «Мостові методи змінного струму». Але найбільшого поширення набуло її шосте видання в 1976 році [14]. Вітчизняні вчені підключилися до цієї теми в середині 30-х років минулого століття [15,16]. Завдяки фундаментальним роботам Карандєєва К.Б. [17,18] і Нестеренко А.Д. [19] були розроблені основи побудови ЧПМ, методи дослідження їх основних метрологічних характеристик, проблеми автоматизації та ін. У ро-

ботах Карандєєва К.Б., Нестеренко О.Д., Гриневича Ф.Б., Соболевського К.М., Грохольського А.Л. та ін. були виявлені не тільки позитивні властивості ЧПМ, але і їх недоліки: криволінійні лінії зрівноваження, змінна чутливість, взаємозв'язок контурів зрівноваження, проблеми захисту від шунтуючих провідностей, які ускладнюють автоматизацію процесу зрівноваження та подальше підвищення точності.

Суттєвою проблемою чотириплечих мостів виявилися труднощі в забезпеченні чотиризатискачного підключення, усунення впливу опору підвідних проводів і, як наслідок, зростання похибки при вимірюванні малих (менше 100 Ом) значень опору. Частково (для об'єкта вимірювання, але не для магазину опорів) вплив підвідних проводів було знижено в подвійному мості Томпсона. Однак потенційні можливості мостів з регулюючими елементами у вигляді магазинів опорів, як правило, обмежувалися похибкою 0,01%. Задачі прецизійного вимірювання температури потребували більш точних приладів вимірювання опору.

На сучасному етапі температура визначається відповідно до Міжнародної температурної шкали МТШ 90 у діапазоні між потрійною точкою рівноважного водню (13,8033 K) і точкою затвердіння срібла (961,78°C) за допомогою стандартних платинових термоперетворювачів опору (СПТО), відградуєваних у певних наборах основних реперних точок з використанням встановлених інтерполяційних формул. Як правило, СПТО включається в одне з плечей моста змінного струму. Згідно з МТШ 90 температура визначається як степенева функція параметра W , який дорівнює відношенню опорів СПТО при поточній температурі і при температурі потрійної точки води. Головні чинники впливу на точність (невизначеність) вимірювання температури виділені в окремі групи та розглянуті в [44]. Зокрема, до факторів, що відповідають за характеристики СПТО, відносяться: окисленість, домішки, дефекти кристалічної решітки, механічна напруженість платинового проводу, погіршення ізоляції на високих температурах. До факторів, що відповідають за характеристики засобу вимірювання, відносяться: температурний коефіцієнт міри опору, вимірювальний кабель та опори під'єднання, метро-

логічні характеристики моста, саморозігрівання робочим струмом. Безпосередньо теми роботи стосуються такі фактори: погіршення ізоляції на високих температурах, вплив вимірювального кабелю та опорів під'єднання, метрологічні характеристики моста. Шунтуючий ефект від зменшення опору ізоляції відомий давно. В [20, 21] цей ефект розглянутий як всередині чутливого елемента СПТО, так і зовні з врахуванням струмів заземлення. Для усунення похибок від струмів заземлення в [21, 22] використовуються додаткові джерела постійної напруги, що включаються між вимірювальними, захисними затискачами та затискачами заземлення. Експоненційній залежності опору кварцового ізолятора дано пояснення в [23]. Для цього використовується модель бар'єра Шоткі, тобто контакт між платиновим проводом і кварцовим ізолятором представлено у вигляді метал-напівпровідникового діода. Загальною властивістю робіт є те, що в них використовуються моделі постійного струму. Тому опір, що шунтує інформативний параметр СПТО, є функцією лише температури. Але в процесі вимірювання через СПТО проходить змінний струм, як правило, гармонічної форми. Тому сучасні моделі повинні враховувати змінний характер струму. А саме те, що шунтуючий опір є комплексною величиною, – імпедансом та те, що щільність струму в перетині проводу СПТО буде нерівномірною. Функції похибок, зумовлених змінним характером струму, повинні залежити від частоти робочого струму.

Фактори впливу на точність, що стосуються вимірювальних мостів, слід розглянути більш докладно. Оскільки похибка інтерполяції степеневі функції становить $0,00013\text{ K}$, то термометричні мости повинні мати похибку, приведену до кінця діапазону, не гірше $(1-3) \cdot 10^{-7}$. Таку похибку вимірювання можна реалізувати, використовуючи в якості масштабних перетворювачів індуктивні подільники напруги (струму) з тісним магнітним зв'язком. Такі прилади отримали назву трансформаторні мости. Короткий історичний огляд трансформаторних мостів проведено в [24]. У цій публікації проведено аналіз першоджерел, починаючи з патенту Розенталя 1883 року, в якому запропоновано пристрій моста Уїнстона з диференціальним трансформатором, і закінчуючи публікаціями зарубіжних і вітчизняних дослідників початку 60-х рр. минулого століття. Розглянуто рішення щодо забез-

печення постійної чутливості та реалізації похибки вимірювання на рівні 0, 001-0,0001%. Спеціалізовані термометричні мостові кола широкого діапазону температур розглянуті в [25]. Особливості застосування трансформаторних мостів при вимірюванні криогенних температур і використання високоомних германієвих давачів температури розглянуті в [26]. Ключовими технічними рішеннями для досягнення похибки 0,1 ppm стали мости змінного струму Хілла, Гіббінгса, Фурда [27-29]. Основними вимогами до них, поряд з високою точністю плечових відношень, було ефективне чотиризатискачне підключення міри і термометра.

1.2.1 Вплив з'єднувальних провідників на результат вимірювання.

Переваги та недоліки коаксіальних мостів

Проблема ефективності чотиризатискачного підключення бере свій початок з подвійного моста Томпсона. Метод зниження впливу опорів проводів з'єднання у струмовому контурі був заснований на тому, що різниця потенціалів на перемичці ділиться в тому ж відношенні, що і напруга на основному дільнику. На початку 60-х років минулого століття цей метод знайшов втілення в мостах з індуктивним дільником напруги. В мості Хілла-Міллера (рис.1.1) позитивний ефект досягається за допомогою двох синхронно регульованих індуктивних дільників напруги на автотрансформаторах $T1$ і $T2$ [27]. Це - прямі аналоги резистивних дільників, що застосовані у мості Томпсона. Тоді як в мості Фурда (рис.1.2) для цього використовуються два трансформатора $T2$ і $T3$ з передачею 1: 1 [29]. В обох типах мостів помітний вплив опорів в потенціальній гілці r_b . Для зниження впливу цього фактора і збільшення вхідного опору дільників напруги робоча частота мостів встановлюється відносно високою, відповідно 400 і 320 Гц. Але відносно велика робоча частота призводила до збільшення частотної похибки СПТО. Незважаючи на це, похибка вимірювання, що приведена до опору підвідних проводів величиною 1 Ом, становить для моста Хілла-Міллера - 0,5 ppm, а для моста Фурда - 1 ppm. Подальше зниження впливу опорів проводів з'єднання у потенцій-

них контурах пов'язано із застосуванням двоступеневих трансформаторів [30]. У мості Хілла [31] автотрансформатор Т1 (рис. 1.1) виконаний на двох ступенях. Регульована обмотка точного каналу підключається до потенціальних затискачів, а нерегульована обмотка грубого каналу безпосередньо до джерела живлення.

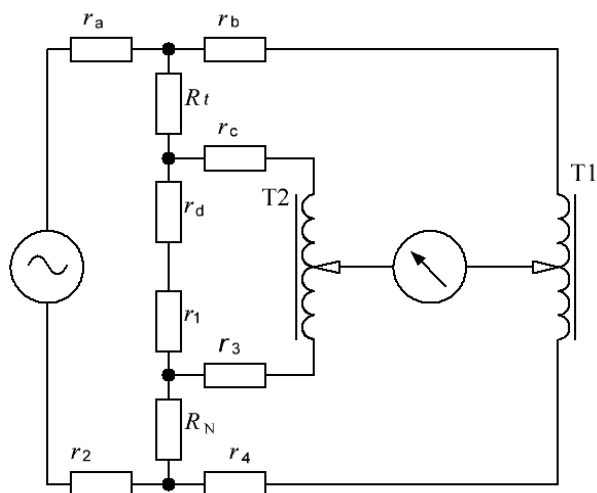


Рис. 1.1. Міст Хілла

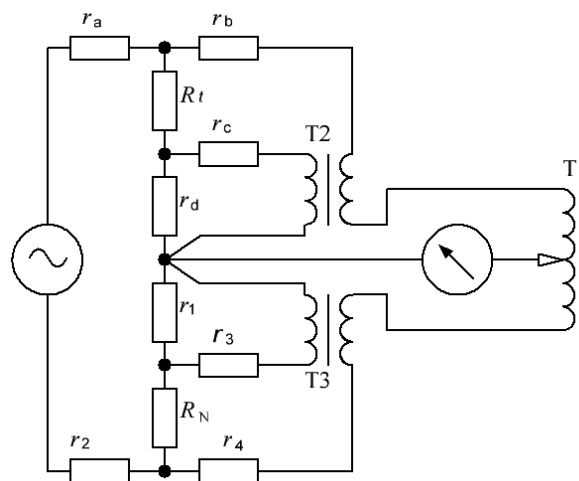


Рис. 1.2. Міст Фурда

Використання двоступінчастих трансформаторів дало змогу більш ніж на порядок знизити робочу частоту мостів. Так, міст Хілла на робочій частоті 20 Гц мав похибку 0,2 ppm [31].

Практично в той же час створювалися компенсаційні або потенціометричні вимірювальні кола [32]. У них порівняння невідомого опору з мірою здійснювалося безпосередньо як порівняння двох напруг.

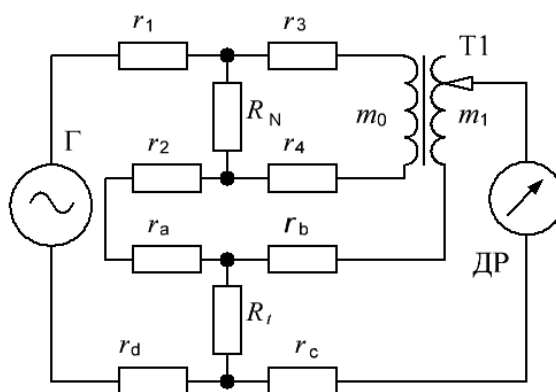


Рис.1.3. Потенціометричний міст

Одна з напруг – це падіння напруги між потенціаллльними затискачами термометра опору. Інша напруга – це падіння напруги на взірцевій мірі. Вона масштабується за допомогою трансформатора Т1 з регульованою вторинною обмоткою. Функціональна схема вимірювального кола показана на рис. 1.3. Основна перевага таких схем полягала в тому, що, у повністю зрівноваженому ланцюзі струм у потенціальному контурі СПТО R_t не протікає і, отже, опори r_b , r_c не впливають на результат вимірювання. Інваріантність до опорів r_3 , r_4 у потенціальному контурі міри R_N досягалася за рахунок підвищення вхідного опору індуктивного дільника напруги. У 1970 році Каткоскі запропонував відносно просте рішення для підвищення вхідного опору дільника напруги за допомогою повторювача напруги (рис 1.4а) [33].

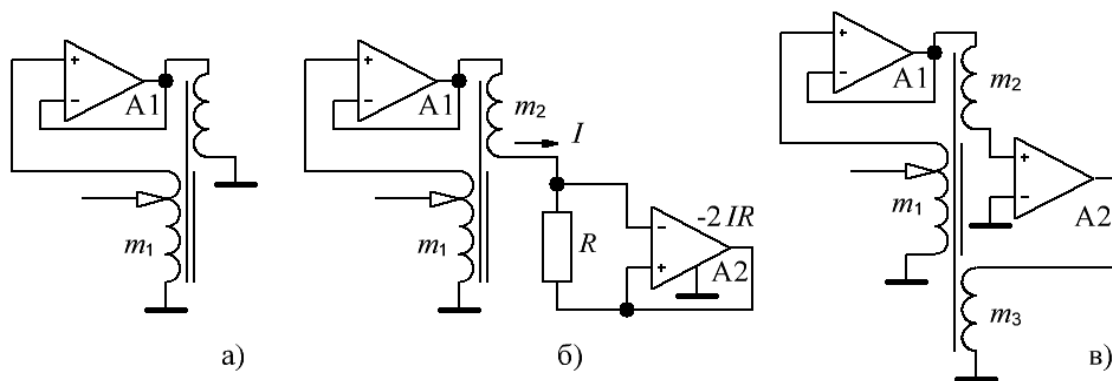


Рис.1.4. Схеми збільшення вхідного опору двохступінчатого трансформатора

Цей метод спільно з методом компенсації опору грубого каналу і методом зворотного зв'язку (рис 1.4б, в) докладно розглянуто в [32]. У статті показано, що на частоті 10 Гц і осерді $90 \times 60 \times 20$ мм, метод з повторювачем напруги (рис. 1.4а) дає змогу реалізувати вхідний опір порядку 10 МОм і отримати похибку, приведену до 1 Ом підвідних проводів на рівні - 0,1 ppm. Метод компенсації (рис. 1.4б) має на порядок кращі показники - 100 МОм і 0,01 ppm відповідно. Комбінуючи метод повторювача напруги і зворотного зв'язку, було отримано вхідний активний опір 1 ГОм, шунтуюча ємність 1,8 нФ і похибка 0,001 ppm. Іншим напрямком у підвищенні вхідного опору індуктивного подільника напруги стало збільшення кількості ступенів трансформатора. У гонитві за великим вхідним опором в

унікальному обладнанні Каткоскі застосовував п'ятиступінчасті трансформатори [34]. В інженерних рішеннях застосовувалися схеми Каткоскі і Кнайта з триступінчастими трансформаторами відповідно напруги і струму [35]. Ці рішення лягли в основу вимірювальних кіл мостів, які серійно випускалися фірмами ASL і Tinsley. Tinsley і його флагманська модель 5840C згодом поступилися у гонці за підвищення точності вимірювань. Кращі метрологічні характеристики мали мости фірми ASL. Серія типу F (F16, F17, F18) стала найбільш комерційно затребуваною [36]. Модифікація останньої моделі випускалася як F900 і використовувалася як основний засіб вимірювання в метрологічних інститутах провідних країн світу. З 2014 року права на продукцію фірми ASL перейшли до WKA Calibration Technology. Відповідно модель F900 отримала новий шифр CTR9000 [33].

Таким чином, для сучасних прецизійних термометричних мостів невирішеною виявилася задача інваріантності результату вимірювання до опору проводів з'єднання у струмовому контурі. У сучасній термінології [10] вона отримала назву «yoke problem». Вона особливо загострюється для діапазону криогенних температур, де співвідношення між неінформативними та інформативними опорами може бути значно більше одиниці. Відомий алгоритмічний підхід, розглянутий в [10]. Його реалізація заснована на рішенні системи векторних рівнянь. Залежно від складності моделі в такому методі в кілька разів може зрости невизначеність типу В. Тим самим знижується ефективність методу. Апаратні методи є більш точними, але і більш складними в реалізації. Деякі з методів вирішення «yoke problem» будуть розглянуті в 4 розділі.

Іншим фактором, який може призвести до істотного зростання похибки вимірювання опору СПТО, є шунтуючі адмітанси. В узагальнюючій монографії [38] зібрані основні методи екранування складових елементів чотирিপлечих мостів. Але методи екранування захищають від наводки. Вони, як правило, не усувають вплив, а тільки стабілізують параметри, що шунтують. Відомий прийом біфілірування, який спрямований на мінімізацію площі струмових і потенціальних контурів при чотиризітатисковому підключенні. Для цих цілей ефективним виявилось використання коаксіальних кабелів. У 1964 році Каткоскі ввів поняття чотири-

парного підключення об'єкта вимірювання [39]. У ньому об'єкт оточений екраном, потенціал якого дорівнює нулю, але по ньому протікає зворотний струм. Кожен з чотирьох сигналів (два струмових і два потенціальних) підводиться до об'єкта через коаксіальний затискач. Згодом такі мости стали називати коаксіальними [40]. Модель з чотирипарним підключенням дозволяє пропускати прямий і зворотний струми в просторових контурах з мінімальною площею. Це дає можливість зменшити поля розсіювання в трансформаторних вимірювальних колах, оптимізувати співвідношення сигнал/завада (в першу чергу магнітну) і поряд з іншими прийомами реалізувати високу чутливість коаксіальних мостів.

Пізніше Шілд [41] та Кібл [42] звернули увагу на недосконалість моделі чотирипарного підключення, пов'язане з кінцевим значенням опору екрана об'єкта і його можливою нееквіпотенціальністю. На наш погляд, інші аспекти можуть створити більш істотний вплив на похибку вимірювання. У моделі чотирипарного підключення всі чотири затискачі представлені в спрощеному, ідеалізованому вигляді з нульовим опором. Для діапазону середніх і високих температур опори підвідних проводів не перевищують кількох відсотків від вимірюваного опору. Але, наприклад, при вимірюванні криогенних температур опір СПТО зменшується на три порядки. Тому опір підвідних проводів, що є синфазним неінформативним сигналом, в 3-5 і більше разів перевищує вимірюваний опір. У цьому випадку фазовий зсув, обумовлений шунтуючими ємностями, буде підкреслюватись. При побудові вимірювальних кіл крім значного подавлення синфазного сигналу необхідно також звернути увагу на властивості трансформаторних мостів. Для прецизійних вимірювань, що використовують індуктивний дільник з тісним магнітним зв'язком, існує протиріччя. Чим тісніше зв'язок, тим більше міжвиткова ємність. З експерименту маємо значення міжвиткової ємності - 1000 пФ на кожні 100 витків джгутової намотки. Крім того, на практиці в лабораторіях використовують довгий вимірювальний кабель, зазвичай 10-30 м. У результаті значення шунтуючої ємності може сягати 5000 пФ. Ця ємність включається паралельно СПТО і утворює з його індуктивністю паралельний контур. Резонанс контура може цілком співпадати з робочою частотою. Тоді характер двоелементної схеми

заміщення в свою чергу може змінитися з послідовної індуктивної на паралельну ємнісну схему. Така зміна вкрай небажана, оскільки вимагає структурної перебудови вимірювального кола і нового калібрування її вузлів.

1.2.2 Проблеми контролю метрологічних характеристик трансформаторних термометричних мостів

Сучасні тенденції поліпшення метрологічного забезпечення температурних вимірювань пов'язані з новим визначенням одиниці виміру градуса Кельвіна. Одиниця Кельвін, замість визначення через потрійну точку води, як це встановлено на даний момент, буде визначатися за допомогою призначення точного значення константі Больцмана. Перевагою перевизначення одиниці стане просування техніки прямих вимірювань термодинамічної температури паралельно з методами, описаними в МТШ 90. Однак для впровадження в практику сучасних тенденцій потрібен певний час. Тому в документі ККТ «Report to the CIPM on the implications of changing the definition of the base unit kelvin» зроблені наступні висновки [43]: «Зміна визначення Кельвіна практично не вплине на реалізацію МТШ 90 і передачу розміру одиниці температури робочим засобам вимірювання. МТШ 90 в доступному для огляду майбутньому буде використовуватися як найбільш точна і надійна апроксимація термодинамічної шкали. Однак це не буде єдина шкала, яка використовується для температурних вимірювань. У віддаленому майбутньому термодинамічні методи, можливо, досягнуть такої точності, що зможуть поступово стати основними методами вимірювання температури. У доступному для огляду майбутньому ключовий діапазон шкали $-200 \dots + 960 \text{ }^{\circ}\text{C}$ буде здійснюватися за допомогою платинових термометрів опору ». Звідси вдосконалення методів контролю основних метрологічних характеристик термометричних мостів на даний час, як і раніше, залишається актуальним завданням.

Проведемо короткий аналіз метрологічних характеристик з урахуванням специфіки температурних вимірювань. Міст з дискретним числом витків є цифровим приладом. Відповідно він має два типи похибки: випадкову й детерміновану

(систематичну). Випадкова похибка визначається похибкою квантування або розрядністю індуктивного подільника, а також співвідношенням сигнал/завада. Детермінована похибка моста в свою чергу має кілька складових: адитивну, мультиплікативну похибку і нелінійність [2]. Факторів, що впливають на ці похибки, досить багато. Це можуть бути: кінцеві поля розсіювання сигнальних кіл, мережевих і вимірювальних трансформаторів; неточна підгонка внутрішнього стандарту; неідеальні характеристики індуктивного дільника; ефекти шунтування паразитними імпедансами різних точок вимірювального кола з високим потенціалом та ін. Опис методів боротьби з деякими чинниками може скласти не одну монографію. Так, підвищення точності вимірювань у трансформаторних мостах за рахунок зниження полів розсіювання шляхом створення коаксіальних вимірювальних кіл детально розглянуто в [40, 42].

Адитивна (offset) і мультиплікативна похибки та нелінійність мають різну природу, джерела виникнення та методи усунення. Їх слід розглядати окремо. Інакше можна отримати невірний результат вимірювання метрологічних характеристик термометричного моста. Якщо адитивна похибка моста дорівнює нулю або врахована в процесі калібрування, то згідно з алгоритмом МТШ90 при визначенні параметра W мультиплікативна похибка може скоротитися. Тож залишиться тільки похибка лінійності.

Відомі [44] два види нелінійності: інтегральна і диференціальна. Існують методи калібрування індуктивних подільників, які дають змогу визначати обидва види нелінійності й вводити корекцію. Результати вимірювання диференціальної нелінійності представлені в [45,46]. Для визначення малої величини похибки 0,1-0,07 ppm використовувався додатковий 30-bit двійковий індуктивний дільник. Це унікальне обладнання, яке практично неможливо вмонтувати в комерційний міст.

В [42] описані три метода калібрування індуктивного подільника: bootstrap, straddling та permuting capacitors. Метод "permuting capacitors" передбачає велику кількість вимірювань і, отже, накопичення випадкової похибки. Реалізація методів "bootstrap" та "straddling" заснована на застосуванні додаткового 8-декадного індуктивного дільника [47]. Різницеву напругу між секціями подільни-

ка і еталонною секцією вимірюють за допомогою векторного вольтметра [48]. Вольтметр повинен мати унікальні характеристики, наприклад, динамічний діапазон 180 dB і таке ж подавлення синфазної завади. Очевидно, всі відомі методи вимагають унікального обладнання. Тому вони є складними і дорогими процедурами. Існують інші вагомні причини, які ускладнюють використання відомих методів.

1. Для реалізації відомих методів необхідно мати доступ до кожної секції дільника окремо. У конструкціях мостів комерційного призначення це не передбачено.

2. Індуктивний дільник моста знаходиться в різних режимах у процесі вимірювання і у процесі визначення нелінійності.

А) Амплітуда напруги на індуктивному дільнику під час визначення нелінійності може бути 1-10 V, а під час вимірювання в термометричному мості не повинна перевищувати 0,1 V.

Б) У процесі контролю секція обмотки знаходиться в режимі холостого ходу, оскільки коло порівняння напруги повністю збалансоване [45, 47]. Навпаки, в процесі вимірювання вимірювальні декади моста включені каскадом. Тому обмотка подільника завжди навантажена на імпеданс наступного каскаду.

Слід зазначити, що диференціальна й інтегральна нелінійності так само мають різну природу і джерела виникнення. Диференціальна нелінійність проявляється як нерівномірне квантування або розриви монотонності функції перетворення. Вона обумовлена нерівністю ЕРС на секціях обмотки з однаковим числом витків, розбіжностями між декадами та ін. Відомі методи контролю диференціальної нелінійності застосовують до індуктивного дільника як окремого приладу. Зазвичай це відбувається при проведенні акредитації метрологічних лабораторій або ключових міжнародних звіряннях. Для дільника, вбудованого в міст, диференціальну нелінійність визначають з метою атестації технології виготовлення обмоток з тісним індуктивним зв'язком. Роблять це на спеціальному стенді підприємства виробника. Як правило, рівень цієї похибки не перевищує (0,1-0,5)

одиниці молодшого розряду (ОМР). Зовнішніми пристроями здійснити цю процедуру в мостах змінного струму практично неможливо.

Інтегральна нелінійність є монотонною функцією, що проявляється у всьому діапазоні вимірювання. Нелінійність обумовлена кінцевим вхідним і вихідним опорами каскадів індуктивного діляника, шунтуючими адмітансами. Її величина може знаходитися в межах (1-3) ОМР. Для контролю інтегральної нелінійності можна використовувати зовнішні пристрої. Основна проблема розробки таких пристроїв (емуляторів прецизійних магазинів опорів) полягає у відсутності мір опору необхідної точності.

Як правило, нелінійність прецизійного моста є малою величиною. Тому для апроксимації нелінійної функції достатньо полінома другого або третього ступеня. Нелінійність квадратичного характеру являє собою монотонну опуклу функцію. Її електричною моделлю є резистивний діляник зі змінним вихідним опором регульованої обмотки і постійним вхідним опором навантаження наступного каскаду. Для сучасних матеріалів з магнітною проникністю $\mu = (1-2) \cdot 10^5$ значення вхідного опору двоступеневого трансформатора може бути (10-20) МОм. Вихідний опір обмотки є змінною величиною. Він залежить від числа витків у стані рівноваги. Для мідного дроту діаметром 0,33 мм опір може змінюватися від 0 до (1-1,5) Ом. У результаті може виникнути нелінійність, більша за 0,1 ppm.

Нелінійність кубічного характеру являє собою монотонну функцію, що має S-подібний зовнішній вигляд. Електрична модель для обчислення нелінійності з урахуванням міжвиткової ємності розглянута в [47, 49]. Величина цієї похибки залежить від робочої частоти f , як правило, для 8-декадних термометричних мостів не перевищує (0,03-0,04) ppm.

Отже, основними метрологічними характеристиками прецизійних термометричних мостів, які мають контролюватись у процесі експлуатації, є адитивна похибка й інтегральна нелінійність.

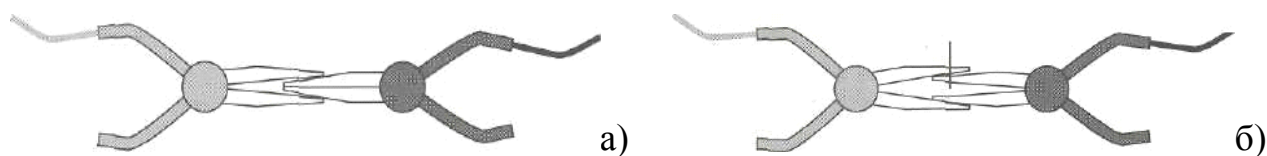


Рис. 1.5 [46] Метод «зеро» для затискачів Кельвіна

Методи контролю адитивної похибки засновані на операціях, що створюють ефект об'єкта вимірювання з нульовим опором. Оригінальний метод із застосуванням затискачів Кельвіна запропонований в [50]. Дві фази цього методу зображені на рис. 1.5. У першій фазі обидва затискачі Кельвіна, а отже струмовий і потенціальний контури об'єднуються в одну точку. У другій фазі гальванічний контакт між струмовим і потенціальним контуром розривають. Однак далеко не всі конструкції затискачів Кельвіна дають змогу реалізувати метод на рис. 1.5. Крім того, при розриві контурів тільки один з них залишається підключеним до нульового потенціалу. На другий контур діє значна синфазна завада. Оскільки корисний сигнал малий і не перевищує декількох одиниць молодшого розряду, то завада може перевищувати його рівень на кілька порядків. Існує інший спосіб, позбавлений цього недоліку. Він полягає в попарному замиканні провідниками струмових і потенціальних затискачів приладу. У центральній частині провідники з'єднують перемичкою. На рис. 1.6 наведені два відомих рішення.

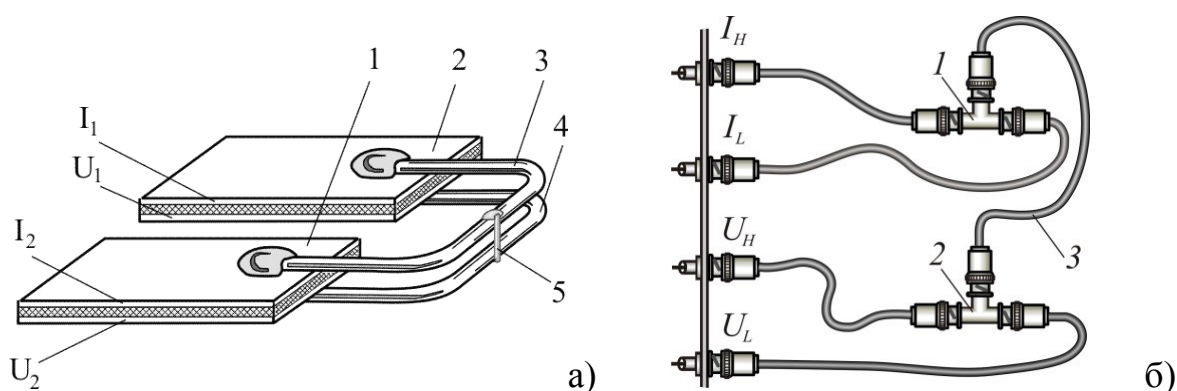


Рис.1.6. Еквіваленти нульового опору

Зокрема рис. 1.6а) – це ескіз емулятора нульового опору для затискачів Кельвіна будь-якої конструкції. Ідея, що запропонована Сурду М.Н. та Орнатським О.А., з

деякими змінами використовується в ІЕД НАНУ понад 35 років. Інше рішення у вигляді схеми з'єднань для коаксіального моста запропоновано Ламеко О.Л., рис.1.6б) [51]. У цих рішеннях в якості перемички виступають відповідно провідник 5 і коаксіальний кабель 3. Підключення, наведені на рис. 1.6, створюють режими у вимірювальному колі, що еквівалентні об'єкту вимірювання із нульовим опором. Вони можуть використовуватися для контролю адитивної складової похибки. Однак для атестації відповідної методики необхідна побудова моделі для оцінки ефективного опору такого об'єкта або міри нульового опору та прив'язки її значення до одиниці молодшого розряду моста.

З методами контролю інтегральної нелінійності ситуація складніша. Нелінійність за визначенням – це різниця між реальним коефіцієнтом перетворення моста і прямою лінією, як характеристикою ідеальної моделі. Добре відомий метод Вайта [52, 53]. Він широко використовується на практиці, оскільки для його реалізації існує прилад RBC 100 (400), як комерційна пропозиція [54]. Проте метод має вразливі місця. Метод Вайта заснований на вимірюванні відношень опорів чотирьох базових резисторів $P_{1, meas} - P_{4, meas}$. Їх номінальне значення x_1-x_4 підібрано так, як показано на рис. 1.7.

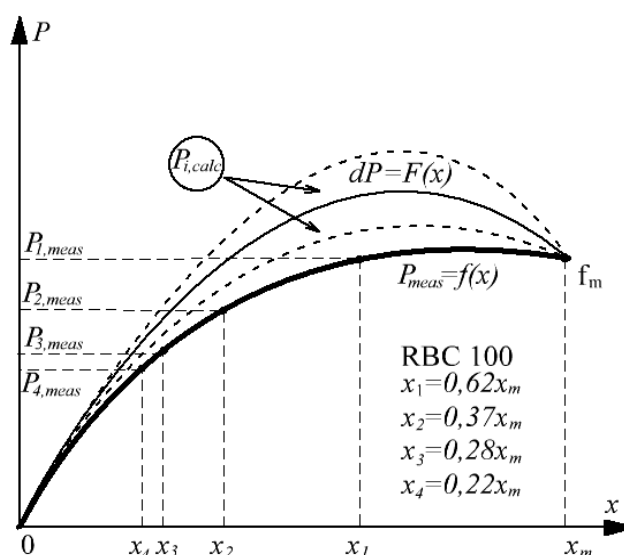


Рис. 1.7. Метод Вайта для вимірювання нелінійності термометричних мостів

Тут і далі під x_i будемо розуміти істинне (true) значення відношення $x_i \equiv R_{i,N}/R_S$. Результат вимірювання цього відношення позначимо як $-P_{i, meas}$. На основі результатів вимірювання $P_{1, meas} - P_{4, meas}$ обчислюють 31 комбінацію даних $P_{i, calc}$. Для цього використовують ідеальну модель послідовно-паралельного включення базових резисторів [55]. Для кожної комбінації проводять вимірювання $P_{i, meas}$. Припустимо, що функція перетворення реального моста $y = f(x)$ має квадратичну інтегральну нелінійність (рис. 1.7). При опуклому характері нелінійності функції $f(x)$ результати обчислень $P_{i, calc}$ будуть розташовуватися над реальною характеристикою $f(x)$ в області між двома пунктирними кривими. Це обумовлено тим, що первинні результати вимірювання $P_{1, meas} - P_{4, meas}$ не лежать на одній прямій лінії. Всі результати вимірювання $P_{i, meas}$ будуть розташовані на реально існуючій кривій $P_{meas} = f(x)$. Суть відомого методу полягає в мінімізації деякої функції. Вона представлена рівнянням (1) [52, с.131] або рівнянням (12) [53, с.1072] і має вигляд

$$s^2 = \frac{1}{N - \rho} \sum_{i=1}^N [P_{i, meas} - P_{i, calc} + dP(P_{i, meas})]^2, \quad (1.1)$$

де $dP(P_{i, meas}) = F(x)$ – коригуюче рівняння.

Графік цього рівняння так само буде знаходитися між двома пунктирними кривими (рис. 1.7). Використання коригуючого рівняння не усуває нелінійність, тому що $f(x) \neq F(x)$. Очевидно, функція $F(x)$ не є прямою лінією. Тоді у відомому методі (1.1) відсутній алгоритм, відповідно до якого можна визначити різницю між реальною характеристикою моста і прямою лінією.

Зауважимо, що для ідеальної (лінійної) функції $P_{meas} = f(x) = x$ результати первинних вимірювань $P_{1, meas} - P_{4, meas}$ будуть лежати на одній прямій і будуть виконуватися умови $P_{i, meas} - P_{i, calc}$ та $dP \rightarrow 0$. У цьому випадку згідно з (1.1) функція s^2 наближається до нуля. Таким чином, відомий метод є тільки індикатором нелінійності. Він відповідає на питання: є нелінійність або її немає? Але він не

відповідає на питання: яка величина нелінійності? Це є основним недоліком відомого методу.

Властивість накопичення похибки є іншим недоліком методу. Вона зумовлена шумами моста. Припустимо, що ми маємо розподіл випадкової похибки за законом Гаусса. Причому дисперсії всіх вимірювань будуть однаковими і не корельованими величинами. Позначимо їх як σ^2 . Тоді середнє квадратичне відхилення (СКВ) результатів обчислення будь-який з 35 комбінацій P_{calc} (відповідно до кількості обчислень i-vi, у статті [52, с.130]) буде визначатися наступним чином: $\sigma_{\text{calc}} = \sqrt{(4\sigma^2 + 12\sigma^2 + 12\sigma^2 + 36\sigma^2 + 16\sigma^2 + 12\sigma^2)} = \sigma\sqrt{92}$. Нехай СКВ результатів кожного вимірювання P_{meas} так само дорівнюватиме $\sigma_{\text{meas}} = \sigma$. Всього цих вимірювань – 35. У результаті сумарне СКВ при визначенні результату дорівнюватиме $\sigma_{\text{total}} = \sigma\sqrt{35+92} \approx 11\sigma$. У підсумку, під час створення рівняння корекції $dP = F(x)$ оцінка результатів за формулою (1.1) в 11 раз збільшує рівень шумів відомого методу. Тож сучасні методи контролю основних метрологічних характеристик термометричних мостів не завжди визначають необхідні параметри, мають низьку чутливість, відсутні теоретичні обґрунтування для їх верифікації.

1.3 Метрологічне забезпечення кондуктометричних вимірювань. Фізичні основи створення стандартних розчинів електролітів із заданою електролітичною провідністю

Кондуктометричні методи і засоби вимірювання широко використовуються в різних галузях науки, промисловості і технології. Наприклад: в океанології для визначення властивостей морської води [56]; в енергетиці для контролю якості водопідготовки котлів [57,58]; в екології для оцінки загальної мінералізації промислових і стічних вод [59]; у харчовій промисловості [60]; медицині. В останньому випадку існують цілі наукові напрямки, такі як: кондуктометричні методи досліджень крові та ниркової недостатності [61], дослідження нових властивостей і механізмів біочутливості, біогенерації (нелінійна електротермодинаміка [62]) та

ін. Кондуктометричні методи вимірювання наразі виділяються в окремий напрямок – сучасну кваліметрію [63]. Деякі з кондуктометричних методів вже зараз широко використовуються в народному господарстві, а деякі вимагають затвердження на рівні методик вимірювань у службах Держстандарту України. Так, в океанології солоність морської води є функцією відносної електричної провідності [64]; у харчовій промисловості – масова частка золи в цукрі визначається відповідно методикою ICUMSA як функція питомої електричної провідності водних розчинів цукру [65]. Знати електропровідність розчинів необхідно в багатьох технологічних процесах, при складанні енергетичних і теплових балансів у процесах гальваніки, гальванопластики, при дослідженні корозії, розробці нових хімічних джерел енергії (акумуляторів, іоністорів), виготовленні алюмінієвої фольги для електролітичних конденсаторів та ін.

В якості інформативних параметрів можуть також використовуватися температурні залежності електричної провідності досліджуваних розчинів. Наприклад, таким методом визначаються кількість і склад легких фракцій у паливі. Сьогодні ми дивимося на електропровідність як на комплексну величину, яка має активну і реактивну складові, кожна з яких несе певну інформацію про об'єкт вимірювання, наприклад: дослідження гемодинаміки кровоносної системи і внутрішніх органів (тетраполярна реоплейтізмографія [66]).

Електропровідність характеризується рухливістю всіх іонів у розчині, які є носіями струму, і тому є інтегральною оцінкою властивостей розчину. Однак відомі й селективні методи визначення концентрації окремих складових багатоконпонентних розчинів, наприклад метод кондуктометричного титрування [67]. Але сучасні дослідження, зокрема в галузі біосенсорики, можуть створити прорив у розробці методів вимірювання, що мають специфічну вибірковість до хімічних речовин широкого спектра [68, 69]. Дуже перспективним напрямком є комбінація кондуктометричних і біохімічних методів перетворення, яка дає змогу розробляти високоселективні прилади для експрес-діагностики концентрації складних хімічних сполук (фенолів, цукрів, пестицидів, токсинів, важких металів та ін.). Протягом останніх 25-30 років кондуктометричні біосенсорні методи вимірювань ро-

звиваються найбільш бурхливими темпами. Відповідно число досліджень та публікацій зростає в геометричній прогресії [70-72].

Вимірювання ЕП є досить складним процесом, в якому досягнення високої точності ускладнюється впливом факторів, що залежать від фізико-хімічної природи речовин, характерних для іонного типу провідності, інерційності процесів встановлення температурної рівноваги в розчинах, впливом електрохімічних процесів на границях «розчин-електрод» тощо. Універсальна теорія цих процесів до цього часу не розроблена. У загальному вигляді під кондуктометрією розуміють розділ вимірювань, що займається вивченням поведінки розчинів електролітів в електричному полі [67]. До електролітів, як правило, відносять речовини, енергія взаємодії катіонів та аніонів яких з дипольними молекулами розчинника перевищує енергію електростатичної взаємодії іонів у кристалі або ковалентних зв'язків. У результаті дисоціації електроліт розпадається на стійкі іонні системи [73, 74]. Отже, за наявності зовнішнього електричного поля в електроліті, як провіднику другого роду, протікає електричний струм.

Перші закономірності в кондуктометрії були сформульовані Кольраушем в 1879 р. і носили суто емпіричний характер. Кольрауш експериментально встановив, що еквівалентна електропровідність електроліту при нескінченному розведенні дорівнює сумі рухливостей іонів.

Теоретичне обґрунтування процесів розчинності було дано П. Дебаєм і Е. Гюккелем в 1923 р [75]. Згідно з їх теорією електроліт повністю дисоціює на іони, які беруть участь в хаотичному тепловому русі й взаємодіють один з одним за законом Кулона в діелектричному середовищі. В результаті кожен іон у розчині оточений іонною атмосферою, щільність заряду якої спадає по мірі віддалення від розглянутого іона. Іонна атмосфера створює навколо обраного центрального іона два ефекта, що гальмують його рух: електрофоретичний і релаксаційний.

Електрофоретичний ефект пов'язаний з тим, що іон під дією зовнішнього електричного поля переміщується не в нерухомому середовищі, а в потоці рухомих йому назустріч іонів протилежного знака. Отже, від граничної рухливості

іонів λ слід відняти швидкість руху іонної атмосфери, яка для 1,1-валентного електроліту пропорційна корню квадратному від значення концентрації:

$$\lambda = \lambda_0 + A\sqrt{c} \quad (1.2)$$

де λ_0 – сумарна рухливість іонів; A – константа; c – концентрація розчину.

Релаксаційний ефект гальмування обумовлений кінцевим часом руйнування (релаксації) іонної атмосфери. В результаті цього центр іонної атмосфери в умовах нерівноваги виявляється зміщеним на деяку відстань від положення рухомого центрального іона. Отже, виникає електростатична сила повернення, яка одночасно уповільнює рух і центрального іона, і іонної атмосфери. Основні положення цієї теорії Л. Онзагера застосовував до параметру електропровідності:

$$\lambda = \lambda_0 + (2b_E + \lambda_0 b_R)\sqrt{c}, \quad (1.3)$$

де b_E і b_R – відповідно електрофоретичний і релаксаційний коефіцієнти, що певним чином залежать від температури і діелектричної постійної розчинника.

У 1954 р. Робінсон і Стокс у рамках другого наближення теорії Дебая-Гюккеля отримали таку формулу:

$$\lambda = \frac{\lambda_0 + (2b_E + \lambda_0 b_R)\sqrt{c}}{(1 + aB\sqrt{c})} \quad (1.4)$$

де B – константа, що залежить від температури і діелектричної проникності розчинника; a – мінімальна відстань, на яку можуть зближуватися в розчині центри катіонів та аніонів.

Класична теорія Дебая - Хюккеля дає задовільні результати для певного типу об'єктів, в якості яких виступають симетричні одновалентні досить розбавлені електроліти. Сучасний підхід полягає в тому, що розчин розглядається як термо-

динамічна система. Для опису загального вигляду залежностей як функцій термодинамічних величин температури T , тиску p , об'єму V , концентрації N , складу використовується так званна парна кореляційна функція $g(r)$ [76]:

$$\frac{pV}{NkT} = 1 - \frac{N}{6VkT} \int_0^\infty g(r) \frac{du(r)}{dr} 4\pi r^3 dr, \quad (1.5)$$

де $u(r)$ – енергія парної взаємодії.

Рівняння подібного виду можуть бути вирішені на цей час тільки чисельними методами, найчастіше з використанням алгоритму Моте-Карло. При цьому навіть для сучасних обчислювальних засобів, за відсутності будь-яких спрощень, існують обмеження на чисельність ансамблю. У цьому методі, який називають HNC (hypernetted chain approximation), як правило, враховують не більше тисячу атомів. Тому поряд із загальним підходом використовують так само спрощені варіанти. Наприклад, метод MSA (mean spherical approximation), в якому іони і диполі розчинника розглядаються як тверді сфери певного розміру. При цьому використовують три типи кореляційних функцій, що описують іон-іонну, іон-дипольну і диполь-дипольну взаємодії на основі електростатичних моделей. У цьому методі ігноруються моменти вищих порядків, наприклад квадрупольний, а хімічний склад системи ніяк не враховується [76].

У теорії Дебая та її сучасних модифікаціях дано обґрунтування процесів розчинності та властивостей електричної провідності розчинів на основі фізичних величин і фундаментальних констант, що використовуються в термодинаміці. З розвитком метрології та вдосконаленням (гармонізацією) вимог до системи основних фізичних величин з'явилася необхідність описувати електричні властивості середовища через її взаємодію з електричним полем. Очевидно, це взаємодія відбувається в первинному вимірювальному перетворювачі, який у класичній кондуктометрії називають коміркою, в інших областях вимірювань - сенсором або давачом. Існують різноманітні класифікації кондуктометричних давачів за характером електричного поля: постійне, змінне НЧ, змінне ВЧ; за типом гальванічного

контакту: контактні і безконтактні; за видом вимірюваного електричного параметра: індуктивні, ємнісні, трансформаторні [67]. Найбільш висока чутливість спостерігається в контактних і безконтактних трансформаторних давачах [77]. У них відбувається мінімальна втрата потужності сигналу. В безконтактних трансформаторних давачах об'ємний виток охоплює генераторний та індикаторний трансформатори, що виготовлені на кільцевих осереддях. Вони розташовані аксіально по відношенню один до одного. В таких давачах відсутній гальванічний контакт розчину з електродом і, отже, немає падіння потужності на електрохімічному імпедансі. Висока чутливість безконтактних трансформаторних давачів знайшла застосування в пристроях для вимірювання пульсацій солоності морської води [78,79]. Безконтактні методи так само використовувалися при створенні п'ятидекадних вимірювачів відносної електропровідності рідини і на їх основі промислових вимірювачів солоності морської води типу ГМ-65, ГМ-85 [77, 80]. Основи розрахунку функції перетворення безконтактних трансформаторних давачів були закладені в [81, 82]. Однак, у прецизійних засобах з нормованою характеристикою перетворення трансформаторні давачі не застосовувалися. Для дотримання розрахункового значення коефіцієнта перетворення профіль поверхні об'ємного витка має повторювати профіль силових ліній струму, який описується функціями Бесселя. Такий профіль розрахувати можна, але виготовити його з необхідною точністю практично неможливо.

У контактних давачах сигнал (струм або напруга) прикладається безпосередньо до електродів, які мають гальванічний контакт з розчином. Для фіксації форми рідини електроди розташовують всередині резервуара, який називають коміркою. У 30-ті роки минулого століття Джонс запропонував комірку із скла у формі двох кульових колб, з'єднаних циліндричною трубкою. У кульових колбах на деякій відстані від отворів циліндричної трубки, закріплювалися дискові електроди з платини [83]. Джонс прагнув створити поле всередині циліндричної трубки з максимально колінеарними силовими лініями. Однак константа його комірки не була розрахунковою величиною і вимагала калібрування. Для калібрування використовували стандартні розчини хлористого калію. Методика приготування ро-

зчинів спиралася на теорію Дебая-Онзагера. Вперше Кольрауш на основі багатозразового очищення компонентів розчину (солі хлористого калію і дистильованої води) розробив методику приготування стандартних розчинів із заданою провідністю і склав спеціальні таблиці. Далі, в 1924 році Паркер Н. і Паркер Е. [84], а через десять років Джонс і Бредшоу [85], спираючись на більш точне значення фундаментальних фізичних констант, уточнили таблиці. Ці таблиці і методика дали можливість створювати стандартні зразки розчинів із заданим значенням питомої провідності, які використовувалися для калібрування комірок і, по суті, виконували функцію еталонів відповідних розрядів. Однак такий підхід не відображав взаємозв'язку між одиницями основних фізичних величин системи SI. Тому, надалі, був розроблений стандарт [86], відповідно до якого питома провідність розчинів (надалі названа як електролітична провідність σ) була визначена як відношення щільності струму J , А/м² до напруженості електричного поля E , В/м:

$$\sigma = \frac{J}{E}. \quad (1.6)$$

У системі основних фізичних величин електролітична провідність (ЕП) має наступну розмірність: $\dim k = L^{-3} M^{-1} T^3 I^2$. Цей вираз відображає зв'язок ЕП з еталонами довжини, маси, часу і електричного струму. Але на практиці використовувати перераховані вище величини, так як і щільність струму і напруженість електричного поля, вкрай незручно. Тому останнім часом у провідних економічно розвинених країнах були створені еталони, в основі яких використано "прямий" метод відтворення фізичної величини [87]. Способів реалізації цього методу в світовій практиці досить багато, однак принцип роботи практично однаковий і заснований на вимірюванні опору стовпа рідини заданої геометрії з рівномірною щільністю силових ліній струму.

1.3.1 Аналіз методів і засобів прецизійного вимірювання електролітичної провідності рідин в національних стандартах провідних країн світу

При прямому методі відтворення електролітичної провідності модель для розрахунку опору стовпа розчину збігається з ідеалізованою моделлю за визначенням (definition).

$$R \equiv R_{id} \stackrel{def}{=} \frac{1}{\sigma} \frac{l}{S} \stackrel{cond}{=} \frac{K}{\sigma}, \quad (1.7)$$

де σ - питома електрична провідність, для рідин ця фізична величина називається електролітична провідність; l - довжина трубки; S - площа поперечного перерізу.

Відношення l/S в кондуктометрії називають константою комірки [67] і позначають символом K . Однак оскільки на міжфазній межі метал/електроліт буде діяти електрохімічний імпеданс, то результат вимірювання активної складової опору стовпа рідини R_m буде відрізнятися на величину дійсної частини електрохімічного імпедансу $\text{Re}(Z_E)$:

$$R_m = \text{Re}(Z_E) + R_{id}. \quad (1.8)$$

Для максимального виключення впливу дестабілізуючих приелектродних процесів використовують диференційний метод. Спочатку вимірюють опір R_{m1} при довжині стовпа рідини l_1 . Потім збільшують довжину стовпа $l_1 + \Delta l$ і вимірюють опір R_{m2} . ЕП визначають за такою формулою:

$$\sigma = \frac{\Delta l}{S} \frac{1}{R_{m1} - R_{m2}} \quad (1.9)$$

Це основне рівняння, яке використовується при відтворенні електролітичної провідності практично у всіх національних стандартах з двоелектродною коміркою.

кою. Його застосування засноване на двох постулатах (припущеннях). По-перше, вважають, що поле всередині комірки є однорідним, його силові лінії струму – колінеарні. Тоді в розрахунках можна користуватися формулою (1.7) ідеалізованої моделі. По-друге, на інтервалі вимірювань двох опорів R_{m1} і R_{m2} електродні процеси не змінюються. Тоді $\operatorname{Re}(Z_E)$ є постійною величиною у (1.8), яка у формулі (1.9) скоротиться.

Насправді різноманітність способів реалізації диференціального методу, особливостей конструкції комірок і методик проведення вимірювань вимагає ревізії цих постулатів і формування критеріїв, відповідно до яких можна провести порівняльний аналіз [88]. Перший критерій – це порушення лінійності поля. Нелінійність може бути обумовлена наявністю отворів для заливання/зливання розчину або зазорів між електродами і елементами конструкції.

Другий критерій – це можливість стабілізації процесів на межі електрод/розчин. З теорії електрохімічних процесів [67,73,76] відомо, що складові електродного імпедансу є функціями багатьох параметрів $Z_E = f(i, \omega, t, c, n)$, наприклад: амплітуди i і частоти ω струму, що протікає через електроліт, температури t розчину, концентрації c і рухливості n іонів, ступеня чистоти електродів. Незалежність диференціального методу від кожного з параметрів досягається різними підходами, які не завжди реалізуються в комірці певного типу.

Інваріантність до температури забезпечують за допомогою занурення кондуктометричної комірки в термостат при проведенні вимірювань. Залежно від конструкції і будови комірки можуть бути використані рідинні або повітряні термостати. Температурний коефіцієнт для конкретного розчину є постійною величиною і набуває значення зазвичай $\alpha = (2-3) \cdot 10^{-2} / 1^\circ \text{C}$. Рідинний термостат може забезпечити стабілізацію до $0,001^\circ \text{C}$, на той час як повітряний термостат – тільки $0,1-0,05^\circ \text{C}$. Відповідно невизначеність відтворення електролітичної провідності, спричинена цією складовою, може досягати $0,26\%$ для останнього випадку. Крім того, теплоносій термостата має свою питому провідність і може створювати шунтуючий ефект.

Вплив концентрації і рухливості іонів може бути мінімізовано шляхом підбору матеріалу електрода, наприклад платини, і типу стабільного електроліту, яким є розчин хлористого калію.

Для інваріантності за частотою необхідно для кожної комірки мати індивідуальну градувальну частотну характеристику. У спрощеному варіанті можна провести лінійну інтерполяцію за результатами вимірювання опору на двох частотах. Однак цей підхід справедливий для моделі з лінійною частотною характеристикою. В реальній ситуації через складну еквівалентну схему електродних процесів, наявності істотної діелектричної проникності розчину і ємності кабелю частотна характеристика є нелінійною функцією.

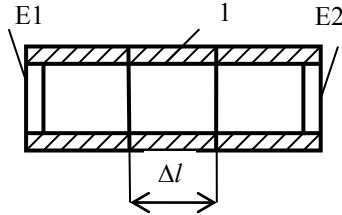
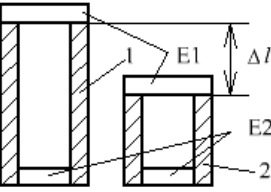
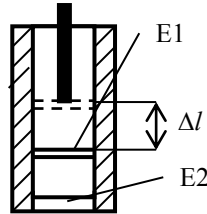
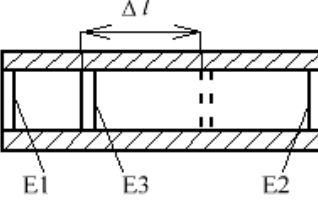
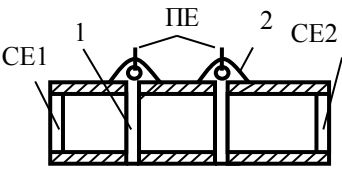
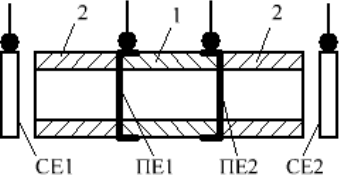
Для інваріантності до струму необхідно: щоб кондуктометрична комірка перебувала в режимі заданого струму; при двох вимірюваннях опорів стовпів різної довжини в засобі вимірювання необхідно виключити переходи за піддіапазонами. Зауважимо, щоб корисний сигнал був істотним, приріст довжини трубки в диференціальному методі має бути значним. Тоді якщо обидва результати вимірювань будуть знаходитися в одному піддіапазоні, то один з результатів буде супроводжуватися підвищеним значенням похибки від дискретності.

Третій критерій – це процедура наповнення комірки розчином, пов'язана з її конструктивними особливостями. В цьому напрямку необхідно звернути увагу на наступне: зручність витіснення бульбашок повітря, які можуть утворитися під час заповнення комірки; наявність порожнин, які не можуть бути заповнені розчином; забруднення розчину залишками попередніх зразків.

За період оцінки простежуваності еталонів ЕП водних розчинів електролітів було проведено ряд міжнародних звірень (два пілотних Р22 і Р47 і чотири ключових К36, К83, К92 і К105). Практично в кожному офіційному протоколі є зведена таблиця всіх типів комірок, які беруть участь у звіряннях. З аналізу протоколів та літературних джерел випливає, що первинні кондуктометричні комірки з розрахунковим значенням константи можна розділити на шість типів, представлених в таблиці 1.1. Далі розглянуто їх основні переваги та недоліки.

Таблиця 1.1

Принципи побудови первинних комірок провідних держав світу

№	Конструкція комірки	Характеристика типу комірки	Держава
1 [89]		Диференціальна комірка із змінною центральною трубкою, що вилучається (removable), кількість електродів -2	США Данія Італія Словаччина
2 [91]		Комірка з двома незалежними трубками, кількість електродів -2	Росія
3 [90]		Комірка поршнева (piston), кількість електродів -2	Німеччина
4 [90]		Комірка з електродом, що переміщується, утворюючи плечі моста, кількість електродів -3	Нідерланди
5 [90]		Комірка постійного струму, кількість електродів -4	Угорщина
6 [92]		Комірка змінного струму, кількість електродів -4	Грузія

Перший тип – це диференціальна комірка із змінною центральною трубкою, що вилучається [89,90]. Вона складається з трьох частин. Перші дві представляють собою комірку Джонса, розрізану навпіл. Третьою частиною є трубка довжиною Δl , що вставляється всередину для реалізації диференціального методу. Цей

тип комірки найбільш поширений, використовується в еталонах США, Данії, Італії, Словаччини. Переваги першого типу комірки: можливість регулярно контролювати геометричні параметри центральної трубки, а саме площу поперечного перерізу S і довжину трубки Δl ; простота конструкції. Недоліки: оскільки конструкція є розбірною, то при розбірно-складальних операціях можливе неконтрольоване зміщення за осями трубок, що очевидно порушує лінійність силових ліній. Вхідні й вихідні отвори для заповнення розчину також порушують лінійність силових ліній. Протиріччя у виборі розміру Δl . З одного боку параметр Δl має бути якомога більшим, для того щоб випадкова складова вимірювання опору не посилювала свій вплив при обчисленні різниці (1.9). З іншого боку завелике значення Δl може викликати перехід на інший піддіапазон вимірювання, а це призведе до зміни робочого струму i , зрештою, до неідентичності процесів на електродах E1 та E2.

Другий тип – це комірка з двома незалежними трубками, що використовується метрологічними службами Росії [91]. Трубки мають однаковий діаметр, а їх довжина відрізняється на Δl . В обох трубках нижній електрод E2 закріплений постійно. Після наповнення трубки розчином до утворення меніску верхній електрод E1 насувається таким чином, щоб не було пустот. Переваги: ті ж, що і в попередній конструкції плюс відсутність отворів для заливки. Завдяки цьому забезпечується максимальна лінійність силових ліній. Недоліки: протиріччя у виборі розміру Δl та людський фактор. Виходячи зі способу наповнення комірки, можна виділити суттєвий недолік – складність забезпечення відсутності порожнеч і бульбашок, які можуть утворюватися в результаті закріплення верхнього електрода, і проблеми його ізоляції при переміщенні комірки в рідинний термостат.

Третій тип - комірка поршнева. В основі конструкції є трубка із оксидної кераміки. В нижній частині закріплений платиновий електрод E1. Іншим електродом є рухливий поршень E1. Вимірювання опорів виконують при двох положеннях поршня. Приріст довжини вимірюють оптичною системою. Перевага: оптична система дає змогу з гранично високою точністю виміряти Δl . Недоліки цього типу комірки: Зазор між поршнем і трубкою є змінною величиною, яка впливає на

нерівномірність поля. Прецизійний механізм переміщення і оптична система зчитування істотно ускладнюють обслуговування і підвищують вартість такої конструкції. Трубка зроблена з непрозорої кераміки, що не дає змоги контролювати виникнення і усувати бульбашки повітря при наповненні комірки. Складний габаритний механізм переміщення призводить до складності стабілізації температури комірки, оскільки помістити систему в водний термостат досить складно. Поршнева комірка використовується в стандартах Німеччини [90], Мексики.

Четвертий тип комірки з двома нерухомими E1, E2 і третім рухомим E3 електродом застосовується в Нідерландах [90]. Опори стовпів рідини від рухомого до нерухомих електродів включені в дві гілки чотириплечого моста. Спочатку міст зрівноважують при фіксованому положенні рухомого електрода. Потім змінюють положення рухомого електрода і повторно зрівноважують міст. Після подвійного зрівноваження моста розрахунковий опір дорівнює опорі розчину, що міститься в циліндрі, обмеженому двома положеннями рухомого електрода [90]. Недоліки комірки: нелінійність поля через зазор у рухомому електроді. Неповне віднімання складових приелектродного процесу, обумовлене різницею струмів на межі електрод\електроліт при першому і другому зрівноваженні і відмінністю струмів на самих електродах. Складна система переміщення. Звідси виникають труднощі термостатування і підвищується вартість розробки. Виникають складності при автоматизації процесу зрівноваження. Чотириплечі мости мають недостатню точність і завадостійкість.

П'ятий тип – чотириелектродна комірка постійного струму. Її використовує метрологічна служба Угорщини [90]). Конструкція комірки передбачає просторове розділення електродної системи на два платинових електрода в якості струмових СЕ1 та СЕ2 і два електроди Ag / AgCl в якості потенціальних ПЕ. Потенціальні електроди «висять» над зазором 1, товщиною 25 мкм, утвореним завдяки шорсткості торців крайніх частин трубки. При наповненні комірки розчином зазор виступає як рідинний електрод. Переваги комірки: у зв'язку з просторовим розділенням електродів на потенціальні і струмові, вплив приелектродних процесів практично повністю усувається. Недоліки: оскільки щілина 1 має бути вузь-

кою (див. таблицю 1.1), то розчин може надходити в порожнину 2. Це призводить до поганої вимиваємості комірки. Вплив термоЕРС ускладнює процес вимірювання опору. На постійному струмі можливе розкладання розчинів солей на іони. Тому необхідно працювати на малих струмах, що погіршує співвідношення сигнал\завада. Оскільки поверхня трубки, що утворює зазор, шорстка, то при визначенні константи комірки виникає істотна невизначеність в оцінці довжини центральної трубки.

Останній тип комірки, наведений в таблиці 1.1, – це чотириелектродна комірка змінного струму. Вона застосовувалася в еталоні Радянського Союзу і територіально знаходилась в НВО «Ісарі», Тбілісі, Грузія [92]. Конструктивно ця комірка близька до комірки першого типу. Відмінності полягають в тому, що на торці центральної трубки наносять тонкий шар платини, що утворюють два тонких кільця, які виконують функції потенціальних електродів ПЕ1 та ПЕ2. Центральна трубка з'єднується нерухомо з двома бічними трубками. Переваги комірки: селекція в просторі на потенціальні ПЕ та струмові СЕ електроди і застосування зрівноважених вимірювальних кіл практично повністю усуває вплив приелектродних процесів на результат вимірювання. Використання напруги змінного струму виключає вплив термоЕРС. Недоліки: відсутність контролю відстані між струмовими та потенційними електродами, що впливають на нелінійність поля і похибку при визначенні константи комірки. Необхідно застосування складних, спеціалізованих приладів з значним подавленням синфазного сигналу.

Ще один тип комірки, який на відміну від комірок з таблиці 1.1, поки ще не пройшов достатню апробацію. Тому розглянемо його окремо, рис. 1.8.

Принцип дії комірки заснований на теоремі Ван дер Пау [93, 94]. Вона має багато спільного з теоремою Лемпарта. Але використовується не для розрахунку часткової ємності системи електродів, що утворюють у перетині замкнутий контур, а для розрахунку опору. Для кондуктометричних цілей одна з перших конструкцій комірки була розглянута в [95].

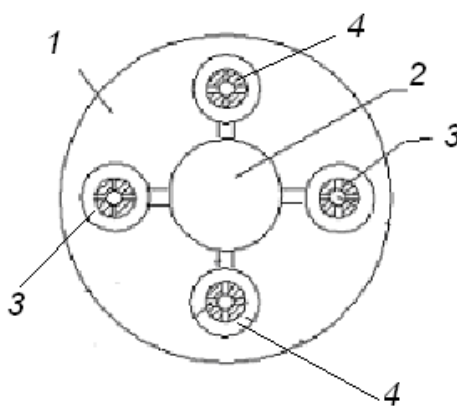


Рис. 1.8 [89] Комірка Ван дер Пау.

На рис. 1.8 позначено: 1 - діелектричний корпус; 2 - вимірювальна порожнина; 3 - потенціальні електроди; 4 - струмові електроди. Згідно з методом Ван дер Пау [93, 94], у плоскому циліндричному зразку довільної форми, який має постійну висоту h і питомий електричний опір ρ , на бічній поверхні фіксують чотири точки. Проводять вимірювання опору R_1 за чотиризатискною схемою. Причому через дві протилежно розташовані точки пропускають струм, а з двох інших знімають падіння напруги. Потім точки підключення синхронно змінюють на одну позицію і вимірюють опір R_2 .

Для вимірювання електролітичної провідності використовують симетричну конструкцію, для якої $R_1 = R_2 = R$. Значення електролітичної провідності визначають за формулою:

$$\sigma = \frac{\ln 2}{\pi h} \cdot \frac{1}{R} \quad (1.10)$$

Головною перевагою комірки Ван дер Пау є те, що в процесі відтворення одиниці довжини [м] використовується не три параметри (два визначають площу поперечного перерізу комірки S , а третій - довжину комірки Δl у рівнянні (1.9)), а тільки один параметр - висота комірки h . Отже, невилучена систематична похибка обчислення константи комірки, обумовлена неточністю геометричних параметрів, може бути в 1,7 рази менше. Результати досліджень наведені в [96, 97].

Основною проблемою методу є те, що щілини, що з'єднують порожнини електродів з вимірювальною порожниною, не є еквівалентами точок підключення в теоремі Ван дер Пау. Силові лінії струму будуть починатися і закінчуватися на поверхні металевих електродів 3 і 4 (таблиця 1.1). Отже, на міжфазній межі метал/розчин діятимуть термодинамічні процеси, які моделюються складовими електрохімічного імпедансу і не враховуються в теоремі Ван дер Пау.

До інших істотних недоліків належить наявність вузьких щілин, які необхідно враховувати під час розрахунку константи до рівняння (1.10). Крім того, велика кількість порожнин в комірці призводить до поганої вимиваємості самої комірки, що може забруднити досліджуваний розчин при наступних вимірюваннях. У зв'язку з цим може знадобитися велика кількість досліджуваного розчину для промивання, що не завжди можливо забезпечити. У разі виникнення бульбашок повітря при наповненні комірки процедура усунення їх буде важкою.

На підставі проведеного аналізу різних типів первинних кондуктометричних комірок можна зробити такі висновки: найбільш перспективними в подальших дослідженнях є комірки на ефекті Ван дер Пау і чотири електродні комірки змінного струму. Однак погана вимиваємість і труднощі з витісненням бульбашок можуть звести до мінімуму перевагу першої комірки. На той час як чотириелектродна комірка змінного струму дозволяє збільшити точність вимірювань за рахунок мінімізації впливу приелектродних процесів, усунення можливості появи пухирців кисню при наповненні комірки; реалізувати мінімальне значення постійної часу і стабілізувати вимірювання за допомогою рідинного термостата.

1.4 Основні характеристики та фактори впливу на точність вимірювання ТК приладів

При порівнянні оцінок характеристик похибки і невизначеностей результатів вимірювань в [98] рекомендується використовувати наступну схему: СКВ, що характеризує випадкову похибку – це стандартна невизначеність, обчислена за типом А; СКВ, що характеризує невилучену систематичну похибку – це стандар-

тна невизначеність, обчислена за типом В. Для отримання числових значень стандартної невизначеності $u_B(y)$ типу В від вимірювальної величини y необхідно мати інформацію про вимірювальне рівняння $y=f(x_i)$. Для прецизійних термометричних приладів відповідно до МТШ 90 (2000) рівняння має вигляд:

$$t_{90} = \sum_{i=1}^P D_i W_{90}^i, \quad (1.15)$$

де D_i – постійні коефіцієнти; $W_{90}=R_t/R_{t0}$ – відносний параметр, що визначається відношенням опорів СПТО при поточній температурі R_t та температурі у потрібній точці води R_{t0} .

Вимірювальне рівняння при відтворенні електролітичної провідності має такий вигляд:

$$\sigma = GK(1 + \alpha t), \quad (1.16)$$

де G – електрична провідність, t – температура розчину – це два параметри, що визначаються за допомогою вимірювання; K – константа кондуктометричного давача (комірки), що визначається за допомогою калібровки або для первинних комірок шляхом обчислень за відомими геометричними розмірами; α – температурний коефіцієнт стандартного розчину.

За відомої залежності $y=f(x_i)$, рівняння (1.15), (1.16), стандартна невизначеність типу В згідно з нормативними документами [98] обчислюється таким чином:

$$u_B(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} u_B(x_i) \right)^2}, \quad (1.17)$$

де $u(x_i)$ – часткові невизначеності x_i -го параметру вимірювального рівняння, N – число параметрів у рівняннях (1.15), (1.16).

Відомо, що невизначеність за типом А ґрунтується на статистичному розподілі ймовірності вибірки. Тип В ґрунтується на передбачуваній або апріорно встановленій густині розподілу ймовірності. Статистичний аналіз та встановлення часткових невизначеностей по кожному фактору настільки ускладнюють задачу, що на практиці не використовуються. Маючи бюджет похибок $\theta_i(p)$, як довірчих границь невилученої систематичної похибки (НСП), задачу спрощують, ґрунтуючись на передбачуваній густині розподілу ймовірності p кожної j -ї складової i -го параметру. Далі можна використовувати таблиці коефіцієнтів C_{ij} для різних типів розподілів похибки (рівномірний, трикутний, трапецієподібний, Гауссів ...) [99]:

$$u_B(x_i) = C_{ij} \theta_i(p). \quad (1.18)$$

Кожен з параметрів вимірювальних рівнянь (1.15, 1.16) може мати багато чинників, що впливають на систематичну похибку перетворення. До основних факторів впливу на результат вимірювання в прецизійних ТК приладах належать: нерівномірність силових ліній поля (поверхневий ефект, ефект близькості зворотного проводу, нееквіпотенціальність тонких електродів та ін.); неідеальність профілю провідника, що зумовлена технологічними обмеженнями; електродні процеси на межі метал/електроліт, параметри яких залежать від частоти, ступеня чистоти електродів, типу металу електрода, температури та ін.; неінформативні параметри опору (імпедансу) під'єднувальних провідників, значення яких співрозмірне чи перевищує значення інформативного параметру; шунтуючі ефекти, що призводять до помітних похибок для високотемпературних перетворювачів опору або за умов довгого вимірювального кабелю. Вплив кожного з факторів на границю НСП можна представити сукупністю параметричних рівнянь $\theta_i(p) = \Psi(\lambda_{ij})$, де p – довірна ймовірність. До масиву $\lambda_{ij} \in \{\lambda_{i1}, \lambda_{i2}, \dots, \lambda_{iM}\}$ належать наступні параметри: робоча частота, прикладена напруга (струм через давач), геометричні розміри чутливого елемента давача, розміри і просторова орієнтація електродної системи, параметри навколишнього середовища (температура, провідність буферного розчи-

ну), концентрація і рухливість іонів, опір (імпеданс) у струмовому контурі, паразитні шунтуючі провідності, вхідні і вихідні імпеданси масштабних і вимірювальних перетворювачів. Тож граничне значення НСП θ_i через відомі її складові θ_{ij} можна отримати з виразу [98].

$$\theta_i(p) = k \sqrt{\sum_{j=1}^M \left(\frac{\partial \Psi}{\partial \lambda} \right)^2 \theta_{ij}^2(\lambda)}, \quad (1.19)$$

де $k=1,1$ для $p=0,95$; $k=1,4$ для $p=0,99$ та $M>4$.

Таким чином, із трьох останніх рівнянь отримаємо зв'язок між відносними невизначеністю та похибкою:

$$u_y^* = \frac{u_y}{y} = \sqrt{\sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^M [A_{ij}(x, \lambda) \delta_{ij}(x, \lambda)]^2}, \quad (1.20)$$

де вираз для відносних параметрів: похибки та коефіцієнта впливу мають відповідно такий вигляд:

$$\delta_{ij}(x, \lambda) = \frac{\theta_{ij}(\lambda_j)}{x_i(\lambda_j)} = \frac{x_{\lambda=0} - x_i(\lambda_j)}{x_{\lambda=0}}; \quad (1.21)$$

$$A_{ij}(x, \lambda) = \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{x_i}{y} k C_{ij}(x, \lambda) \frac{\partial \Psi(\lambda_j)}{\partial \lambda_j}. \quad (1.22)$$

Під граничним значенням складової НСП $\theta_{ij}(x, \lambda)$ будемо мати на увазі похибку, як різницю між параметрами ідеалізованої моделі $x_{\lambda=0}$ об'єкта вимірювання (за умов відсутності фактора впливу) та реальної $x_i(\lambda_j)$ моделі (за умов наявності фактора впливу з параметром λ_j).

Задачі зменшення похибки вимірювання завжди займали найважливіше місце в дослідженнях відділу електричних та магнітних вимірювань Інституту електродинаміки НАН України. Тренд показників похибки засобів вимірювання іміта-

нсу, що розроблялися за останні сорок років, зображений на рис.1.15. Звідси точність приладів через кожні десять років покращувалася на порядок. Як правило, мета досягалася шляхом вирішення конкретних наукових задач, що були пов'язані з покращенням метрологічних характеристик внутрішніх мір приладів; використанням індуктивного дільника напруги на основі трансформаторів із тісним магнітним зв'язком; запровадженням мікроконтролерів; покращенням алгоритмів перетворення або калібровки внутрішніх вузлів приладів. Але можливості відомих методів практично вичерпані.



Рис.1.15. Тренд показників точності мостів, що розроблялись у відділі електричних і магнітних величин ІЕД НАНУ

У рівнянні (1.20) число N – це константа, кількість параметрів, що входять до вимірювального рівняння (1.15) чи (1.16). Але відносно параметру M існує протиріччя. Цей параметр визначається числом факторів, що впливають на результат вимірювання. Для прецизійних приладів, з одного боку, треба зменшувати загальну похибку (невизначеність або невилучену систематичну похибку) вимірювання, відповідно треба зменшувати кількість чинників, що впливають на похибку. Тобто необхідно зменшувати до мінімуму параметр M . З іншого боку, прецизійні прилади – це найбільш складні вимірювальні системи. Тому кількість фак-

торів, що розглядаються під час аналізу систематичної похибки прецизійного імпедансного приладу, постійно збільшується. Тобто параметр M необхідно максимально збільшувати.

Відомі підходи до вирішення подібного класу задач, зокрема теорія планування експерименту [100], в умовах великої кількості факторів впливу на результат вимірювання матиме свої обмеження. По-перше, не завжди існує можливість змінювати параметри факторів впливу. По-друге, параметри факторів впливу повинні вимірюватись на порядок точніше за результат основного вимірювання. А це для еталонних вимірювань практично неможливо. По-третє, інтервал варіювання того чи іншого фактора в умовах прецизійних вимірювань має бути значним для збільшення інформативності методу. Але збільшення інтервалу погіршує вимоги до достовірності моделі відгуку [101]. Відповідно для прецизійних вимірювань чутливість методу планування експерименту до формування сигналу корекції (зменшення) систематичної складової похибки буде суттєво зменшуватися, оскільки кількість чинників буде значною, а співвідношення між систематичною та випадковою складовими похибки може бути близьким до одиниці.

Рівняння (1.20) є функціоналом виду $u_y^* = \Phi[A(x, \lambda); \delta(x, \lambda)]$, де x належить множині параметрів, що входять у рівняння вимірювання, а λ належить множині параметрів, що мають вплив на результат вимірювання. Функціонал можна розглядати як цільову функцію, що при заданих множинах повинна мати мінімум із всіх можливих мінімумів. Але вирішення цієї задачі в загальному випадку надзвичайно складне і на практиці не є доцільним. У цьому випадку зображення цільової функції буде виглядати як багатовимірна поверхня з декількома десятками екстремумів. Тож пошук найменшого з них аналітичними методами буде теоретично і економічно недоцільним. Для отримання мінімуму суммарного значення НСП або невизначеності типу В (функціонал (1.20)) потрібен концептуальний комплексний підхід, що враховує основні напрямки (стратегії). Реалізація цього підходу на прикладі державного еталону одиниці електролітичної провідності розчинів елек-

тролітів розглянута у розділі 5, а конкретні наукові задачі за цими стратегіями - у розділах 2-4.

1.5 Висновки до розділу 1

1. Відомі моделі для дослідження шунтування опору СПТО, що зумовлені погіршенням ізоляції на високих температурах, є моделями постійного струму. Вони не враховують змінний характер робочого струму.

2. Одним з головних чинників, що погіршує ефективність чотиризапобіжничного підключення в трансформаторних мостах, є опір з'єднуючих провідників у струмовому колі між об'єктом та мірою (уоке проблема).

3. Існуючі методи екранування не дають позитивного результату в коаксіальних мостах, а за умови рівності інформативного опору і опору з'єднуючих провідів можуть навіть зашкодити. Методи стандартного еквіпотенціального захисту необхідно суттєво доопрацьовувати з урахуванням чотирипарного підключення.

4. Визначення адитивної похибки термометричних мостів таке ж важливе, як і визначення нелінійності. Існуючі методи контролю не мають достатнього теоретичного обґрунтування чи мають незадовільну чутливість.

5. Практично всі кондуктометричні комірки вимагають внесення поправок на нелінійність силових ліній поля; всі дво- і триелектродні комірки критичні до стабільності електродних процесів. Вкрай важливим є режим вимірювання з фіксованою амплітудою струму. Необхідно контролювати, щоб при зміні довжини трубки не було переходів на інші піддіапазони вимірювань; при використанні двоелектродної комірки потрібно значно більше часу, тому що для отримання результату опір комірки вимірюють двічі. Найбільш перспективними у подальших дослідженнях є чотириелектродні комірки змінного струму.

6. Для підвищення точності прецизійних ТК приладів необхідно враховувати значну кількість факторів впливу. Їх спектр практично унеможливає досягнення мети відомими методами. Тому наукову проблему слід розкласти на окремі наукові задачі, що потребують розробки та дослідження складних моделей (ма-

тематичних, фізичних, електричних), які знаходяться на стику декількох наукових напрямків (вимірювальна техніка, польові задачі, електрохімія, статистика). Відповідно для досягнення мети, вирішення наукової проблеми та створення прецизійних ТК засобів вимірювання з унікальними метрологічними характеристиками необхідний концептуальний підхід до досліджень.

Перелік джерел із загального списку використаних джерел, на які є посилання у розділі 1: [1] – [101].

РОЗДІЛ 2

ЕЛЕКТРОМАГНІТНІ І ЕЛЕКТРОХІМІЧНІ ПРОЦЕСИ У МОДЕЛЯХ ПРЕЦИЗІЙНИХ ТК ДАВАЧІВ

Зменшення невизначеності або невилученої систематичної похибки національних еталонів багатьох фізичних величин на декілька десятків процентів є значним успіхом. Воно пов'язано із значними науковими дослідженнями на стику декількох наук. Підвищення точності ТК вимірювань дає змогу стимулювати розвиток економіки, створення нових технологій, більш ефективно захищає державні пріоритети в галузі торгівлі. Тому, у порівнянні із існуючими засобами, істотне (в 5-7 разів) покращення метрологічних характеристик еталонних ТК приладів і вимірювальних систем є комплексною науково-прикладною проблемою державного рівня. Її вирішення складно уявити без концептуального підходу, основні положення якого полягають у наступному.

1. Вимірювання розглядається як процес послідовного перетворення однієї фізичної величини в іншу (рис.2.1).

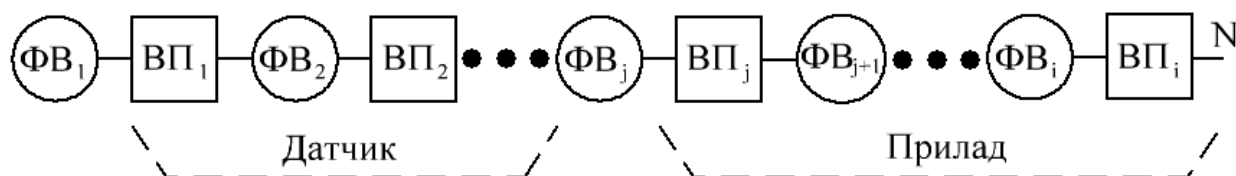


Рис. 2.1. Перетворення однієї фізичної величини в іншу у процесі вимірювання.

Вхідним сигналом засобу вимірювання є фізична величина ΦB_1 . У загальному випадку фізична величина в процесі прецизійного вимірювання зазнає ряду перетворень, кінцевим результатом яких для цифрових приладів є цифровий код N . Вимірювальний перетворювач, на вході якого діє перша фізична величина, що підлягає вимірюванню, називають первинним перетворювачем [4] або давачом (сенсором), а перетворювач, вихідним параметром якого є цифровий код, – вторинним перетворювачем або приладом (вимірювачем). Відношення вихідної

фізичної величини до вхідної являє собою статичну характеристику (функцію) перетворення. У кондуктометрії, так склалося історично, використовується своя усталена термінологія. Кондуктометричний давач заливного або проточного типу, для якого важливим аспектом є фіксована геометрія рідини і вимірювальних електродів, називають кондуктометричною коміркою. При цьому в якості статичної характеристики кондуктометричної комірки виступає не функція перетворення, а зворотна їй характеристика, яку називають константа комірки. За визначенням константа комірки дорівнює відношенню вхідної фізичної величини до вихідної. У роботі будемо використовувати обидва терміни. Якщо давач розглядається як вимірювальний перетворювач, то метрологічною характеристикою є функція перетворення. Якщо необхідно підкреслити саме кондуктометричний характер вимірювань, обмеженість профілю середовища, що вимірюється, та його вплив на функцію перетворення, то в якості метрологічної характеристики будемо застосовувати терміни константа комірки.

У загальному випадку кількість внутрішніх перетворень i , отже, кількість внутрішніх фізичних величин ΦB_i може бути довільною. Як правило, число перетворень в давачі рідко перевищує два перетворення. Необхідний набір фізичних величин, що описують перетворення всередині ТК засобів вимірювання наведено в табл. 2.1.

Таблиця 2.1

Фізичні величини в ланці вимірювального перетворення

	Давач			Прилад вимірювальний	
	ΦB_1	ΦB_2	ΦB_3	ΦB_4	ΦB_5
Термометрія	Температура	Питомий опір	Електричний опір	Напруга змінного струму	Цифровий код
Еталонна кондуктометрія	Електролітична провідність	Електрична провідність	-	Напруга змінного струму	Цифровий код

В таблиці поєднані дві, на перший погляд не пов'язані фізичні величини: температура та електролітична провідність або питома провідність розчинів електролітів. Однак, зв'язок між ними існує. По-перше, однакова електрична модель давача - це Н-подібний чотириполюсник. По-друге, однакова проміжна фізична величина моделі – це активна складова імпедансу. По-третє, суттєва детермінована залежність електролітичної провідності провідників 2-го роду від температури. Температурний коефіцієнт для більшості електролітів складає (2-3) %/°C. Останнє означає, що для вимірювання електролітичної провідності із відносною похибкою 10^{-5} потрібно стабілізувати температуру або вимірювати її та вносити відповідні поправки із похибкою (0,0005-0,0003) °C. Такі вимоги відповідають робочим еталонам або еталонам копій температури. Тож прецизійні вимірювання електролітичної провідності еталонного рівня в певній мірі стимулюють розвиток еталонних термометричних засобів вимірювання. Відповідно цими аргументами можна пояснити наявність в назві роботи термінів "термо- та кондуктометричні вимірювання". Терміном, що поєднує ці вимірювання та виступає як ключовий термін спеціальності 05.11.05 "Прилади та методи вимірювання електричних і магнітних величин", є "імпедансні методи перетворення".

2. При вирішенні проблеми використовується системний підхід, що рекомендований Орнатським П.П. [2] і полягає в необхідності:

- поділу процесу вимірювання на окремі операції: відтворення одиниці фізичної величини, порівняння фізичних величин, вимірювальне перетворення, масштабне перетворення;

- вибору методу вимірювання, наприклад диференціального чи зрівноваженого мостового, як одного з методів прямого перетворення, інваріантного до ряду основних дестабілізуючих факторів;

- пропозиції методів зниження систематичної похибки перетворення давачів і приладів через встановлення взаємозв'язку між фізичними величинами, вимірювальними перетворювачами і методами вимірювання;

- розробки метрологічних моделей вимірювальних систем і нових методів контролю метрологічних характеристик в умовах відсутності зразкових мір необхідної точності.

3. Для вирішення різного класу наукових задач (від забезпечення завадостійкості, аналізу та структурного синтезу КМВК до розробки моделей та методів зниження невилученої систематичної похибки) застосовується фрактальний алгоритм. Відомо, що для усунення наведень від джерел перешкод і синфазних сигналів використовується метод магнітного захисту, який полягає в мінімізації полів розсіювання контурів з вимірювальними сигналами [40, 42]. Тоді фігура подібності у вигляді контура мінімальної площі може бути графом затравкою [102] в процесі переходу за масштабом структури або конструкції вимірювального приладу. Це може уніфікувати постановку чи спростити рішення задач для досягнення високої чутливості, забезпечити мінімальний взаємний вплив модулів і окремих систем саме у прецизійних вимірювачах. Наприклад, на етапі розробки приладу в цілому біфіліровка контурів вимірювальних сигналів необхідна для забезпечення заданного співвідношення сигнал/перешкода; на етапі розробки вимірювальних кіл - для реалізації коаксіальних структур і захисту від шунтуючих впливів; на етапі розробки елементів векторного вольтметра (синхронних детекторів, інтеграторів, підсилювачів, АЦП) - для розведення земель відповідних каскадів; на етапі проектування живлення приладу – для реалізації архітектури розподіленого живлення та POL (point of load) перетворювачів [103]; на етапі конструювання плат - для реалізації багатошарової розводки плат друкованого монтажу [104].

Концептуальний підхід до вирішення проблеми та досягнення поставленої мети дав можливість об'єднати основні наукові завдання у три кластери.

1. Оцінка впливу дестабілізуючих факторів, що призводять до порушення ідеальної моделі електричного поля в об'єкті в процесі вимірювання. Визначення розрахункових значень коефіцієнтів перетворення і поправок на неідеальність поля всередині ТК давачів. Розробка і дослідження електричних моделей давачів, виявлення в них інформативних і неінформативних параметрів.

2. Забезпечення інваріантності вимірювальних кіл ТК приладів до неінформативних параметрів еквівалентної схеми давачів.

3. Розробка науково-методичної бази метрологічного забезпечення прецизійних ТК приладів і систем рівня національних еталонів.

Частину завдань першого кластера, які стосуються оцінки факторів впливу, обумовлених електромагнітними і електрохімічними процесами в давачах, буде розглянуто в цьому розділі. Решта – в наступному розділі. Другий і третій кластери завдань розглядаються в розділах 4 і 5 відповідно.

2.1 Математичні і електричні моделі ТК давачів для оцінки поправок, викликаних змінним характером електричного поля

У процесі вимірювання пасивної фізичної величини під дією джерел активних фізичних величин (струмів і напруг) в частині простору, обмеженого геометрією приладу і геометрією давача, виникає електромагнітне поле. Простір, обмежений контуром давача, має параметри: питому електричну провідність σ , діелектричну ϵ і магнітну μ проникність. Форм-фактор давача або межі простору представимо у вигляді прямого кругового циліндра. Вибір пов'язаний з тим, що циліндричним провідником є провід, з якого виготовлений термоперетворювач опору [25, 105]. Цю ж форму мають практично всі первинні комірки національних еталонів електролітичної провідності провідних країн світу [90].

Відзначимо, що силові лінії поля всередині циліндричного провідника будуть колінеарними тільки для ідеальної моделі. Порушення рівномірності щільності силових ліній поля призведе до виникнення методичної похибки. До основних факторів нерівномірності поля відносяться:

- змінний характер робочого струму (скін-ефект призводить до нерівномірного, симетричного щодо осі, розподілу щільності струму);
- ефект близькості дроту зі зворотним струмом за умов біфілірування (призводить до порушення осьової симетрії);

- наявність металевих електродів заданої геометрії для стовпа рідини (приводить до викривлення поля або через граничні умови на металевій поверхні або через порушення екіпотенціальності).

У контактній кондуктометрії наявність металевих електродів може викликати ще одну складову методичної похибки, яка обумовлена електрохімічними процесами на міжфазній межі двох типів провідників 1-го та 2-го роду. Особливості та вплив цих факторів на результат вимірювання буде так само розглянуто далі.

2.1.1 Польова модель для дослідження імпедансу ділянки провідника у вигляді прямого кругового циліндра у змінному електромагнітному полі

Добре відомо, що змінний електричний струм у довільному провіднику створює в навколишньому просторі змінне магнітне поле, яке відповідно до явища електромагнітної індукції в металевих об'єктах наводить електрорушійні сили (ЕРС). При цьому ЕРС виникають як у самих провідниках зі струмом (за рахунок само- і взаємоіндукції), так і в металевих елементах, провідниках вимірювальної системи (за рахунок взаємоіндукції). Тож у проводах з кінцевою площею перетину за рахунок вихрових струмів додатково виявляються поверхневий ефект і ефект близькості зворотного проводу. Ці ефекти виявляються тим сильніше, чим більше поперечний перетин провідника, вище частота і питома електропровідність провідника і чим ближче прямий і зворотний провідники розташовані один до одного. Таким чином, змінний характер поля і взаємодія електричної і магнітної його складових викликають нерівномірність щільності силових ліній поля. Ідеалізовану фізичну модель для розрахунку виміряного значення імпедансу (рис. 2.2) представимо у вигляді системи з прямого провідника 1 (круглого перетину діаметром D) і лінійного (нескінченно тонкого) зворотного провідника 2, в яких у протилежних напрямках протікає синусоїдальний струм. Зворотний провідник розташований паралельно прямому провідникові на відстані h ізоляції 3. Для зняття різниці потенціалів обрані дві точки a і b , які розташовані на відстані l уздовж твірної циліндричного провідника. Обидві точки в нашій моделі можуть уз-

годжено ковзати по поверхні масивного провідника в азимутному напрямку, при цьому їх розташування буде визначатися кутом зсуву α щодо положення зворотного токового проводу.

Фізична модель на рис.2.2 є найпростішим прототипом чотирипарного підключення [39, 40, 42]. У рамках цієї моделі розглянемо два варіанти підключення потенціальних затискачів вимірювального приладу. Перший варіант полягає в тому, що затискачі для підключення вольтметра c' і d' підключені до точок на поверхні провідника a' і b' за допомогою паралельних проводів 4, розташованих перпендикулярно осі провідника. У другому варіанті потенціальні дроти 4 виходять перпендикулярно осі з точок a'' і b'' до краю ізоляції. Потім один з потенціальних проводів прокладається паралельно осі провідника зі струмом до з'єднання з другим потенціальним проводом, після чого звивається з ним. У звитому вигляді дроти підключаються до вимірювальних затискачів c'' і d'' .

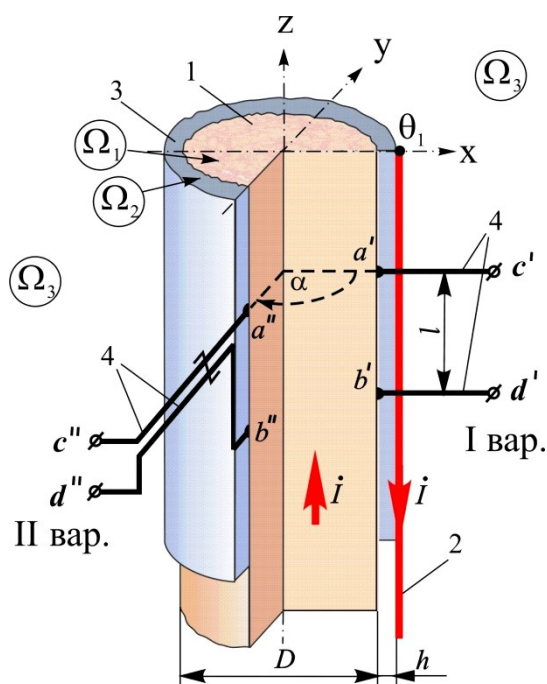


Рис.2.2. Фізична модель для розрахунку опору ділянки провідника

Електромагнітні процеси в представленій системі з метою спрощення подальших обчислень будемо розглядати при таких припущеннях:

- провідники зі струмом приймаються нескінченно довгими;

- потенціальні дроти розглядаються як ідеальні, без урахування діаметра і товщини ізоляції;

- еквівалентний вхідний опір вимірювача напруги приймається настільки великим, що струмом в потенціальних проводах можемо знехтувати.

Для дослідження електромагнітних процесів у провіднику використовуємо рівняння, за допомогою якого Дж. К. Максвелл висловив фізичні явища, які викликають виникнення напруженості електричного поля $\mathbf{E}$ в нерухомому середовищі без електрохімічних джерел енергії:

$$\mathbf{E} = -\text{grad}\varphi - \partial\mathbf{A} / \partial t, \quad (2.1)$$

де: $\varphi = \varphi(r,t)$ і $\mathbf{A} = \mathbf{A}(r,t)$ відповідно електричний скалярний і векторний магнітний потенціал це величини, що є функціями просторових координат та часу. Якщо поле збуджується за гармонійним законом, то зручно користуватись однією із форм запису: $\varphi(r,t) = \varphi(r) e^{j\omega t}$ та $\mathbf{A}(r,t) = \mathbf{A}(r) e^{j\omega t}$.

У кондуктометрії нехтують явищем електромагнітної індукції, вважаючи, що $-\partial\mathbf{A} / \partial t = 0$ [77]. Для еталонних кондуктометричних вимірювань досить актуальним є питання: яка при цьому буде похибка? Для відповіді на це питання на основі рівняння (2.1) була сформульована коло-польова задача [106] для чисельного розрахунку складових імпедансу ділянки циліндричного провідника при наявності зворотного проводу. Побудова повної математичної моделі для об'єкта на рис.2.2 описана в [107]. Її підсумком є один із виразів для визначення ортогональних складових імпедансу циліндричного провідника для другого варіанта підключення (рис.2.2):

$$R_X = \text{Re}(Z_X) = R_{Hom} + \text{Re} \left[\frac{1}{I} \left(\frac{j\omega l}{S} \int_S \mathbf{A}(r) ds - j\omega \mathbf{A}(r) l \right) \right];$$

$$X = \text{Im}(Z_X) = \text{Im} \left[\frac{1}{I} \left(\frac{j\omega l}{S} \int_S \mathbf{A}(r) ds - j\omega \mathbf{A}(r) l \right) \right]. \quad (2.2)$$

Опір R_{Hom} відповідає ідеалізованій моделі (1.21) з однорідним полем, рівномірно розподіленими силовими лініями струму і визначається виходячи з виразу

$$R_{Hom} = l/S\sigma \quad (2.3)$$

де l і S – довжина (на рис. 2.2 це відстань між точками а і b) і площа поперечного перерізу провідника, а σ - його питома провідність.

Для першого варіанта включення отримані подібні вирази, які не містять в дужках доданок $j\omega A l$. Розрахункова область електромагнітної задачі розглядається в декартових координатах в площині $x\theta y$ (див. рис.2.2). Вона містить підобласть прямого провідника Ω_1 з питомою електропровідністю σ , підобласть ізоляції Ω_2 , а також підобласть навколишнього повітряного середовища Ω_3 . Точкою Θ_1 на рисунку позначена проекція зворотного струмового проводу. Зовнішня межа підобласті Ω_2 є проекцією на площину $x\theta y$ можливих положень потенціальних затишків. На зовнішній межі розрахункової області (на рис.2.2 не показано) задається однорідна гранична умова $\dot{A} = 0$.

Завдання розрахунку електромагнітного поля вирішувалася при заданих струмах у прямому і зворотному провідниках. Тоді рівняння, що описують електромагнітне поле в системі через векторний магнітний потенціал $A(r) = \{0, 0, \dot{A}\}$, мають такий вигляд:

$$\mu_0^{-1}(\nabla \times \nabla \times \dot{A}) + j\omega\sigma\dot{A} - \frac{j\omega\sigma}{S} \int_{\Omega_1} \dot{A} ds = \frac{\dot{I}}{S} \text{ – в області } \Omega_1; \quad (2.4)$$

$$\mu_0^{-1}(\nabla \times \nabla \times \dot{A}) = 0 \text{ – в областях } \Omega_2 \text{ і } \Omega_3; \quad (2.5)$$

$$I_{стор} = -\dot{I} \text{ , – у точці } \Theta_1. \quad (2.6)$$

При зміні питомої електричної провідності провідника і частоти струму живлення у широких межах внесок індукованої складової в значення активного опору R_X може так само істотно змінюватися. Тому результати розрахунку складових

імпедансу відповідно до рівнянь (2.2) – (2.6) доцільно представляти у вигляді відносних параметрів, наприклад тангенса фазового кута $\operatorname{tg} \varphi = \operatorname{Re}(Z) / \operatorname{Im}(Z)$, та зведеної похибки δ :

$$\delta = \frac{R_X - R_{Hom}}{R_{Hom}}, \quad (2.7)$$

де R_{Hom} – опір, що відповідає ідеалізованій моделі з рівномірно розподіленими силовими лініями струму в однорідному середовищі; R_X – опір з нерівномірним за перерізом розподілом щільності струму (відповідає реальній моделі, характерній для змінного струму синусоїдальної форми).

Нижче наведені результати розрахунків цих параметрів відповідно до геометричних розмірів: $D = 10 \text{ мм}$, $h = 2,5 \text{ мм}$, що характерні для реальної конструкції давача еталона одиниці електролітичної провідності. На рис. 2.3 представлені залежності модуля похибки від питомої електричної провідності для двох варіантів підключення потенціальних затискачів вимірювального приладу (рис. 2.2) і двох частот – промислової частоти 50 Гц і вимірювальної 1 кГц, яка, як правило, застосовується в метрології. Необхідно відзначити, що похибка для першого варіанту підключення має позитивне значення, а для другого варіанта при $\alpha = 180^\circ$ – негативне. Тому на рис. 2.3 представлені графіки модуля похибки.

З наведених раніше рівнянь витікає, що в складі вимірюної напруги і відповідно імпедансу присутні індуковані складові. Причому для першого варіанта включення це єдина складова, що описує внесок векторного магнітного потенціалу всередині масивного провідника, яка власне і призводить до виникнення позитивної похибки. Для другого варіанта включення відповідно до рівнянь (2.2) і (2.3) індукована частина імпедансу представлена двома складовими. Крім існуючої в попередньому варіанті складової присутня складова, яка описує внесок векторного магнітного потенціалу в частині простору поза масивним провідником. Оскільки обидві складові віднімаються, то цим і пояснюється зміна знака похибки

на рис.2.3. З нього випливає, що похибка є лінійною функцією відносно питомої провідності.

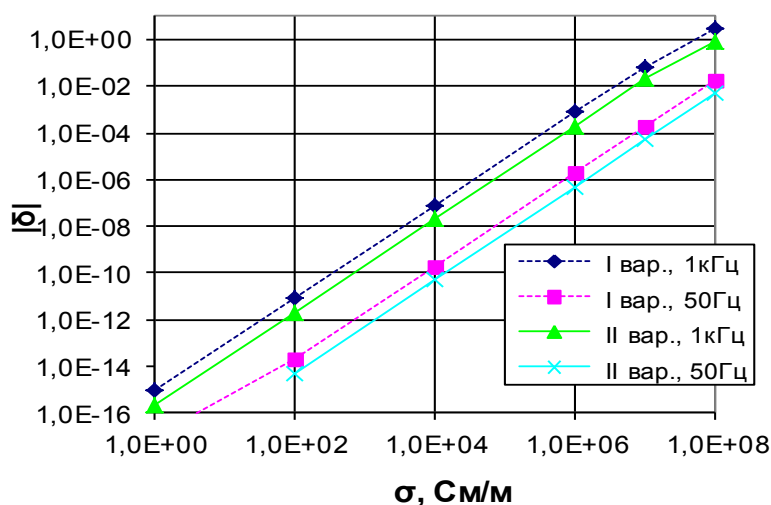


Рис.2.3. Похибка вимірювання опору циліндричного провідника на змінному струмі (рис. 2.2) у діапазоні ЕП, $D=10\text{мм}$, $h=2,5\text{мм}$.

Зауважимо також, що залежність похибки за умов біфілірування проводів потенціальних затискачів (2-й варіант включення) менша практично на порядок, ніж при відсутності біфіліровки (1-й варіант включення). У той же час, якщо порівнювати різницю цих похибок з різницею похибки на двох частотах 50 Гц і 1 кГц, то остання істотно (на два порядки) більша, ніж похибка від біфіліровки. Тому доцільно розглянути частотні властивості моделі.

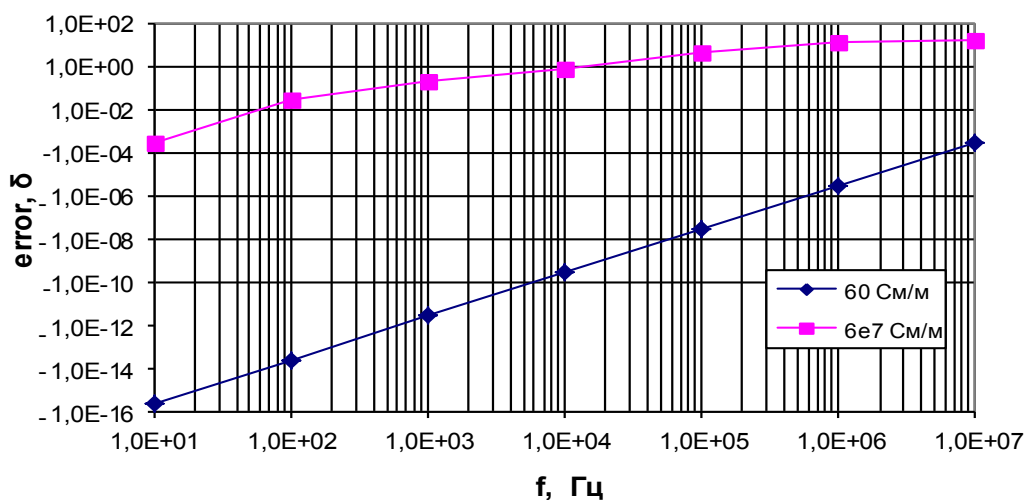


Рис.2.4. Частотна залежність похибки вимірювання опору циліндричного металевого або рідинного провідника $D=10\text{мм}$, $h=2,5\text{мм}$

Результати досліджень (похибка і тангенс фазового кута) для металевого і рідкого провідника з іонним типом провідності згідно з 2-м варіантом підключення при вуглі $\alpha = 180^\circ$ (див. рис. 2.2) представлені на рис. 2.4 і 2.5. З монотонного характеру залежності (рис.2.4) випливає, що електричну модель стовпа рідини ($\sigma \leq 10^2$) можна уявити двоелементною схемою заміщення. Характер реактивності вимагає уточнення. Однак величина реактивності настільки мала, що для всіх частот вимірювального сигналу аж до декількох МГц тангенс фазового кута, так само як і похибку, можна не враховувати. Відповідно це означає, що при дослідженні електромагнітних процесів у середовищах з іонним типом провідності явищем електромагнітної індукції можна знехтувати.

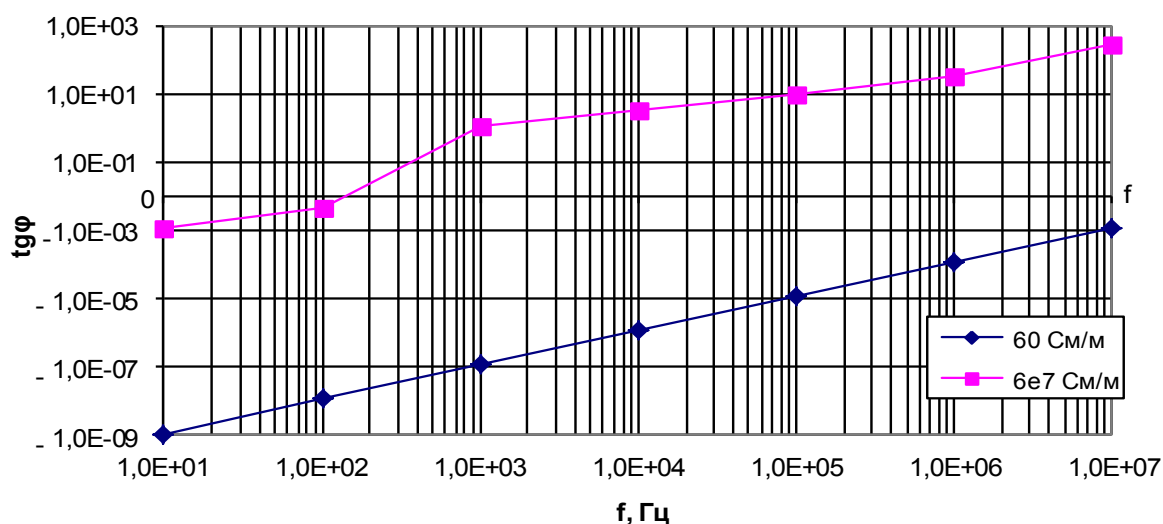


Рис.2.5. Частотна залежність тангенса фазового кута імпеданса

Для металів схема заміщення може бути більш складною. Тангенс фазового кута має такі властивості. По-перше, залежність не є монотонною функцією. По-друге, в діапазоні 0,1 - 1 кГц змінюється знак, а значення перевищує одиницю. Що свідчить про визначальний вплив векторного магнітного потенціалу всередині провідника. Це явище обумовлено поверхневим ефектом. У зв'язку з цим цікаві залежності параметрів (рис. 2.6 і 2.7), як функції від кута α . Вони дають можливість отримати характеристику ефекту близькості провідника зі зворотним стру-

мом (рис. 2.2). При наближенні точок підключення потенціальних затискачів до зворотного проводу ($\alpha \rightarrow 0^\circ$) реактивна складова імпедансу (див. рис. 2.6) на частоті вимірювального сигналу 1 кГц на порядок перевищує активну складову. Тому, якщо у вимірювальному пристрої не передбачити коло компенсації квадратурної складової, то можна втратити чутливість при вимірюванні основного параметра – активної складової імпедансу. Крім того, на цій частоті навіть на діаметрально протилежному боці ($\alpha = 180^\circ$) тангенс фазового кута близький до одиниці. Отже, метрологічні характеристики квадратурних кіл компенсації повинні бути також досить високими. А це, в свою чергу, ускладнює апаратуру для вимірювання імпедансу.

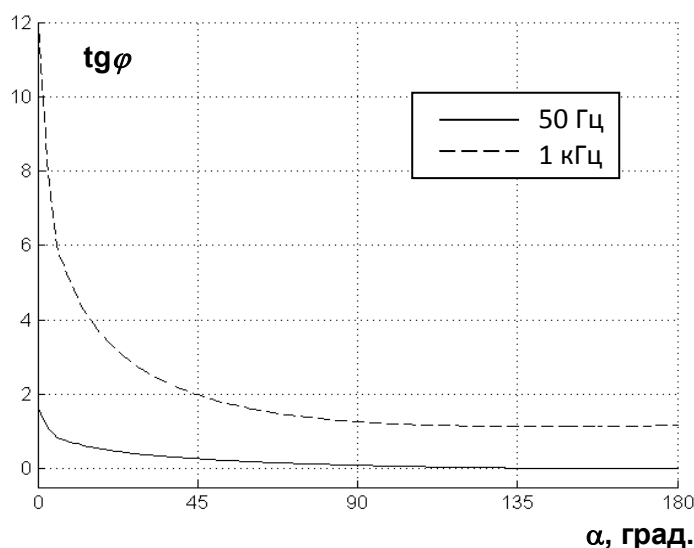


Рис.2.6. Вплив ефекту близькості на тангенс фазового кута

Із аналогічної залежності похибки (рис. 2.7) випливає кілька висновків. По-перше, для представлених частот вимірювального сигналу характер залежності однаковий, але при частоті 1 кГц похибка на два порядки більша, ніж при частоті 50 Гц. По-друге, значення похибки змінює свій знак, проходячи через нульову позначку. Причому з ростом частоти кут, який характеризує положення точки переходу похибки через нуль, так само збільшується. Перехід значення похибки через нуль при переміщенні точок підключення a і b вздовж поверхні провідника є вкрай важливим фактом. Він свідчить про те, що величиною похибки можна керувати,

зводячи її до нуля шляхом вибору відповідного кута підключення потенціальних проводів до ділянки провідника. Це може бути цікавим при створенні безіндукційних шунтів змінного струму.

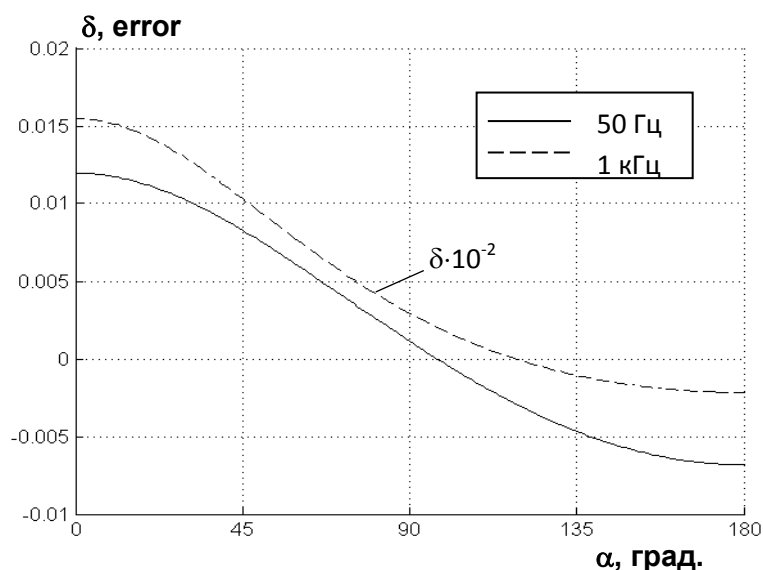


Рис.2.7. Вплив ефекту близькості на похибку

2.1.2 Польова модель для дослідження імпедансу стовпа рідини в безвихровому (потенціальному) електричному полі

У попередньому підрозділі показано, що для провідників з питомою електропроводністю менше 10^2 См / м відносна похибка вимірювання імпедансу стовпа рідини на частоті 1 кГц не перевищує 10^{-10} . То ж явищем електромагнітної індукції в кондуктометричних вимірах можна знехтувати. Відзначимо, що в порівнянні з металами рідкий провідник має більш високий опір. Тому струмами зміщення нехтувати не можна. Поле всередині кондуктометричних давачів є безвихровим (потенціальним). Тому незважаючи на те, що поле в часі змінюється за гармонічним законом, для розрахунку необхідних параметрів можна використовувати моделі постійного струму. Фізична модель відрізняється від моделі, представленої на рис.2.2, наявністю електродів, які виготовляються з металів. Процеси на межі метал/електроліт є істотними дестабілізуючими факторами. Вони не є інформативними, але призводять до суттєвих помилок (в першу чергу частотних) у

вимірюванні опору. Деякі особливості електричних моделей цих процесів будуть розглянуті в наступному підрозділі.

Для мінімізації впливу електродних процесів відомий конструктивний прийом. Необхідно рознести в просторі струмові та потенційні електроди. Загальна фізична модель такого об'єкта показана на рис.2.8. Рідина знаходиться всередині трубки внутрішнім діаметром D і загальною довжиною $L+2l$. Трубка потрібна для фіксації геометрії рідкого провідника і складається з трьох секцій: центральної 1 і двох бічних 2. На торцях центральної секції 1 розміщені металеві кільцеві потенціальні електроди 3 товщиною h_p і шириною, що відповідає товщині стінки трубки. На краях трубки закріплені два диски 4, на внутрішню поверхню яких нанесені металеві плівки 5 товщиною h_T , що виконують функцію струмових електродів.

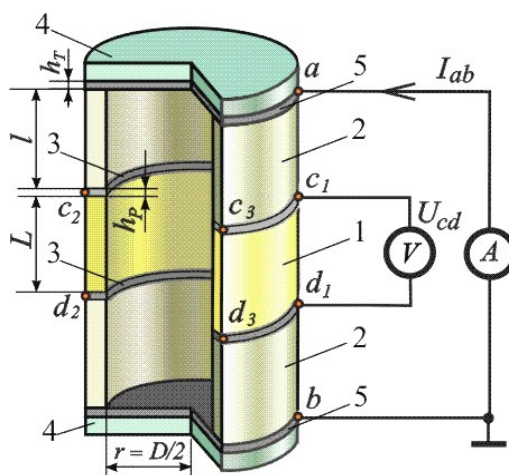


Рис.2.8. Фізична модель вимірювання опору стовпа рідини

Матеріалом трубок і дисків 4 є кварцове скло, що має хороші ізоляційні властивості, стабільність у часі і мінімальний коефіцієнт температурного розширення. Як метал електродів використовується платина. Це метал з мінімальним для більшості електролітів поляризаційним ефектом. Кінцева товщина електрода викликає ефект, пов'язаний з розтіканням електричного струму вздовж струмового електрода із кінцевим опором. У результаті внутрішні поверхні електродів перестають бути поверхнями рівного потенціалу, що в свою чергу призводить до нерівномірного розподілу напруги в перетині рідкого провідника і порушення рі-

вномірності щільності струму. Складова похибки, обумовлена цим фактором, також розраховується за формулою (2.7).

Математична модель. При побудові математичної моделі опору стовпа рідини будемо вважати, що об'єкт є однорідним за складом (з постійною концентрацією електроліту) і ізотропним середовищем і, отже, $\sigma = \text{const}$. Точковий характер підведення струму і зняття потенціалів, виконання струмових і потенціальних електродів у вигляді тонких металевих плівок зумовлюють тривимірний характер розтікання змінних електричних струмів у трубках давача, що, в свою чергу, вимагає розгляду тривимірної польової електромагнітної задачі. У той же час, зважаючи на обмеженість ресурсів обчислювальної техніки, чисельне рішення такого завдання досі важко реалізувати. Тому повна тривимірна задача розрахунку електромагнітного поля може бути зведена до тривимірної задачі в так званому наближенні малих струмів (small current), що значно спрощує розрахунок чисельними методами. У цьому випадку завдання зводиться до вирішення в розрахункових підпросторах (стовпі електроліту та кварцовій трубці) рівняння Лапласа

$$\nabla \sigma_{Ki} \nabla \varphi(r) = 0, \quad (2.8)$$

де $\sigma_{Ki} = \sigma_i + j\omega \varepsilon_0 \varepsilon_{ri}$ – комплексна провідність, що враховує протікання як струмів провідності, так і струмів зміщення в кожному із підпросторів; ε_{ri} – відносна діелектрична проникність відповідного підпростору.

В якості граничної умови на зовнішній бічній поверхні трубки використовується умова електричної ізоляції $\vec{n} \cdot \vec{J} = 0$, де $\vec{n}$ – вектор нормалі до поверхні, $\vec{J}$ – вектор щільності повного струму [108]. Для торцевих поверхонь трубки з електролітом гранична умова задана у вигляді рівняння

$$-\nabla_t \sigma_{pt} h_T \nabla_t \varphi = \vec{n} \cdot \vec{J}, \quad (2.9)$$

де h_T – товщина струмового електрода з питомою електропровідністю σ_{pt} .

Гранична умова (2.9) є рівнянням Пуассона і фактично відповідає умові безперервності електричного струму в диференціальній формі – $\text{div} \bar{J} = 0$. У нашій задачі вона дозволяє моделювати плівкові струмові електроди первинного перетворювача. Для моделювання потенціальних електродів використана внутрішня гранична умова:

$$-\nabla_t \sigma_{Pt} h_p \nabla_t \phi = \bar{n}(\dot{J}_1 - \dot{J}_2), \quad (2.10)$$

де h_p – товщина потенціального електрода.

У правій частині рівняння (2.10) представлено різницю нормальних складових повного струму на межах поділу між центральною і крайніми секціями кварцової трубки. Розрахунки проведені для наступних вихідних даних. Зовнішній і внутрішній діаметри кварцової трубки - 15 і 10 мм відповідно; довжина центральної секції трубки - 30 мм; питома електропровідність платини - 10^7 См/м і кварцу - 10^{-14} См/м; відносна діелектрична проникність електроліту - 81 і кварцу - 3; робоча частота - 1000 Гц. За результатами розрахунку визначалися значення електричних потенціалів у точках c і d . Повний струм обчислювався шляхом інтегрування нормальної складової щільності струму за заданим поперечним перерізом трубки з електролітом, після чого визначалась відносна похибка (2.7) вимірювання опору стовпа рідини. Для можливості роздільної оцінки вкладу в похибку струмів зміщення і конструктивних факторів розрахунок відповідно до поданої моделі також виконувався і за умов живлення постійним струмом (тобто частота $\omega=0$).

Аналіз результатів розрахунку. Повний аналіз результатів розрахунку проведено нами в [108]. Товщина струмового і потенціального електродів впливає на похибку практично однаково. Тому відповідні залежності похибки суміщені на одному графіку (рис. 2.9). Однак, якщо кінцева товщина струмового електрода призводить до зниження опору стовпа рідини, то кінцева товщина потенціального електрода призводить до збільшення опору. При однаковій товщині електродів систематичні похибки будуть практично повністю компенсуватися неза-

лежно від товщини. Крім того, при товщині більше 10 мкм, цими складовими похибки можна практично знехтувати. Останній висновок важливий для вибору тієї чи іншої технології виготовлення електродів.

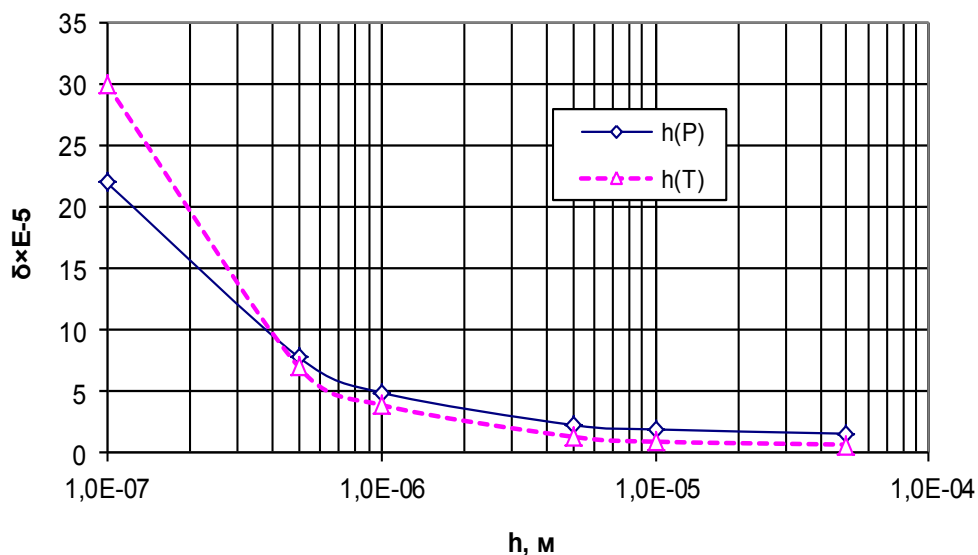


Рис.2.9. Вплив товщини токового $h(T)$ і потенційного $h(P)$ електроду на похибку вимірювання опору, $l/L=1/3$ і $\sigma=60$ См/м

Кожна з існуючих технологій має свої переваги і недоліки. Наприклад, технологія хімічного осадження дає змогу створювати електроди товщиною до 1 мкм. Але через погану адгезію і пухкість структури більш товстий електрод є механічно ненадійним. Технологія впікання передбачає перетворення платинохлористоводневої кислоти в металеву платину при температурах вище 600 °С. Однак, як показує практика, щоб отримати плівку завтовшки 0,3 мкм на одній стороні трубки, необхідно більше 20 раз повторювати процеси висушування, нагрівання та охолодження. Очевидно, більш товсті плівки вкрай трудомісткі у виготовленні. Технологія гальванічного осадження передбачає наявність металевої основи. Тому для струмових електродів технологія придатна, а для потенціальних — ні. Для струмових електродів можна також застосувати пресування або імпульсне ВЧ зварювання двох шарів дисків 4 і 5 (див. рис. 2.8). Необхідність урахування похибки через кінцеву товщину струмових електродів практично повністю знімається в результаті використання технології, що припускає застосуван-

ня металевої основи дисків 4. Стосовно потенціальних електродів такий підхід реалізувати не можна. Крім того, існує невизначеність в обчисленні поправки до довжини трубки через кінцеву товщину потенціальних електродів. Вона виникає при збиранні давача і обумовлена неспіввісністю трубок 1 і 2. Похибка, що виникає, дорівнює напівсумі товщини верхнього і нижнього потенціальних електродів. Таким чином до товщини потенціальних електродів виникають суперечливі вимоги, оптимізація яких можлива тільки для конкретної конструкції кондуктометричного давача.

На рис. 2.10 наведені результати розрахунку похибки за формулою (2.7) для двох варіантів: постійного і змінного струмів. Оскільки похибка змінюється в широких межах і при цьому змінює знак, ми змушені користуватися логарифмічною шкалою і представляти модуль похибки.

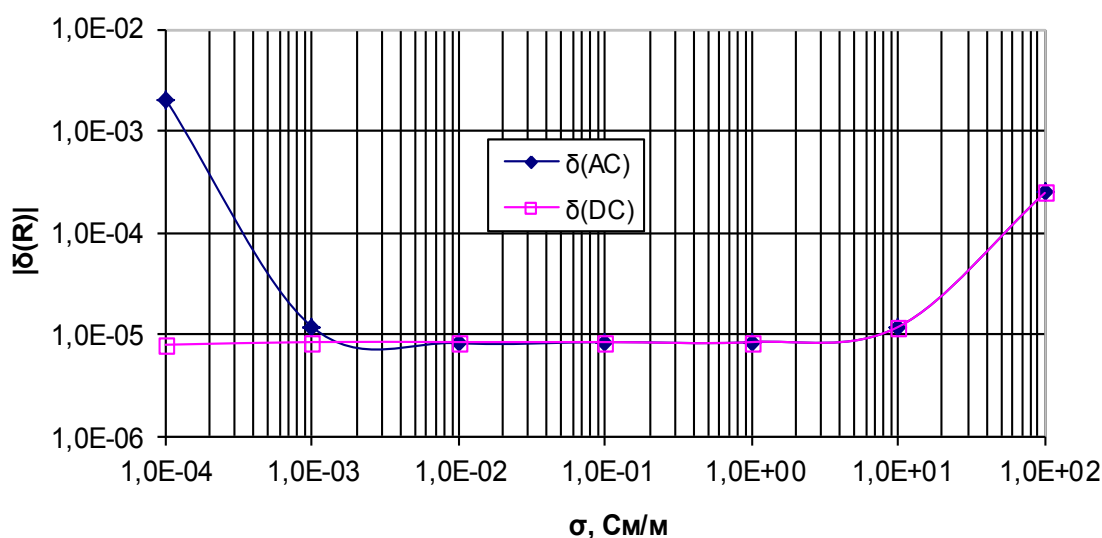


Рис.2.10. Похибки вимірювання опору при постійному $\delta(DC)$ і змінному $\delta(AC)$ струмах

Наявність невеликого мінімуму в області свідчить про перехід через нульову позначку і зміни знака похибки. Причому вліво від мінімуму маємо негативні значення похибки, а вправо – позитивні. Крім того, вправо від мінімуму похибки практично повністю збігаються, що свідчить про можливість розрахунку похибки в цьому діапазоні на постійному струмі. З загального характеру залежно-

сті впливає, що зростання похибки вище 10^{-5} спостерігається тільки на краях досліджуваного діапазону ($\sigma > 10^1$ См/м - діапазон кислот і $\sigma < 10^{-3}$ См/м - діапазон сильно розбавлених розчинів, дистильованої води та органічних розчинників). Характер залежності $\delta(AC)$ на рис. 2.10 пояснюється наявністю двох складових (джерел) цієї похибки $\delta(AC) = \delta_h + \delta_\varepsilon$. Перша складова δ_h обумовлює лінійно наростаючий характер залежності похибки, починаючи з $\sigma \approx 10^1$ См/м і свідчить про те, що для цього діапазону ЕП опір стовпа рідини між струмовими і потенціальними електродами є одного порядку з опором струмового дискового електрода. В результаті частка падіння потенціалу (напруги) на струмовому електроді зростає в загальному розподілі потенціалу. Друга складова δ_ε на ділянці $\sigma < 10^{-3}$ См/м свідчить про переважаючий внесок струмів зміщення у високоомній частині діапазону ЕП. Збіг похибок $\delta(AC)$ і $\delta(DC)$ у низькоомній частині діапазону ЕП свідчить про те, що $\delta(DC) = \delta_h$. Таким чином, розрахунок похибки на постійному і змінному струмі дозволяє розглядати похибки δ_h і δ_ε окремо.

Квадратичний характер залежності похибки δ_ε викликає необхідність більш докладного дослідження впливу струмів зміщення на результат вимірювань. Так, для ділянки прямолінійного циліндричного провідника довжиною L і поперечним перерізом S з урахуванням прийнятого раніше безіндукційного наближення для повного струму в будь-якому поперечному перерізі провідника маємо

$$I_{ab} = \int_S (\sigma + j\omega\varepsilon_0\varepsilon_r) E ds = (\sigma + j\omega\varepsilon_0\varepsilon_r)(-grad\phi)S, \quad (2.11)$$

Де $grad\phi$ – градієнт скалярного електричного потенціалу, який є постійною величиною в площині поперечного перерізу розглянутого провідника.

Оскільки напруга між точками c і d визначається за формулою

$$U_{cd} = -\int_c^d grad\phi \cdot dl = -grad\phi \cdot L \quad (2.12)$$

то опір стовпа рідини можна знайти з наступного виразу:

$$R_X = \text{real} \left(\frac{U_{cd}}{I_{ab}} \right) = \text{real} \left(\frac{-\text{grad}\phi \cdot L}{-(\sigma + j\omega\varepsilon_0\varepsilon_r) \cdot \text{grad}\phi \cdot S} \right) = R_{Hom} \cdot \text{real} \left(\frac{1}{1 + j\text{tg}\phi} \right), \quad (2.13)$$

де $\text{tg}\phi = \omega\varepsilon_0\varepsilon_r / \sigma$.

Відповідно вираз для похибки, обумовленої наявністю струму зміщення, буде мати наступний вигляд:

$$\delta_\varepsilon = \frac{R_X}{R_{Hom}} - 1 = \text{real} \left(\frac{1}{1 + j\text{tg}\phi} \right) - 1 = \frac{\text{tg}^2\phi}{1 + \text{tg}^2\phi} \approx \text{tg}^2\phi. \quad (2.14)$$

Наближений вираз має місце для малих тангенсів. Два останніх рівняння є аналітичними виразами, які обґрунтовують квадратичний характер залежності похибки від ЕП рідини, отриманої чисельними методами і представленій на рис. 2.10 для діапазону $\sigma < 10^{-3}$ См / м. З наведених обчислень можна зробити два висновки.

По-перше, похибка носить методичний характер. Вона повністю виключається при використанні адмітансної моделі з паралельною схемою заміщення [109, 110]. Для її активної складової маємо

$$G_X = \text{real} \left(\frac{I_{ab}}{U_{cd}} \right) = \frac{1}{R_{Hom}} \rightarrow \delta_\varepsilon = 0 \quad (2.15)$$

Однак таку модель не завжди можна використовувати. Наприклад, у диференціальній комірці Джонса вона не дасть змоги ефективно усунути вплив електродних процесів. Тоді без оцінки поправки за формулою (2.14) не обійтися, в першу чергу для розчинів малої концентрації.

По-друге, в [86] дано визначення ЕП. Воно справедливе для постійного струму і представлено першою тотожністю в (2.16). У той же час в більшості національних метрологічних інститутів еталони реалізовані на основі вимірювальних процедур змінного струму. Для поля, що змінюється за гармонічним законом, подальший ланцюжок тотожностей є очевидним:

$$\sigma \stackrel{(def)}{\equiv} \frac{\mathbf{J}}{\mathbf{E}} \equiv \frac{\sigma \mathbf{E} + \partial \mathbf{D} / \partial t^{(sin)}}{\mathbf{E}} \equiv \sigma + j\omega \varepsilon \varepsilon_0 \quad (2.16)$$

Але остання рівність можлива тільки за умови що $\omega = 0$. Звідси, для змінного струму у визначенні [86] виникає суперечність. Тож ЕП має визначатись як дійсна частина відношення щільності струму до напруженості поля.

$$\sigma = \operatorname{Re} \left(\frac{\mathbf{J}}{\mathbf{E}} \right) \quad (2.17)$$

В іншому випадку для гармонічного змінного струму необхідно вводити нову фізичну величину [111]. Згідно з (2.16) це буде векторна величина, яку можна назвати «комплексна електролітична провідність рідини».

2.2 Електрична модель інтерфейсу електрод\розчин. Електрохімічний і об'ємний імпеданс

Більшість вимірювань у контактній кондуктометрії проводять використовуючи сигнали змінного струму. Дуже часто для опису процесів у давачу використовують електричні моделі у вигляді еквівалентних схем заміщення. Очевидно, опір давача буде комплексною величиною, деяким імітансом. Область простору, в якому розглядаються явища, викликані протіканням змінного струму від електрода в розчин, в електрохімії називають інтерфейсом [112]. Зовнішній вигляд інтер-

фейсу наведено на рис. 2.11. У ньому закладено принцип суперпозиції процесів, що відбуваються в двох областях: в обсязі розчину і на межі метал/розчин.

Перший процес містить інформацію про концентрацію носіїв струму. Він обумовлений взаємодією електричного поля системи електродів з однорідним або кусково-однорідним середовищем і може бути представлений об'ємним імпедансом Z_B . Другий процес для кондуктометрії неінформативний. Він пов'язаний з проходженням струму через міжфазну межу металевий електрод – розчин електроліту і може бути представлений як приелектродний електрохімічний імпеданс Z_E .

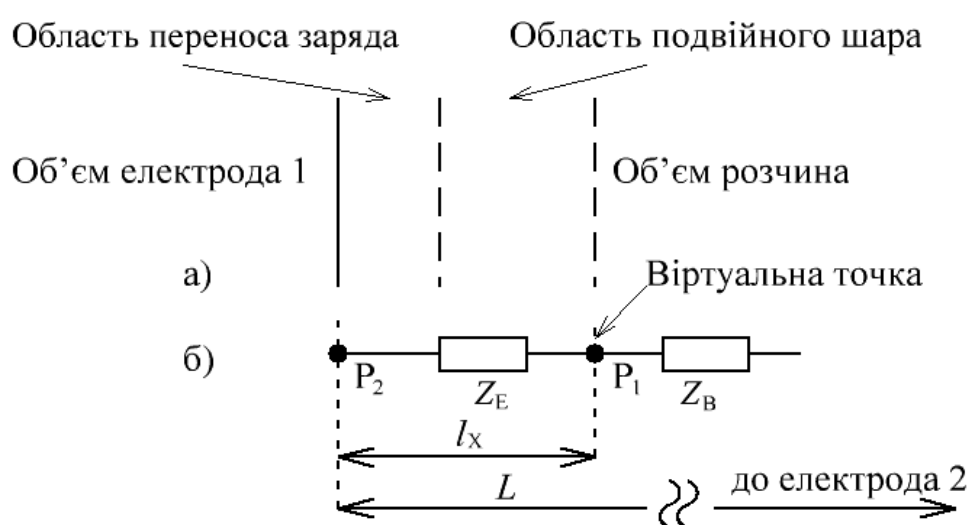


Рис.2.11. Структура кондуктометричного інтерфейсу

Відповідно до цього узагальнена електрична модель інтерфейсу повинна містити два послідовно включених імпеданса Z_E і Z_B , рис. 2.11б.

$$Z_{Int} = Z_E + Z_B \quad (2.18)$$

Незручність моделі інтерфейсу в тому, що точка P_1 є віртуальною. Це призводить до двох особливостей. По-перше, до даної точки немає доступу для зняття потенціалу і подальшої корекції неінформативних параметрів. Аби мати можливість використати принцип суперпозиції, необхідно використовувати двоелемент-

ну послідовну схему заміщення для кожного імпедансу з параметрами відповідно $R_{E,S}$, $C_{E,S}$ і $R_{B,S}$, $C_{B,S}$:

$$Z_{int} = \operatorname{Re}(Z_E) + j \operatorname{Im}(Z_E) + \operatorname{Re}(Z_B) + j \operatorname{Im}(Z_B) = R_{E,S} + R_{B,S} + 1/j\omega C_{E,S} + 1/j\omega C_{B,S} \quad (2.19)$$

По-друге, положення точки P_1 щодо поверхні електрода (відстань l_X) невідоме. Невизначеність в оцінці параметра L може викликати систематичну помилку $\delta P_1 = l_X/L$. Зазвичай електрохімічні процеси, включаючи дифузію, закінчуються на відстані в кілька нанометрів. У той час як відстань між електродами L становить (1-10) см. При цьому похибкою, що виникає, меншою за 10^{-7} можна знехтувати.

Аналіз властивостей приелектродного імпедансу. В основі теорії процесів на межі електрод\розчин лежать закони термодинаміки, Фіка, рівняння Нернста-Планка [76, 113]. Природа явищ, що виникають на межі електрод/електроліт, досить складна. Класична електрохімія виділяє в цьому процесі кілька складових: подвійний електричний шар, дифузія, адсорбція, електрохімічна реакція, що обумовлена протіканням струму, окислення. Кожну складову супроводжує своя електрична модель. Тільки для подвійного електричного шару (його моделлю виступає ємність подвійного шару C_D) існує безліч теорій, що виділяють щільну і дифузну частину, внутрішню і зовнішню площину Геймгольца. Генезис теорій Гельмгольца, Гуї-Чапмена, Штерна, Грема і Бокріса добре описаний в [112]. Подвійний шар викликає неоднорідність концентрації. Теплові процеси в рідині призводять до розмивання градієнта концентрації. Модель цього явища в електрохімії представлена імпедансом Варбурга Z_W . Процеси, пов'язані з хімічними перетвореннями на електроді, викликаними проходженням струму, описуються опором R_{ct} . Схема, яка містить всі ці елементи, в електрохімії відома як схема Рейндлса [114]. Кожен з її параметрів може виступати як інформативний в електрохімічних задачах [74, 115]. Але в кондуктометрії всі ці параметри не є інформативними. У прецизійній кондуктометрії також використовують типи металу і електроліту (а саме платинові електроди і розчин хлористого калію), при яких

хімічні реакції на межі електрод\розчин практично відсутні. В окремому випадку, тобто тільки для цього типу електрохімічного інтерфейсу, за умов відсутності переносу маси, припустимо, що $R_{ct} = 0$. Тому з метою спрощення подальшого аналізу будемо використовувати спрощену схема Рейндлса, що наведена на рис. 2.12.

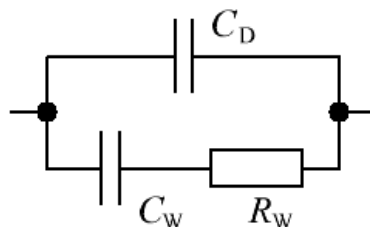


Рис.2.12 Еквівалентна схема електрохімічного імпедансу

Причому рівняння для визначення складових імпедансу Варбурга R_W і C_W , що пов'язані з параметром W – постійною Варбурга, мають вигляд [114]:

$$Z_W = \frac{W}{\sqrt{\omega}}(1 - j), R_W = \frac{W}{\sqrt{\omega}}, C_W = \frac{1}{W\sqrt{\omega}}. \quad (2.20)$$

Специфічність імпедансу Варбурга Z_W полягає в тому, що його квадратурні параметри мають однаковий модуль, який є функцією частоти. Прошарок, в якому діє електрохімічний імпеданс, становить кілька нанометрів, але саме він визначає частотні властивості інтерфейсу на низьких частотах. Запишемо вираз для електрохімічного імпедансу в вигляді

$$Z_E = \frac{Z_W / j\omega C_D}{Z_W + 1/j\omega C_D} = \frac{W \left[1 - j(1 + 2\sqrt{\omega} C_D W) \right]}{\sqrt{\omega} \left[(1 + \sqrt{\omega} C_D W)^2 + (\sqrt{\omega} C_D W)^2 \right]} = \frac{R_W \left[1 - j \left(1 + 2 \frac{C_D}{C_W} \right) \right]}{\left[\left(1 + \frac{C_D}{C_W} \right)^2 + \left(\frac{C_D}{C_W} \right)^2 \right]}. \quad (2.21)$$

Виразимо складові імпедансу через параметри двоелементної послідовної схеми заміщення:

$$R_{E,S} = \frac{R_W}{\left[\left(1 + \sqrt{\omega} C_D W \right)^2 + \left(\sqrt{\omega} C_D W \right)^2 \right]}; \quad (2.22)$$

$$C_{E,S} = \frac{C_W \left[\left(1 + \sqrt{\omega} C_D W \right)^2 + \left(\sqrt{\omega} C_D W \right)^2 \right]}{\left(1 + 2\sqrt{\omega} C_D W \right)}. \quad (2.23)$$

Ці формули описують частотні властивості електрохімічного імпедансу. Однак параметри схеми на рис. 2.12 у загальному випадку невідомі. Введемо нову змінну і перепишемо рівняння (2.22) і (2.23):

$$x = C_D W \sqrt{\omega}; \quad (2.24)$$

$$R_{E,S} = \frac{C_D W^2}{x \left[(1+x)^2 + x^2 \right]} = C_D W^2 y(E, R); \quad (2.25)$$

$$C_{E,S} = \frac{C_D \left[(1+x)^2 + x^2 \right]}{x(1+2x)} = C_D y(E, C). \quad (2.26)$$

З точністю до мультиплікативного множника частотні властивості електрохімічного імпедансу можуть бути представлені нормованими функціями $y(E, R)$ і $y(E, C)$. У вигляді графіків ці функції показані на рис. 2.13.

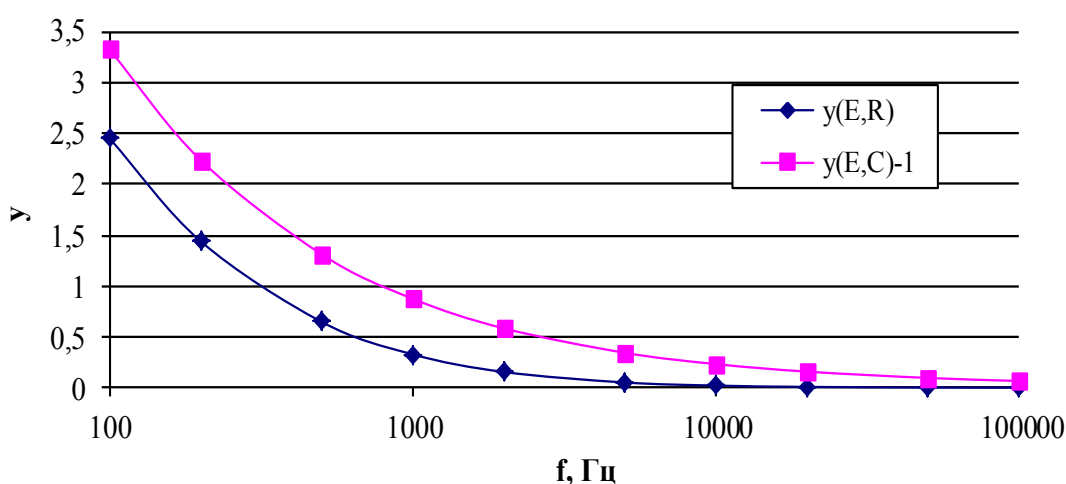


Рис. 2.13 Нормовані частотні характеристики електрохімічного імпедансу

Незважаючи на різний вигляд алгебраїчних виразів (2.25) і (2.26), зовнішній вигляд залежностей та їх крутизна практично не відрізняються. Різниця полягає в тому, що функція $y(E, R)$ має горизонтальну асимптоту, рівну нулю, а функція $y(E, C)$ має асимптоту, рівну одиниці. З (2.25) очевидно, що при прагненні частоти до нескінченності, параметр $R_{E,S}$ прагне до нуля, а параметр $C_{E,S}$ – до ємності подвійного шару C_D . Інші значення асимптот можна отримати, застосовуючи правило Лопіталя до рівнянь (2.25) і (2.26). Деякі з них наведені в таблиці 2.2.

Таблиця 2.2

Граничні значення параметрів електрохімічного імпедансу

	$\omega \rightarrow \infty$	$\omega \rightarrow 0$	$C_D \gg C_W$	$C_D \ll C_W$
$R_{E,S}$	0	$+\infty$	$1/2W\omega^{3/2}C_D$	R_W
$C_{E,S}$	C_D	$+\infty$	C_D	C_W

Аналіз властивостей об'ємного імпедансу. В основі теорії процесів, що відбуваються в об'ємі рідини, знаходиться взаємодія електричного поля системи електродів з розчином (як правило, це водні розчини електролітів, наприклад KCl, NaCl). Математичною моделлю поля в загальному випадку є рівняння Максвелла. Для окремого випадку, коли форма провідника представлена у вигляді прямого кругового циліндра, ця модель була розглянута в розділах 2.1 і 2.2. Було встановлено зв'язок між диференціальними характеристиками середовища, такими як: електролітична провідність σ і діелектрична проникність ϵ і складовими імпедансу як інтегральною характеристикою теорії кіл. Причому електричною моделлю об'ємного імпедансу є двоелементна паралельна схема заміщення, що складається з параметрів R_B і C_B (рис. 2.14).

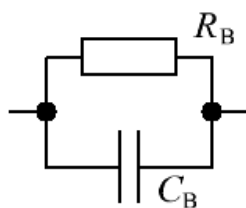


Рис. 2.14. Еквівалентна схема об'ємного імпедансу

Запишемо вираз для об'ємного імпедансу в вигляді:

$$Z_B = \frac{R_B}{1 + j\omega C_B R_B} = \frac{R_B(1 - jtg\phi_B)}{1 + tg^2\phi_B}, \quad (2.27)$$

$$\text{де } tg\phi_B = \omega\tau_B = \omega C_B R_B. \quad (2.28)$$

Перетворимо його в параметри послідовної двоелементної схеми заміщення:

$$R_{B,S} = \frac{R_B}{1 + tg^2\phi_B}; \quad (2.29)$$

$$C_{B,S} = C_B \left(1 + \frac{1}{tg^2\phi_B} \right). \quad (2.30)$$

Нормуємо рівняння (2.29) і (2.30). Тоді вирази для частотних залежностей складових послідовної схеми заміщення об'ємного імпедансу матимуть вигляд

$$y(B, R) = \frac{R_{B,S}}{R_B} = \frac{1}{1 + (\omega\tau)^2}; \quad (2.31)$$

$$y(B, C) = \frac{C_{B,S}}{C_B} = 1 + \frac{1}{(\omega\tau)^2}. \quad (2.32)$$

З розділу 2.2 витікає, що в разі потенційного поля для обчислення параметрів R_B і C_B можна користуватися одними і тими ж формулами, які пов'язують ці параметри з параметрами розчину: електролітичною провідністю σ і діелектричною проникністю ϵ . На основі цього, використовуючи відомі з [116, 117] вирази, можна записати

$$\frac{C_B}{\epsilon\epsilon_0} = \frac{G_B}{\sigma}. \quad (2.33)$$

Тоді при обчисленні постійної часу або фазового кута об'ємного імпедансу не обов'язково використовувати чисельні методи розрахунку і користуватися складними виразами (2.2) – (2.6). Можна використовувати формулу

$$\tau = R_B C_B = \varepsilon \varepsilon_0 / \sigma. \quad (2.34)$$

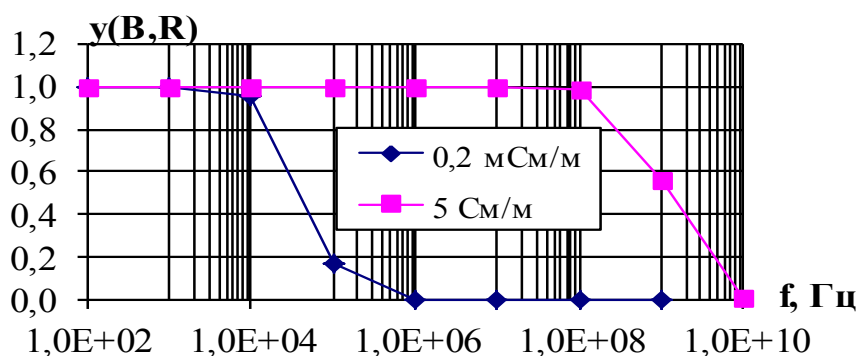


Рис.2.15. Нормовані характеристики активної складової об'ємного імпедансу

Графіки залежностей $y(B, R)$ і $y(B, C)$ для граничних значень діапазону електролітичної провідності представлені на рис. 2.15, 2.16.

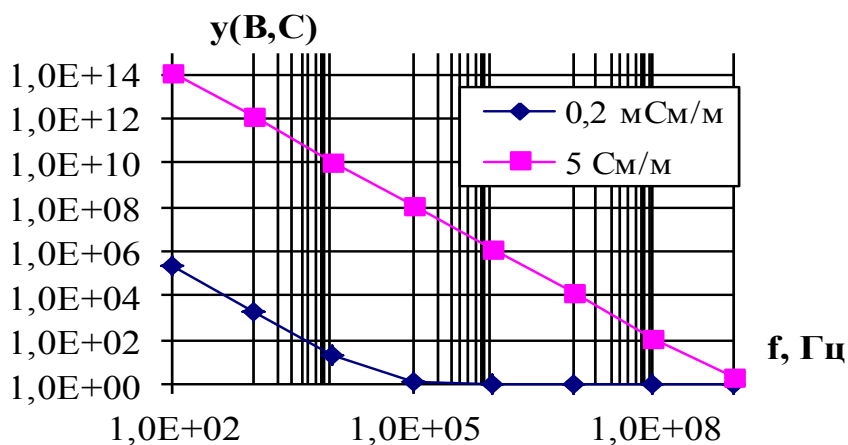


Рис. 2.16. Нормовані характеристики реактивної складової об'ємного імпедансу

З них випливає, що функція $y(B, R)$ має дві горизонтальні асимптоти. Одна дорівнює одиниці на частоті, яка прагне до нуля, інша дорівнює нулю на частоті, яка

прагне до нескінченності. Ширина пласкої ділянки функції $y(B, R)$ залежить від електролітичної провідності σ і обмежена частотами: 10 кГц для дистильованої води і 100 МГц для розчину електроліту типу стандартної морської води. Для кількісної оцінки цієї ділянки зручно користуватися таким параметром, як частота $f_{0,5}$, на якій $\operatorname{tg} \phi_B = 1$, а значення функції $y(B, R)$ знижується в два рази. З (2.29) випливає, що

$$f_{0,5} = \frac{\sigma}{2\pi\epsilon\epsilon_0}. \quad (2.35)$$

Отже, частота $f_{0,5}$ визначається тільки параметрами середовища. Вид залежності $y(B, R)$ і лінійний (щодо ЕП σ) характер залежності $f_{0,5}$ для слабо концентрованих розчинів підтверджений експериментально [118].

Функція $y(B, C)$ має одну асимптоту, рівну одиниці при частоті, що прямує до нескінченності. Але вона, на відміну від функції $y(B, R)$, змінюється на 5 – 14 десяткових порядків і представлена логарифмічною шкалою.

Таким чином, на основі рівняння (2.18) і рис. 2.11 повну багатoelementну імпедансну схему заміщення кондуктометричного інтерфейсу можна представити у вигляді, наведеному на рис. 2.17а). Однак для формування вимог до структури наступних вимірювальних приладів важливо знати тип саме двоелементної схеми заміщення. Критерієм тієї чи іншої двоелементної схеми заміщення є характер частотної залежності тангенса фазового кута. Для паралельної двоелементної ємнісної схеми заміщення він монотонно зростає, а для послідовної – монотонно спадає. Відповідно до такого критерію схема на рис. 2.17а) може відповідати як послідовній, так і паралельній схемі (рис. 2.17б)). Завдання ідентифікації типу двоелементної схеми заміщення за параметрами багатoelementної схеми може мати велику кількість рішень. Далі розглянемо тільки два варіанти, які будуть у подальшому мати практичне застосування, наприклад, для спрощення еквівалентної схеми чотириелектродного давача.

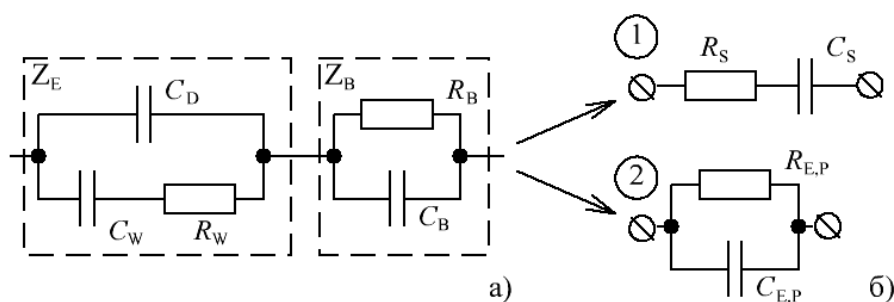


Рис.2.17. Трансформація кондуктометричного імпедансу

Другий варіант рис. 2.17б) може використовуватись за відсутності об'ємного імпедансу. Наприклад, при аналізі явищ на потенційних електродах ЧКД. В цьому випадку імпеданс інтерфейсу буде визначатися тільки електрохімічним імпедансом. З формули (2.19) нескладно отримати вираз для тангенса фазового кута:

$$\operatorname{tg} \varphi_{\text{Int}} = \operatorname{Im}(Z_E) / \operatorname{Re}(Z_E) = 1 + 2\sqrt{\omega} C_D W. \quad (2.36)$$

Ця функція більше одиниці й зростає зі збільшенням частоти. Звідси модель кондуктометричного інтерфейсу, що складається тільки з електрохімічного імпедансу, має бути представлена у вигляді двоелементної паралельної ємнісної схеми заміщення.

Інтерес до першого варіанту (рис. 2.17а)) викликаний тим, що функції (2.25) і (2.26) практично збігаються з горизонтальними асимптотами вже на частотах 1-5 кГц. У цьому випадку імпедансом Варбурга можна знехтувати. Тоді еквівалентна схема інтерфейсу спроститься і матиме вигляд, представлений на рис. 2.18а):

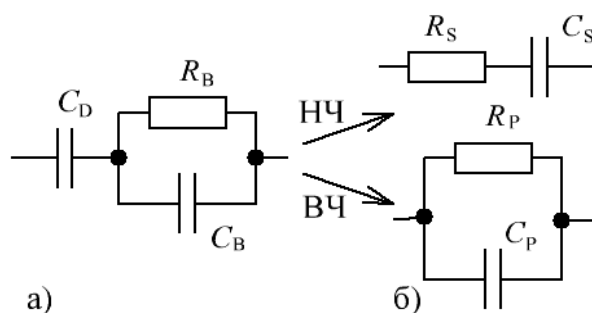


Рис. 2.18. Трансформація імпедансу інтерфейсу для частот, вищих за 10 кГц

В [118] експериментально встановлено, що двоелементна схема заміщення може набувати як властивостей послідовної схеми, так і властивостей паралельної схеми заміщення, рис. 2.18б). Частота $\omega_{S/P}$, на якій такий перехід можливий, має пряму залежність від електролітичної провідності σ . У діапазон звукових частот (до 100 кГц) частота $\omega_{S/P}$ потрапляє до діапазону робочих частот тільки для дистильованої води і дуже розбавлених розчинів ($\sigma < 50$ мкСм/см) [118]. Отже імпеданс кондуктометричного інтерфейсу (рис. 2.19а), рівняння (2.35), в діапазоні частот до 100 кГц для розчинів електролітів з провідністю вище 50 мкСм/см може бути представлений двоелементною послідовною ємнісною схемою заміщення. У загальному випадку параметри схеми R_S і C_S (рис. 2.19б)) є функціями частоти і параметрів схеми на рис. 2.17а). Але залежно від робочої частоти засобів вимірювання, типу металу електродів, концентрації і типу електроліту розчину схема може мати більш простий вигляд, наприклад схеми 1 і 2 на рис. 2.19в).

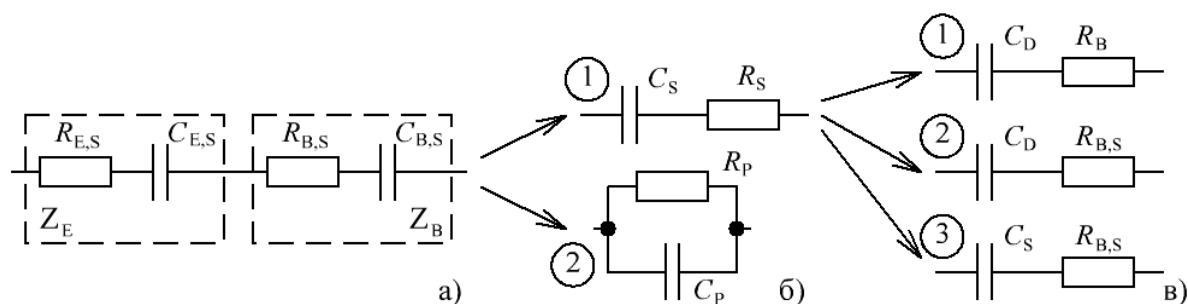


Рис. 2.19. Трансформація параметрів кондуктометричного інтерфейсу для аналізу електрохімічного та об'ємного імпедансу окремо один від одного

2.3 Висновки до розділу 2

1. Поле всередині металевих провідників є вихровим. Тому в них поверхневий ефект і ефект близькості зворотного проводу є факторами, що призводять до похибки вимірювання складових імпедансу. Величина похибки залежить від наступних параметрів: питома провідність провідника, робоча частота приладу, геометрія провідників системи давач/прилад (діаметр, довжина провідників, відстані до зворотного проводу та ін.).

2. Зміну знака похибки вимірювання складових імпедансу, що обумовлена ефектом близькості, можна використовувати при розробці безіндуктивних мір опору малої величини (шунтів). Для товстих провідників ($D \approx 1$ см) частотна похибка, обумовлена поверхневим ефектом, досягає 1 - 2% навіть на низьких (50 - 100 Гц) частотах. Тому аналіз впливу поверхневого ефекту на результат прецизійних вимірювань і введення поправок до розрахункового значення опору для давачів різних конструкцій з металевими провідниками є обов'язковим.

3. У рідинних провідниках поле є безвихровим, потенціальним. Це впливає з того, що похибка, обумовлена зміною векторного магнітного потенціалу, буде менше 10^{-8} в області звукових частот. Поправки до розрахункового значення опору настільки малі, що ними можна знехтувати навіть для еталонних вимірювань. Поле всередині провідника є потенціальним. Математичними моделями для чисельних оцінок розрахункових величин виступають рівняння Лапласа і Пуассона. У цьому випадку можна для прецизійних давачів також використовувати спрощені методи розрахунку, що дають результат у вигляді аналітичного виразу, наприклад відношення еліптичних інтегралів. В основі цих методів теорія функцій комплексної змінної, конформні перетворення й інтеграл Крістоффеля-Шварца.

4. До товщини потенціальних електродів пред'являються суперечливі вимоги. Для тонких (товщиною декілька мкм) електродів необхідно враховувати поправки до розрахунку опору давача або його константи. Ці поправки можуть бути меншими за 1 ppm при відстані між струмовими і потенціальними електродами, більшій, ніж відстань між двома потенціальними електродами.

5. Електрична модель об'ємного імпедансу стовпа рідини має бути паралельною ємнісною. Це впливає з закону повного струму. Вимірювання параметрів імпедансу в паралельній схемі заміщення призводить до методичної похибки. Однак доступ до затискачів об'ємного імпедансу для безпосереднього вимірювання складових адмітансу по паралельній схемі відсутній.

6. Електрична модель кондуктометричного інтерфейсу з двома послідовно включеними імпедансами дає змогу на основі принципу суперпозиції виділити

строого розрахункову частину імпедансу давача і досліджувати частотні властивості об'ємного і електрохімічного імпедансу окремо один від одного.

7. З аналізу частотних властивостей кондуктометричного інтерфейсу слідує, що існує дві особливі частоти: $\omega_{S/P}$ – частота, на якій двоелементна схема заміщення змінює свій характер з послідовної схеми на паралельну схему і $\omega_{0,5}$ – частота, на якій активний опір знижується в два рази. Ці параметри є граничними, перевищення яких призводить до зміни структури вимірювального кола і чутливості перетворення. Частота $\omega_{0,5}$ є загальною характеристикою об'єкта вимірювання. Вона визначається тільки параметрами розчину і не залежить від конструкції давача. Частота $\omega_{S/P}$ є індивідуальною характеристикою давача. Вона визначається великою кількістю параметрів, включаючи ємність подвійного шару і об'ємний опір і, отже, залежить від конструкції давача (площі та типу металу електродів, константи давача).

8. При розробці електричних моделей кондуктометричних давачів для оцінки неінформативних параметрів необхідно враховувати структуру інтерфейсу (межі метал / розчин). При наявності об'ємного імпедансу в кондуктометричному інтерфейсі, електрична модель для всіх розчинів електролітів (практично до дистильованої води) має бути представлена у вигляді ємнісної послідовної двоелементної схеми заміщення. При відсутності об'ємного імпедансу моделлю є ємнісна паралельна схема заміщення з тангенсом фазового кута, більшим за одиницю.

9. Необхідно переглянути визначення електролітичної провідності, представлене в нормативних документах як відношення щільності струму до напруженості електричного поля. При гармонічному законі зміни електричного поля електролітична провідність має бути дійсною частиною від цього відношення. В іншому випадку електролітична провідність провідних рідин повинна бути комплексною величиною.

Перелік джерел із загального списку використаних джерел, на які є посилання у розділі 2: [4], [25], [40], [42], [74], [76], [77], [86] [90], [102] – [118].

РОЗДІЛ 3

МОДЕЛІ ДЛЯ РОЗРАХУНКУ ІНФОРМАТИВНИХ ПАРАМЕТРІВ ПРЕЦИЗІЙНИХ ІМПЕДАНСНИХ ТК ДАВАЧІВ

3.1 Електричні моделі стандартних платинових термоперетворювачів опору (СПТО) в широкому діапазоні температур

Відповідно до МТШ 90 для визначення температури T_{90} використовується відносний параметр W_{90} , який дорівнює відношенню активного опору СПТО при поточній температурі R_T до його ж опору в потрібній точці води R_{PW} :

$$W_{90} = \frac{R_T}{R_{PW}} = \frac{(L/S)_T \rho(T)}{(L/S)_{PW} \rho_{PW}} = \frac{\rho(T)}{\rho_{PW}} = f_1(T_{90}); \quad (3.1)$$

$$T_{90} = f_2(W_{90}), \quad (3.2)$$

де L і S – довжина і площа поперечного перерізу провідника; ρ – питомий опір платини; T – поточна температура; індекси T і PW відносяться до параметрів при поточній температурі та температурі потрібної точки води відповідно; пряма і зворотна функції f_1 і f_2 – це степеневі функції відповідно 9-го порядку для позитивних температур або 12-го і 15 - го порядку для негативних температур [119].

Еквівалентність функцій f_1 і f_2 знаходиться в межах 0,13 мК [119]. Отже, основні метрологічні характеристики МТШ 90 базуються на властивостях чистої платини (без домішок і з однорідною кристалічною решіткою). Однак при вимірюванні опору на змінному струмі існують принаймні два фактори впливу, які призводять до появи методичної похибки. По-перше, через різну глибину проникнення електромагнітного поля опір провідника є функцією не тільки температури, але і частоти. Тому поверхневий ефект має різний вплив у діапазоні температур. По-друге, через істотне падіння опору ізоляції конструктивних елементів СПТО при високих температурах шунтуючий ефект буде по-різному проявлятися, особливо

в діапазоні високих температур. Вплив цих явищ на функцію перетворення СПТО розглянуто в розділах 3.1.1 - 3.1.2.

3.1.1 Імпедансна модель для оцінки поправок до похибки СПТО в області низьких (нижче 30 К) температур

У розділі 2 проведено аналіз похибки, обумовленої поверхневим ефектом і ефектом близькості дроту із зворотним струмом для циліндричного провідника великого діаметра (~ 1 см). Діаметр платиногового проводу в прецизійних СПТО на декілька порядків менше. У СПТО конструкції Стрелкова [124] зворотний провід укладається на відстані на порядок або два більший, ніж діаметр проводу. Тому ефектом близькості можна знехтувати. Тоді поверхневий ефект у провіднику призводить до симетричного відносно осі нерівномірного розподілу щільності струму за перетином [120]. У цьому випадку зростання опору за рахунок зниження корисного перетину провідника можна оцінити аналітичними методами. Використовуючи теорему Умова-Пойнтінга про повну комплексну потужність на одиницю довжини, що виділяється через бічну поверхню провідника, можна показати, що імпеданс дроту на одиницю довжини визначається наступною формулою [120]:

$$Z = \frac{q J_0(xq)}{2\pi a \gamma J_1(xq)}, \quad (3.3)$$

де x – поточна координата; a – радіус перерізу провідника, J_0 і J_1 – функції Бесселя першого роду відповідно нульового і першого порядку комплексного аргументу (xq) . Параметр q знаходиться з виразу

$$q^2 = -j\omega\sigma\mu, \quad (3.4)$$

де: ω – частота струму, що живить СПТО; σ – питома провідність платини; μ – абсолютна магнітна проникність платини.

Для визначення шуканого Z введемо параметр $m = a\sqrt{\omega\sigma\mu}$. Розкладемо функції Бесселя в ряд [121] з урахуванням комплексного характеру аргументу і використаємо перші три складові. Після перетворень отримаємо повний вираз для погонного (на одиницю довжини) імпедансу циліндричного провідника:

$$Z = R_{Hom} \left[1 + \frac{20\left(\frac{m}{2}\right)^4 + \frac{2}{3}\left(\frac{m}{2}\right)^8}{48 + 20\left(\frac{m}{2}\right)^4 + \frac{1}{3}\left(\frac{m}{2}\right)^8} + j \frac{24\left(\frac{m}{2}\right)^2 - 2\left(\frac{m}{2}\right)^6}{48 + 20\left(\frac{m}{2}\right)^4 + 0.33\left(\frac{m}{2}\right)^8} \right], \quad (3.5)$$

і спрощений вираз імпедансу СПТО з урахуванням поверхневого ефекту [122]:

$$Z \approx R_{Hom} \left[1 + \frac{5}{12}\left(\frac{m}{2}\right)^4 + j \frac{1}{2}\left(\frac{m}{2}\right)^2 \right]. \quad (3.6)$$

Опір R_{Hom} відповідає ідеалізованій моделі з рівномірним розподілом силових ліній струму згідно (1.21). З урахуванням рівнянь (2.7) і (3.6) отримуємо вираз для похибки активної складової імпедансу, обумовленої поверхневим ефектом в СПТО:

$$\delta_{пэ} \approx \frac{5}{192} a^4 \omega^2 \sigma^2 \mu^2. \quad (3.7)$$

СПТО, згідно з МТШ 90, використовують у діапазоні температур від 13 до 1300 К, в якому провідність платини змінюється в широких межах. Для врахування цих змін скористаємося відомою з МТШ 90 функцією $W=W_{90}$ (3.1), і запишемо вираз для питомої провідності платини:

$$\sigma = \frac{\sigma_{PW}}{W_{90}}, \quad (3.8)$$

де σ_{PW} - питома провідність платини в потрійній точці води.

Підставляючи відповідні дані для платини ($\mu=1,00036 \times 4 \times \pi \times 10^{-7}$, $\sigma_{PW}=1/(98 \times 10^{-9})$) у рівняння (3.7) і з огляду на (3.8), отримуємо наближений аналітичний вираз для похибки від поверхневого ефекту в проводі чутливого елемента СПТО:

$$\delta_{ПЭ} \approx \frac{170 f^2 a^4}{W_{90}^2}, \quad (3.9)$$

де f – робоча частота в Гц.

З рівняння (3.9) видно, що частотна похибка платинового термометра є квадратичною функцією частоти, тобто досить швидко зростає з ростом частоти.

Не менш важливим є той факт, що частотна залежність опору платинового термометра різко, за зворотним квадратичним законом, зростає при зниженні вимірюваної температури. Це означає, що в області низьких температур в залежності від частоти змінного струму змінюється сам параметр W , рівняння (3.1). Поправки до результатів вимірювання необхідно обов'язково враховувати в точних низькотемпературних вимірюваннях на змінному струмі.

Як видно з останнього рівняння, похибка, обумовлена поверхневим ефектом, надзвичайно сильно залежить від діаметра дроту a . Тому для зниження частотної похибки СПТО в області низьких температур раціонально знижувати діаметр проводу, з якого виготовляється термометр. Деякі результати обчислень за формулою (3.9) були проведені в роботі [123]. Найбільше значення похибки спостерігається у кінці діапазону вимірювання за мінімального значення параметра W . Тому на рис. 3.1 показані частотні залежності похибки $\delta_{ПЭ}$ для різних діаметрів проводу чутливого елемента СПТО при значенні температури в потрібній точці водню (13K, $W=1,2 \times 10^{-3}$) [119].

У наступній найближчій реперній точці діапазону температури, потрібній точці неону (температура 24 K, $W = 8 \times 10^{-3}$) [119], значення частотної похибки будуть приблизно в 50 разів меншими.

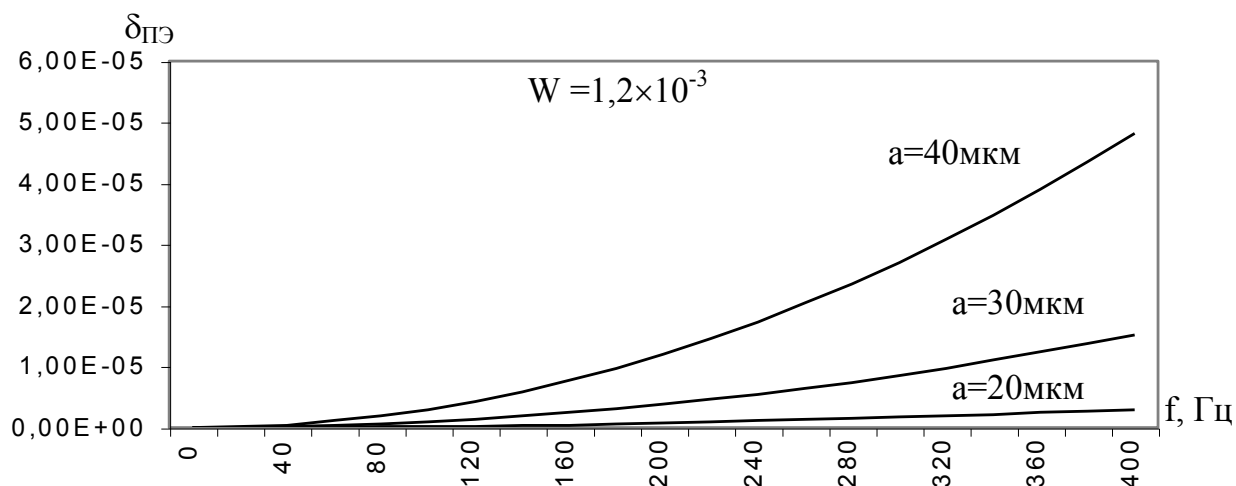


Рис. 3.1. Частотна похибка СПТО при температурі 13 К

Відповідно до МТШ90 СПТО має калібруватися в потрійній точці води (3.1). Для цього випадку на рис. 3.2 показана частотна залежність похибки $\delta_{ПЭ}$ термометра типу ВТС (діаметр проводу 0,4 мм) у потрійній точці води ($t = 0,01$ °C, $W = 1$), розрахована за формулою (3.9).

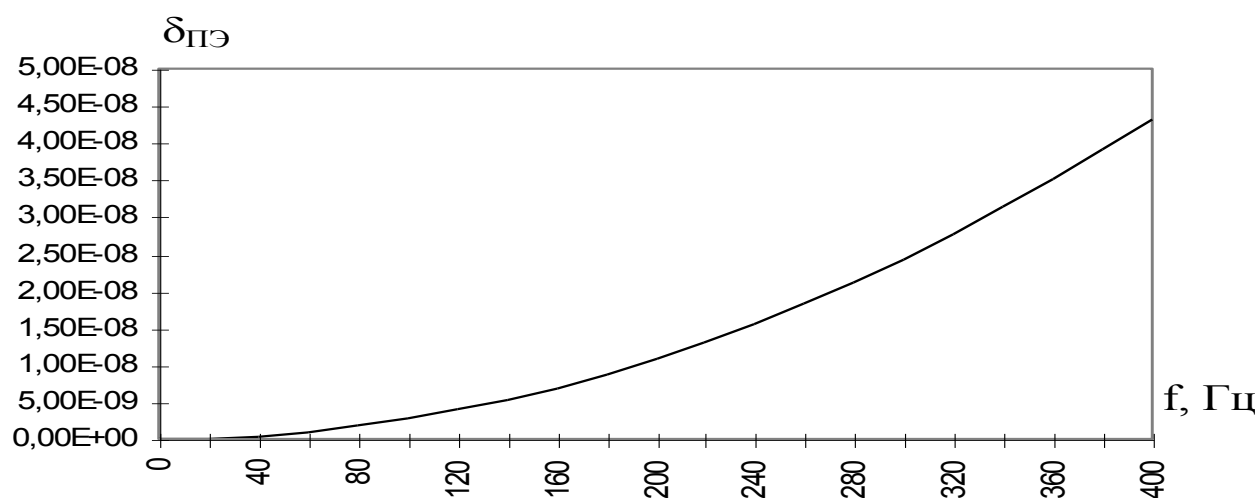


Рис. 3.2. Частотна похибка СПТО типу ВТС у потрійній точці води

Для високотемпературного термометра типу ПТО-10М розрахунок дає значення частотної похибки в потрійній точці води приблизно в 200 разів менше, ніж для термометра типу ВТС. Підвищення вимірюваної температури для термометра будь-якого типу завжди призводить до зниження частотної похибки. Як показують наведені розрахунки, частотною похибкою, обумовленою поверхневим ефек-

том, для існуючих прецизійних платинових термометрів будь-якого типу в області позитивних температур можна буде нехтувати.

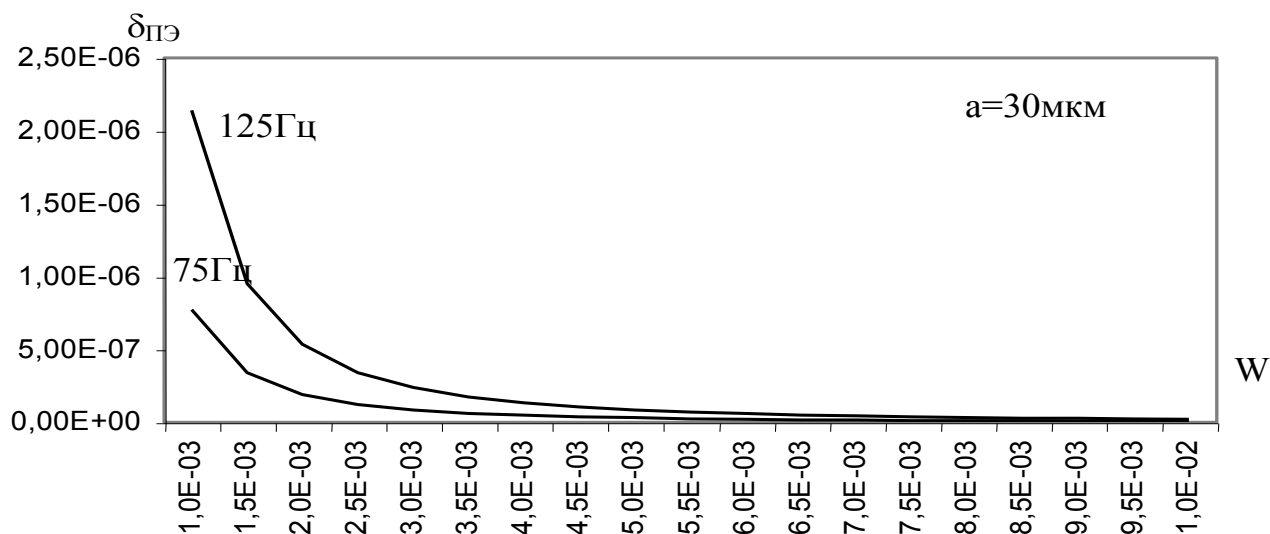


Рис. 3.3. Похибка СПТО в діапазоні температур 13-24 К, $a=30$ мкм

В області кріогенних температур спостерігається максимальна чутливість частотної залежності похибки δ_{Pz} . На рис. 3.3 показано розподіл похибки δ_{Pz} в діапазоні температур від реперної точки водню до реперної точки неону. З рисунка видно, що при вимірюванні навіть на частоті 75 Гц виникає похибка більш 1×10^{-7} . При міжнародних звіряннях таке значення похибки необхідно враховувати як поправку.

3.1.2 Імпедансна модель для оцінки поправок до похибки платинового термоперетворювача опору в області високих (вище 700 К) температур

В області високих температур (700 - 1300) К істотним може виявитися ефект шунтування дроту чутливого елемента каркасом термометра. Це пов'язано зі значним зменшенням питомого опору матеріалу каркаса. Таким чином, стає актуальним побудова імпедансних моделей СПТО для дослідження їх частотних характеристик у діапазоні підвищених температур. Об'єктом виберемо СПТО конструкції Стрелкова [124], що широко використовується в прецизійній термометрії.

Основною частиною термометра є чутливий елемент (рис. 3.4), що представляє собою резистор у вигляді спіралі діаметром d_3 з платиного дроту, яка укладена в спіральні канавки каркаса, виконаного з пластини високочистого кварцу (з розмірами a , h_1). Пластину скручують в гелікоїд (на рисунку, з метою спрощення пластина зображена пласкою). До кінців платиного дроту чутливого елемента приварено по парі відрізків платиного дроту, що призначений для реалізації чотиризонного підключення. Останні закріплені в кварцовому циліндрі з розмірами b , d_2 . Чутливий елемент з виводами укладений в герметизовану пробірку з кварцового скла діаметром d_1 і товщиною h_2 , заповнену чистим сухим повітрям.

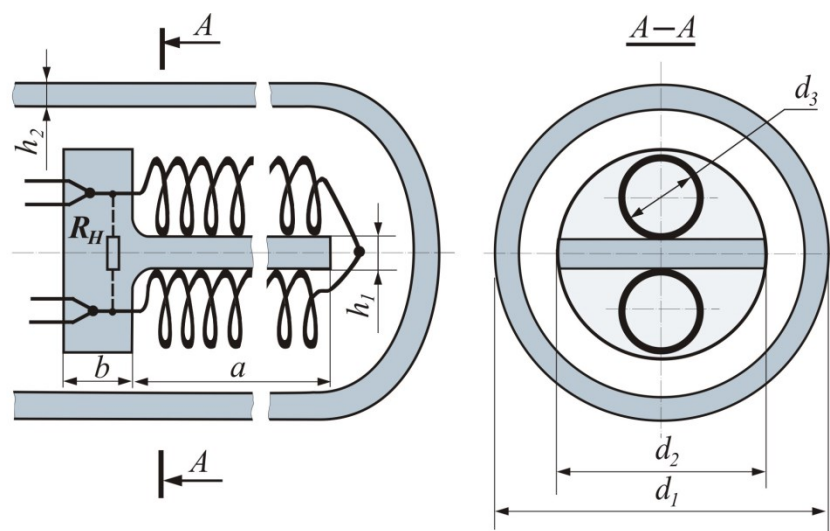


Рис. 3.4. Спрощений вид чутливого елемента СПТО конструкції Стрелкова

При строгому підході опори ділянки циліндричного провідника змінному або постійному струмові будуть відрізнятися. Різниця буде обумовлена поверхневим ефектом і ефектом близькості зворотного провідника. Загальний підхід до розрахунку опору ділянки циліндричного провідника змінному струмові наведено в підрозділі 2.2. У підрозділі 3.1.1 показано, що для позитивних температур похибкою від поверхневого ефекту можна знехтувати. Поле всередині платиного провідника буде однорідним. Отже, активний опір платиного проводу чутливого елемента можна представити опором провідника R_{Hom} із рівномірною за перетином щільністю струму. Однак інший фактор, обумовлений ефектом шунтування

двох пружинних провідників (рис. 3.4), буде приводити до помилки вимірювання опору. Розглянемо вплив цього фактора на прикладі електричної еквівалентної схеми заміщення.

Для побудови електричної моделі СПТО розглянемо праву частину перетину чутливого елемента, представленого на рис. 3.4. Нехтуючи полем поза кварцовою колбою, умовно виділимо основні області чутливого елемента, зайняті (в процесі вимірювання) змінним електричним полем. На рис. 3.5 вони позначені як області, що характеризують поле: А - у повітрі між краями спіралі чутливого елемента; В - у кварцовій пластині; С, D - у повітрі між спіраллю і пластиною; Е, F - у повітрі між спіраллю і колбою; G - у кварцовій колбі. Область Н - область у кварцовому циліндрі діаметром d_2 і довжиною b (рис. 3.4).

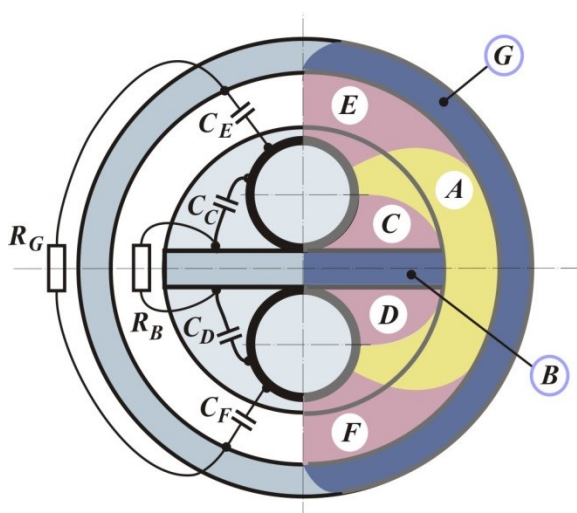


Рис. 3.5 Фізична модель струмів шунтування.

Відповідно до загальної теорії поля силові лінії поля починаються на одному пружинному провіднику і закінчуються на іншому. При цьому кожна область або підпростір характеризується своїм опором. Вид двоелементної схеми заміщення кожного з імпедансів визначається законом повного струму. Сума струмів провідності і зміщення визначає паралельну ємнісну схему заміщення. На високих температурах параметри середовища всередині чутливого елемента (повітря і кварц) такі, що можна знехтувати фазовими зсувами в паралельних

ланцюжках. Тоді імпеданс, що визначає струми шунтування в повітрі, представимо у вигляді ємності C , а в кварцовому склі - у вигляді активного опору R . Дотримуючись індексації, прив'язаної до областей на рис. 3.5 (права частина), і з урахуванням припущень (відсутність фазового зсуву в областях А-Г), електричну модель із зосередженими параметрами можна представити у вигляді схеми на рис. 3.5 (ліва частина).

Еквівалентна схема СПТО, що враховує ефект шунтування (з урахуванням позначень на рис. 3.5) представлена на рис. 3.6. Із схеми (рис. 3.4 і 3.5) випливає, що на постійному струмі шунтування опору термометра R_{Hom} визначається тільки опором R_1 , який складається з паралельно включених опорів R_H кварцового циліндра (рис. 3.4) і опору R_{BB} . Опір R_{BB} визначається гальванічним контактом спіралі і пластини (рис. 3.4). У першому наближенні опір визначається довжиною майданчика дотику окремого витка, який набагато менший за довжину кола спіралі платиного проводу та довжину b циліндра, рис. 3.4. В силу цього основний ефект шунтування на постійному струмі буде чинити опір $R_1 \approx R_H$.

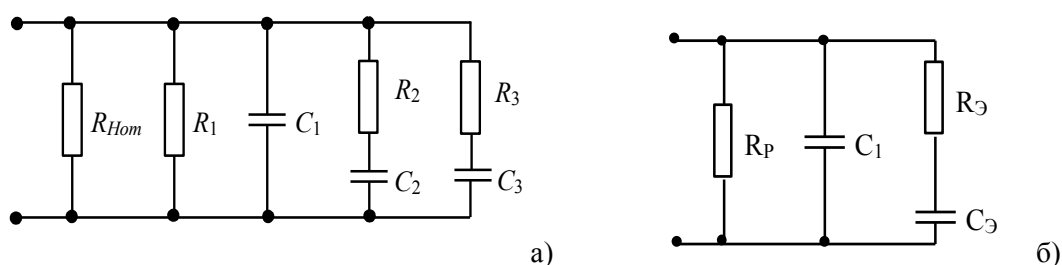


Рис. 3.6 Еквівалентна схема СПТО для високих температур

Тому паралельно з'єднані елементи R_{Hom} і R_1 доцільно замінити на еквівалентний опір $R_p = R_{Hom} \times R_1 / (R_{Hom} + R_1)$. Звідси для змінного струму з'являється похибка шунтування $\delta_{ш}$ термометра, яка залежить не тільки від температури, але і від частоти. Для розрахунку цієї похибки використовується схема на рис. 3.6а). Параметри схем на рис. 3.6а) і 3.5 пов'язані такими співвідношеннями:

$$C_1 = C_A, C_2 = \frac{C_C C_D}{C_C + C_D}, C_3 = \frac{C_E C_F}{C_E + C_F}, R_1 = \frac{R_H R_{BB}}{R_H + R_{BB}}, R_2 = R_B, R_3 = R_G. \quad (3.10)$$

Розрахунки параметрів схеми на рис. 3.6б) приведені в [125]. Ключовими перетвореннями є наступні вирази:

$$R_{AC} = R_p \left(1 - \frac{R_p^2 \omega^2 (\omega^2 \tau^2 C_1^2 + C_\Sigma^2)^2 + R_p \omega^2 \tau C_3 (\omega^2 \tau^2 C_1^2 + C_\Sigma^2)}{(R_p \omega (\omega^2 \tau^2 C_1^2 + C_\Sigma^2) + \omega \tau C_3)^2 + (\omega^2 \tau^2 C_1^2 + C_\Sigma^2)^2} \right) = R_p (1 - \delta_{III}) \quad (3.11)$$

$$\delta_{III} \approx \frac{\omega^2 C_3^2 R_p R_3}{1 + \omega^2 C_3^2 R_3^2}, \quad (3.12)$$

де

$$R_3 = \frac{\omega^2 R_2 R_3 C_2^2 C_3^2 (R_2 + R_3) + (R_2 C_2^2 + R_3 C_3^2)}{\omega^2 C_2^2 C_3^2 (R_2 + R_3)^2 + (C_2 + C_3)^2}; \quad C_3 = \frac{\omega^2 C_2^2 C_3^2 (R_2 + R_3)^2 + (C_2 + C_3)^2}{\omega^2 C_2 C_3 (C_2 R_2^2 + C_3 R_3^2) + (C_2 + C_3)}. \quad (3.13)$$

Аналіз формули (3.12) показує, що частотна похибка зростає з ростом частоти і при $\omega > (2-3)/R_3 C_3$ практично досягає свого максимального значення, яке визначається в основному відношенням опорів R_p і R_3 . Ця похибка дуже мала в діапазоні низьких і середніх температур, вимірюваних платиновими термометрами опору. В області високих температур, коли питомий опір матеріалу каркаса чутливого елемента зменшується, ця похибка може досягати істотних значень.

Оцінимо частотну похибку δ_{III} на прикладі прецизійних термометрів трьох типів (ВТС, ПТС-10М і ПТС-25М) з опором у потрібній точці води (R_0) відповідно 0,6; 10 і 25 Ом, які призначені для вимірювання температур в діапазонах 420 – 1080 і 0 – 630 °С. Діапазон варіації ємностей C_2 і C_3 оцінювався експериментально, з застосуванням попередньо розроблених макетів конструкцій. Залежно від конкретних параметрів СПТО результати вимірювань знаходилися в наступних межах: $C_{2*} = 4,5 - 6,2$ pF; $C_{3*} = 1,4 - 3,6$ pF. Значення ємностей реальних СПТО будуть меншими в півтора рази в порівнянні зі значеннями ємностей макета, виходячи з міркувань, наведених при переході моделі від розподілених параметрів до зосере-

джених [125]. З урахуванням метрологічного запасу будемо аналізувати модель СПТО для двох значень ємностей C_2 – (1 та 6) pF і C_3 – (0,5 та 3) pF. Для оцінки опору R_2 була використана формула (2.4) для ідеалізованої моделі. Її застосування обґрунтовано, оскільки діапазон варіації відносини L/S через неточності моделі становить (30 - 40)%, в той час як діапазон варіації $\rho_K(T)$ становить 12-15 порядків. З урахуванням можливих варіацій параметрів моделі відповідно до формули (3.12) було побудовано низку залежностей. Проведені розрахунки для термометра ВТС показали, що похибка вимірювання в розглянутих діапазонах частоти і температури є малою, меншою за 10^{-8} [125]. Нею можна знехтувати.

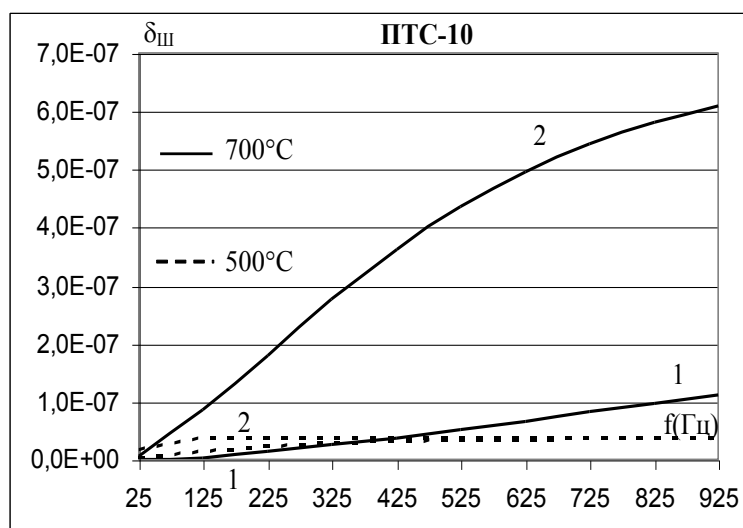


Рис. 3.7. Частотна похибка СПТО типу ПТО-10

Графіки залежностей похибки від частоти при різних значеннях температури для двох інших типів термометрів ПТС-10М і ПТС-25М представлені на рис. 3.7 і 3.8 (крива 1: $C_2 = 1$ pF, $C_3 = 0,5$ pF; крива 2: $C_2 = 6$ pF, $C_3 = 3$ pF). Як видно з графіків, похибка δ_{III} (при заданих параметрах схеми заміщення) може мати значення порядку 10^{-7} (і більше) для високих температур. Така похибка в процесі вимірювання опору термометрів призведе до різниці при визначенні температури на постійному і змінному струмі порядку 10^{-4} К. При більш низьких температурах цією похибкою, як показали розрахунки, можна знехтувати в розглянутому частотному діапазоні. З графіків також випливає, що чим більший номінальний опір

СПТО, тим більша його частотна похибка. Тому в одному і тому ж температурному діапазоні ПТС-10М має перевагу перед ПТС-25М. Похибка порядку декількох ppm з'являється для високоомних СПТО навіть на порівняно низьких (75 Гц) частотах.

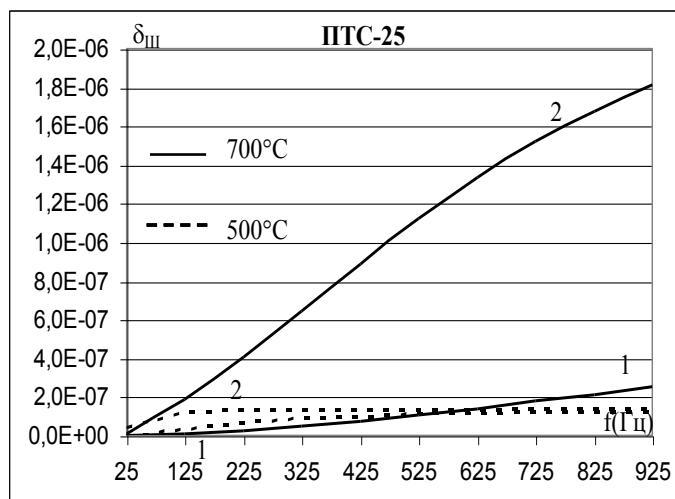


Рис. 3.8. Частотна похибка СПТО типу ПТО-25

Розглянемо залежність похибки δ_{III} від вимірюваної температури на рис. 3.9 (крива 1: $C_2 = 1\text{pF}$, $C_3 = 0,5\text{pF}$; крива 2: $C_2 = 6\text{pF}$, $C_3 = 3\text{pF}$). Вона має максимум при певній температурі, значення якої залежить від частоти і параметрів схеми заміщення СПТО.

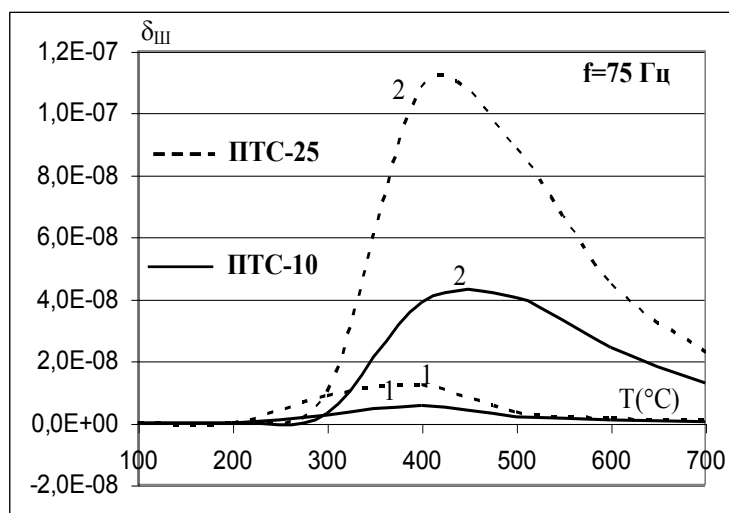


Рис. 3.9. Частотна похибка СПТО в діапазоні температур

Аналізуючи вираз (3.12) на екстремум за аргументом R_3 , отримаємо значення опору R_3 , при якому похибка буде максимальною: $R_3 = 1/\omega C_3$. При цьому значенні опору R_3 похибка δ_{III} визначається виразом $\delta_{R_{max}} = \omega C_3 R_p / 2$.

3.1.3 Імпедансна модель СПТО у вигляді еквівалентної схеми в діапазоні середніх температур

Відповідно до МТШ 90 калібрування СПТО здійснюється в 12-ти окремих реперних точках [119]. У більшості з них для формування плато використовують кріостати (низькі температури) або індукційні печі (високі температури). У приміщеннях лабораторії такі реперні точки розташовуються на значній відстані. При цьому один з кращих засобів вимірювання (міст типу F900) має вагу 27 кг і вимагає спеціального заземлення. Міст, як правило, встановлений нерухомо. Тому довжина вимірювальних кабелів може досягати 5 - 30 м, відповідно ємність кабелю може перебувати в межах від 500 pF до 3-5 nF. З урахуванням всіх розглянутих факторів електричну модель СПТО можна представити у вигляді еквівалентної схеми, представленої на рис. 3.10.

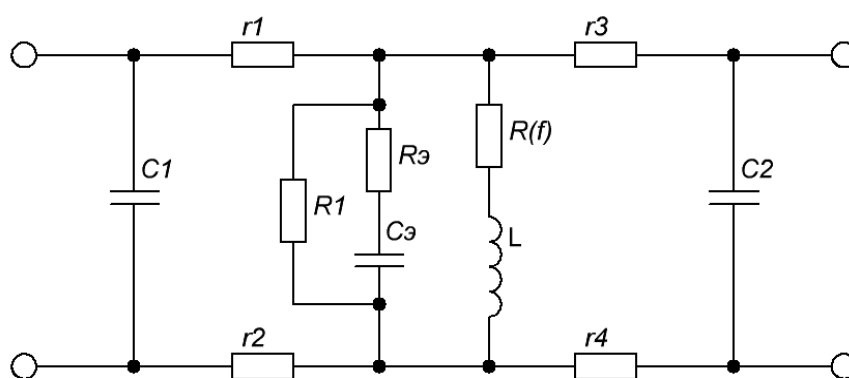


Рис. 3.10. Імпедансна модель термометра, що підключений до вимірювального приладу, де: $R(f) = R_{Hom}(1 + \delta_{ПЭ})$, L – активний опір з урахуванням поверхневого ефекту і індуктивності чутливого елемента СПТО;

R_3 і C_3 – опір і ємність, які призначені для моделювання процесу шунтування через кварцові елементи каркаса на змінному струмі (рівняння 3.13);

R_I – опір, призначений для моделювання процесу шунтування через кварцові елементи каркаса на постійному струмі;

r_1, r_2, r_3, r_4 – опори чотирьох виводів чутливого елемента СПТО і кабелю для підключення;

C_1, C_2 – ємності вимірювальних кабелів і обмоток трансформатора з боку струмових і потенціальних затискачів СПТО.

Вид цієї схеми може змінюватися (спрощуватися) в залежності від конструктивних особливостями СПТО, діапазону температури, робочої частоти та параметрів еквівалентної схеми. З розділів 3.1.1 і 3.1.2 випливає, що в діапазоні середніх температур вплив більшості параметрів дуже малий. У той же час ємності C_1 і C_2 з аналізу виключати не можна. Вони можуть бути досить великими, оскільки включають не тільки ємність вимірювального кабелю, а й вихідну ємність ІДН з тісним індуктивним зв'язком. Ємність ІДН визначається щільністю скручування проводів у джгуті, з якого виготовляється ІДН, і може досягати величин 1,5-2 nF.

Загальний вираз для моделі СПТО як чотирьохполюсника буде громіздким і незручним для подальшого аналізу. Перейдемо від чотирьохполюсної імпедансної моделі СПТО до двохполюсної моделі. Нехтування опорами підвідних проводів виключить з розгляду поворот фази на кут, представлений виразами $tg\delta_1 = (r_1 + r_2)j\omega C_1$ і $tg\delta_2 = (r_3 + r_4)j\omega C_2$. Цей поворот можна сприймати як квадратурну відносну похибку, яка обумовлена переходом від чотирьохполюсної імпедансної моделі СПТО до двохполюсної моделі. Обидві ці похибки відносяться до ефектів другого порядку малості (похибка від похибки). Вони мають дуже малу величину (0,1 – 0,01 ppm). Тоді спрощену електричну модель СПТО в діапазоні середніх температур можна представити у вигляді, показаному на рис. 3.11.

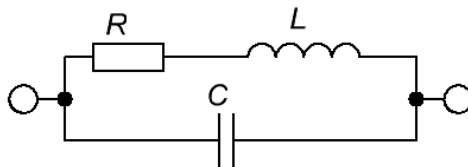


Рис. 3.11. Еквівалентна схема СПТО в діапазоні середніх температур, де $C=C_1+C_2$ – сумарна паразитна ємність з боку струмових і потенціальних затискачів.

У представленій моделі всі параметри є змінними. Опір R є функцією температури. Крім того, значення параметрів R і L визначаються конструкцією СПТО, а значення параметрів C_1 і C_2 – крім того визначаються довжиною кабеля. Нескладно отримати вирази для складових імпедансу схеми на рис. 3.11.

$$Z_x = \frac{R}{(1 - \omega^2 LC)^2 + \omega^2 R^2 C^2} + j\omega \frac{L - R^2 C - \omega^2 L^2 C}{(1 - \omega^2 LC)^2 + \omega^2 R^2 C^2} \quad (3.14)$$

Моделювання СПТО триелементною еквівалентною схемою (рис. 3.11) призведе до виникнення методичної похибки. Представим імпеданс в формі $Z = \text{Re } Z + j \text{Im } Z = R(1 - \delta_{\text{Re}}) + j\omega L(1 - \delta_{\text{Im}})$. Тоді вирази для складових похибки вимірювання активної δ_{Re} і реактивної δ_{Im} складових імпедансу СПТО мають вигляд:

$$\delta_{\text{Re}} = \frac{\omega^2 (2LC - \omega^2 L^2 C^2 - R^2 C^2)}{(1 - \omega^2 LC)^2 + \omega^2 R^2 C^2}; \quad \delta_{\text{Im}} = \frac{R^2 C / L - \omega^2 C (L - \omega^2 L^2 C - R^2 C)}{(1 - \omega^2 LC)^2 + \omega^2 R^2 C^2}. \quad (3.15)$$

Аналіз складових цієї похибки проведено в [126, 127]. Для термометрії інформативним параметром є активна складова імпедансу об'єкта вимірювання $\text{Re}(Z)$. Результати досліджень показують, що похибкою δ_{Re} можна знехтувати в усьому діапазоні реальних варіацій параметрів. Вона становить менше 0,01 ppm, що збігається з даними, отриманими в [128]. У той же час похибка δ_{Im} може перевищувати 100%. Однак важливим є не величина похибки, а те, що відносна похибка може

досягати одиниці. При цих умовах може змінитися знак реактивної складової імпедансу (3.14). Відношення реактивної і активної компонент імпедансу представимо у вигляді тангенса фазового кута $tg\varphi$:

$$tg\varphi = \frac{(\omega L - \omega R^2 C - \omega^2 L^2 C)}{R} \approx \frac{\omega(L - R^2 C)}{R}. \quad (3.16)$$

З останньої формули випливають два висновки.

За умови $L > R^2 C$ тангенс фазового кута має додатнє значення, реактивна компонента носить індуктивний характер, двоелементна схема заміщення є послідовною.

За умови $L < R^2 C$ тангенс фазового кута має від'ємне значення, реактивна компонента носить ємнісний характер, двоелементна схема заміщення є паралельною.

Очевидно, зміна знака $tg\varphi$ в моделі на рис. 3.11 є критерієм переходу з однієї схеми до іншої. Наявність ємності C може змінити характер реактивної складової в двоелементній схемі заміщення об'єкта вимірювання. Це потребує структурних змін у колах компенсації реактивної складової імпедансу [129]. Незадовільна корекція сигналу реактивної неінформативної складової в квадратурному каналі призведе до погіршення чутливості та помилок зрівноваження у синфазному інформативному каналі вимірювання імпедансу СПТО.

3.2 Шляхи зменшення похибки обчислення константи чотириелектродного кондуктометричного давача (ЧКД)

У цьому підрозділі об'єктом дослідження є чотириелектродний кондуктометричний давач (ЧКД) з розрахунковим значенням константи. Такі давачі використовуються в якості первинних кондуктометричних перетворювачів в еталоні електролітичної провідності розчинів електролітів в Україні. У дослідженні факторів, що впливають на метрологію еталонних ЧКД, необхідно виділити дві задачі. Перша – для побудови вимірювальних кіл прецизійних кондуктометрів важ-

ливо мати інформацію про вид електричної моделі давача, а також про вигляд і співвідношення між його інформативними і неінформативними параметрами. Друга – оцінка методичних похибок розрахунку інформативних параметрів давача або їх функцій перетворення при відомих параметрах середовища (розчину).

3.2.1 Еквівалентні електричні схеми ЧКД з розрахунковою константою

Принципи побудови ЧКД з розрахунковим значенням функції перетворення (константи) засновані на такому рознесенні в просторі струмових і потенціальних електродів, яке дозволило б незалежно враховувати вплив приелектродних процесів або усунути їх вплив на результат вимірювання. Ці принципи відображені в ідеалізованій фізичній моделі на рис. 2.4 і 2.10. Реальна модель конструкції чутливого елемента ЧКД представлена на рис. 3.12 [130-132]. Аналогічно моделі на рис. 2.10 давач являє собою трубку з внутрішнім діаметром D , всередину якої заливається розчин електроліту. Як правило, це розчин хлористого калію. Трубка служить для фіксації геометрії рідкого провідника і складається з трьох секцій: центральної 1 секції довжиною L і двох бічних 2 секцій однакової довжини l . На торцях центральної секції 1 нанесені кільцеві потенціальні електроди 3 шириною, що відповідає товщині стінки трубки. На краях трубки закріплені два диски 4, на внутрішню поверхню яких нанесено металеву плівку 5, що виконує функцію струмових електродів. Реальна конструкція давача відрізняється від розрахункової моделі на рис. 2.10 двома особливостями. По-перше, диски 4 в центральній частині мають отвори 6 діаметром d , які служать для заповнення рідиною, що вимірюється. По-друге, внутрішня поверхня дисків має конусний характер і утворює з нормаллю до поверхні секцій 2 кут α . Така конфігурація призначена для полегшення процедури видалення бульбашок повітря при заливанні рідини в давач. Матеріалом трубок і дисків є кварцове скло, що має хороші ізоляційні властивості, стабільність у часі та мінімальний коефіцієнт температурного розширення.

Електроди виготовляються з платини. Цей метал має мінімальний поляризаційний ефект для більшості електролітів.

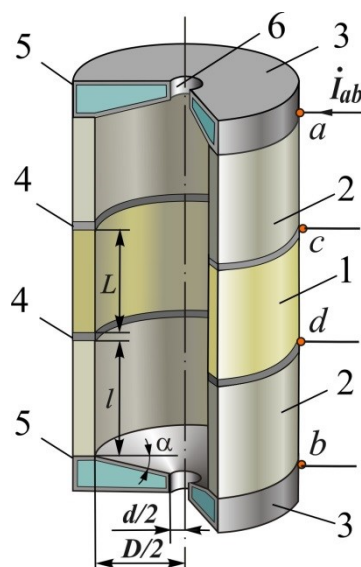


Рис. 3.12. Фізична модель чутливого елемента ЧКД.

Електричною моделлю ЧКД є пасивний чотириполюсник. Для визначення його виду відзначимо два аспекти, які витікають із структури і аналізу кондуктометричного інтерфейсу (рис. 2.13). По-перше, при русі від високопотенціального електрода до низькопотенціального електрода змінний струм буде послідовно зустрічати такі імпеданси: електрохімічний імпеданс верхнього електрода 5, об'ємний імпеданс стовпа рідини у верхній трубці 2, трубці 1 і нижній трубці 2, електрохімічний імпеданс нижнього електрода 3. По-друге, приелектродні процеси відбуваються незалежно від наявності або відсутності струму через міжфазну межу. Тому на поверхні внутрішніх кілець потенціальних електродів 4, у тонкому шарі товщиною одиниці або десятки нанометрів, будуть діяти електрохімічні імпеданси. Тоді узагальнену електричну модель ЧКД можна представити у вигляді схеми на рис. 3.13. На цій схемі струмові затискачі I_1 і I_2 відповідають точкам підключення a і b , а потенціальні U_1 і U_2 відповідають точкам підключення c і d на рис. 3.12. Таким чином, параметр Z_B враховує імпеданс між потенційними електродами 4 трубки 1, зображеної на рис. 3.12. Відповідно параметри Z_{E3} і Z_{E4} враховують електрохімічний імпеданс на потенціальних електродах 4, параметри Z_{E1} , Z_{B1} , Z_{E2} і

Z_{B2} враховують повний імпеданс між струмовими і потенціальними електродами, кожен з яких дорівнює сумі імпедансів: об'ємного і електрохімічного. Кожен з імпедансів має свою схему заміщення.

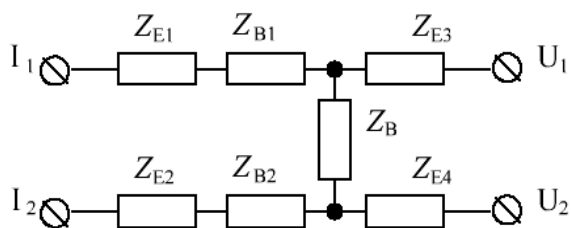


Рис. 3.13 Узагальнена еквівалентна схема ЧКД

Відповідно до моделі, що наведена на рис.2.14 і 2.16, повна еквівалентна схема ЧКД матиме вигляд, представлений на рис. 3.14. З метою спрощення в подальшому введемо деякі обмеження. Будемо вважати, що струмові та потенціальні електроди абсолютно ідентичні за геометрією і складом. Тоді їх електрохімічні імпеданси будуть рівними.

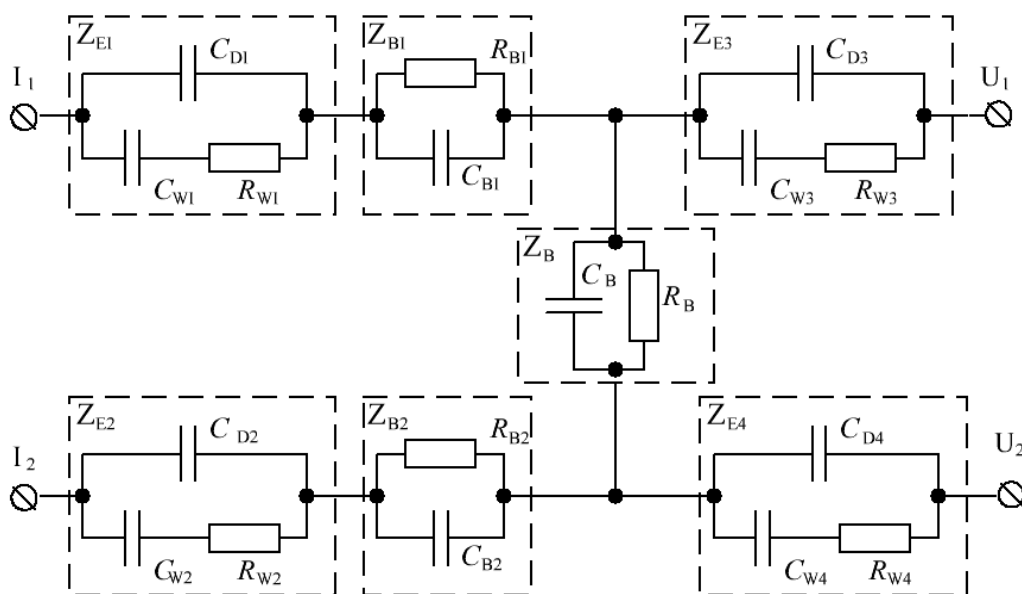


Рис. 3.14. Повна еквівалентна схема ЧКД

Крім того, будемо вважати, що трубки 2 (рис. 3.12) мають однакову довжину. Тоді їх об'ємні імпеданси так само будуть рівні. З урахуванням всіх обмежень і особливостей, відображених на рис. 2.19-2.21, еквівалентна схема набуде вигляду, зображеному на рис. 3.15.

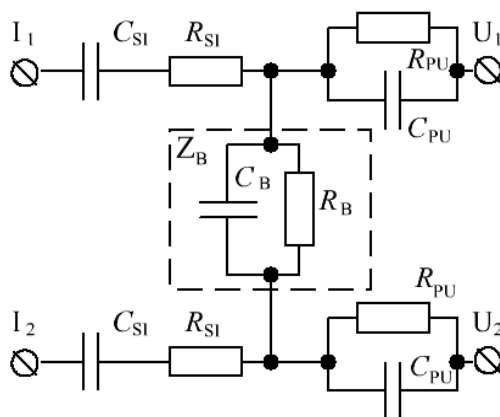


Рис. 3.15. Спрощена еквівалентна схема ЧКД

Слід зазначити кілька особливостей цієї схеми. По-перше, інформативним параметром, який необхідно вимірювати, є опір R_B . Інші параметри є неінформативними. По-друге, для проведення вимірювальних операцій безпосередній доступ до інформативного параметру відсутній. По-третє, параметри R_{S1} , C_{S1} , R_{PU} і C_{PU} є складними функціями частоти (рівняння (2.23), (2.24), (2.29) і (2.30)) та залежать від властивостей вимірюваного середовища і електрохімічних процесів на електродах.

Порівнюючи обидві еквівалентні схеми (рис. 3.10 та рис. 3.15), можна зробити такі висновки. З урахуванням допущень та поправок обидві схеми мають однакову Н-подібну структуру. Їх інформативним параметром є активна складова взаємного імітансу. Але для термометричних давачів це активний опір у послідовній схемі заміщення з індуктивним характером реактивності. Для чотириелектродних кондуктометричних давачів це активна провідність у паралельній схемі заміщення з ємнісним характером реактивності.

3.2.2 Імпедансна модель для дослідження конструктивних факторів, що впливають на нелінійність поля і визначення поправок до похибки активного опору ЧКД

Неідеальність моделі опору стовпа рідини має декілька основних причин. Частина з них розглянута в попередніх підрозділах. У цьому підрозділі розглядається похибка, обумовлена формою поверхні струмових електродів, тобто наявністю отворів у центрі електрода і конусних поглиблень для спрощення вилучення із давача повітряних бульбашок. Такі конструктивні особливості призведуть до порушення рівномірності силових ліній електричного поля всередині давача. Отже, буде виникати похибка (1.21), яку позначимо як δ_d .

Математична модель для розрахунку опору давача. При розробці математичної моделі для розрахунку складової похибки ЧКД ми знехтували поляризаційними ефектами на електродах, тобто не враховували електродні процеси на міжфазній межі метал\електроліт, і вважали, що рідина є однорідним за складом ізотропним середовищем, а кварцова трубка є ідеальним ізолятором. За аналогією з завданням з підрозділу 2.1.2, поле всередині давача є безвихровим, потенціальним. При цьому математична модель електромагнітних процесів у давачу може бути зведена до симетричної щодо осі задачі розтікання постійного струму в стовпі електроліту. У цьому випадку розподіл скалярного електричного потенціалу в середовищі описується рівнянням Лапласа в циліндричній системі координат [132, 132].

$$\nabla^2 \varphi(r, z) = 0. \quad (3.17)$$

З урахуванням осьової симетрії ЧКД польова задача (3.17) сформульована як двовимірною (в координатах r - радіус трубки і z - відстань між струмовими електродами) для половини поздовжнього перерізу стовпа електроліту.

За результатами розрахунку визначені значення електричних потенціалів φ в точках c і d (рис. 3.12), а також напруга між ними $U_{cd} = \varphi_c - \varphi_d$. Величина струму в давачу обчислювалася шляхом інтегрування z -складової щільності струму в центральному поперечному перерізі стовпа електроліту відповідно до виразу

$$I_{ab} = \int_r J_z 2\pi r dr, \quad (3.18)$$

де $J_z = -\sigma \partial \varphi / \partial z$.

При визначенні похибки відповідно до рівняння (2.3) та (2,7) значення опору обчислювалося відповідно до виразу $R_X = U_{cd} / I_{ab}$.

Аналіз результатів розрахунку. Результати обчислень похибки відповідно до запропонованої математичної моделі представлені на рис. 3.16 - 3.19. У загальному випадку розглянута похибка є функцією геометричних параметрів давача. Умовно вони об'єднані в дві групи.

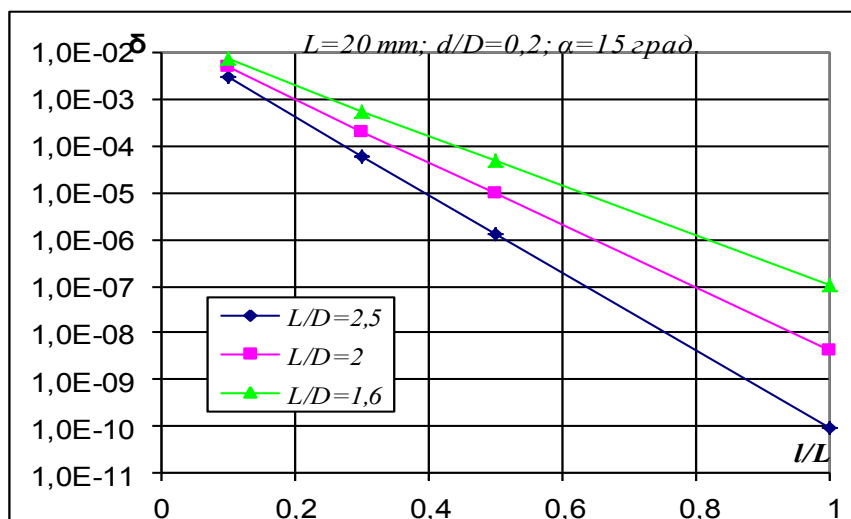


Рис. 3.16. Залежність похибки від відносної довжини трубки l/L

Перша група параметрів є збурюючим фактором або джерелом похибки і представлена відносною величиною d/D і абсолютною величиною – кутом α .

Друга група є демпферуєчим фактором і представлена відносними величинами l/L і L/D . Залежності на рис. 3.16 отримані за умови $L = \text{const}, D = \text{var}$. Аналогічні віялоподібні залежності виходять за умови $L = \text{var}, D = \text{const}$. З рис. 3.16, 3.17 витікає, що залежність похибки від демпферуєчих факторів носить лінійний характер в логарифмічній шкалі.

З рівняння (1.7), рис. 2.1 і табл. 2.1 випливає, що функція перетворення давача і його константа є обернено пропорційними характеристиками. Для їх визначення відповідно до ідеалізованої моделі необхідно знати відстань між електродами і площу поперечного перетину.

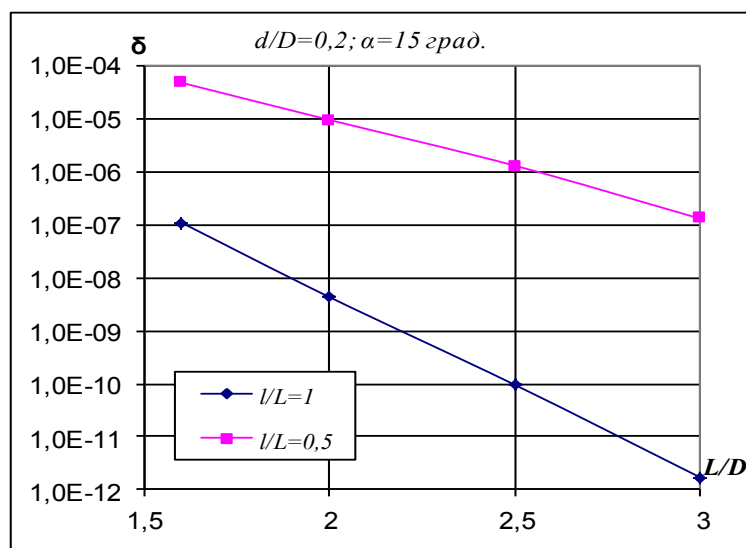


Рис. 3.17. Залежність похибки від параметра L/D

Очевидно ідеальною математичною моделлю для оцінки константи ЧКД на рис. 3.12 буде такий вираз:

$$K = \frac{L}{S} = \frac{4L}{\pi D^2}. \quad (3.19)$$

Виходячи з цього, використовувати співвідношення L/D для мінімізації похибки, представленої на рис. 3.16 і 3.17, недоцільно. Крім того, крутизна залежності похибки від цього аргументу змінюється на 3-5 порядків, тоді як від аргументу l/L –

на 5-8 порядків. Тому основним параметром комірки, за допомогою якого можна в широких межах змінювати похибку обчислення константи, є відношення l/L . Це відношення довжин бічної секції до центральної (рис. 3.12). Граничним рівнем в оцінці значущості похибки слід визнати рівень точності еталонів, за допомогою яких можна виміряти довжину і діаметр центральної секції трубки. На даний час це величини порядку 10^{-6} . Тоді з рис. 3.16 очевидно, що за умови $l/L=1$, розглянутою похибкою можна знехтувати. Однак при таких умовах різко зростають вимоги до метрологічних характеристик вторинного вимірювального перетворювача – кондуктометричного моста. Зокрема, вихідний опір керованого джерела струму (рис. 2.8) має бути не менше 1 ГОм, а коефіцієнт ослаблення синфазного сигналу для вхідного каскаду диференціального детектора рівноваги має бути не гірше 120 дБ. З урахуванням того, що ці характеристики необхідно отримати на частоті 1 кГц, то завдання виходить за рамки тривіального. Рішення цих задач будуть детально розглянуті в розділі 4.

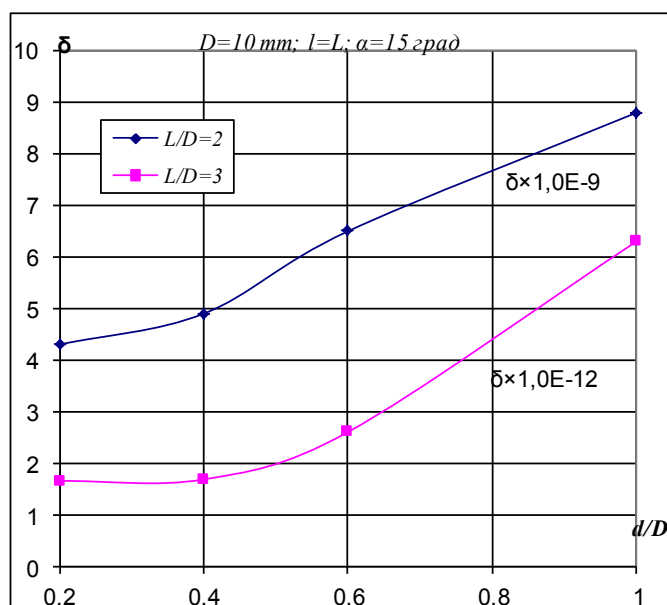


Рис. 3.18. Залежність похибки від параметра d/D

З огляду на складність завдань, що виникають при розробці мостів змінного струму, запропонувати оптимальне значення відношення l/L важко. У той же час розглянуті моделі дають змогу врахувати дану складову похибки. Так, з рис. 3.16

впливає, що за умови $l/L < 0,6$, похибка обчислень може бути більше 10^{-5} . У цьому випадку з метою зниження невилученої систематичної похибки при обчисленні константи за формулою (3.19) для реальних розмірів центральної секції трубки потрібно вносити поправку.

Залежності похибки від параметрів давача, що визначають нерівномірність поля всередині центральної секції трубки, наведені на рис. 3.18, 3.19. Вони підтверджують, що в усьому діапазоні зміни аргументів, за умови $l/L=1$, похибкою обчислень можна знехтувати. При цьому слід зазначити дві особливості. По-перше, похибка змінюється в 2-4 рази при варіаціях параметру d/D і в 5-8 разів при варіаціях параметру α , і вона ж змінюється на три порядки при зміні параметру L/D в півтора рази. Отже, по відношенню до збурюючих факторів масштаб шкали є лінійним, а по відношенню до демпферуєчих факторів масштаб шкали є логарифмічним. Останнє твердження може бути використано при визначенні виду інтерполяційної формули для обчислення константи, що може використовуватись при спрощених оцінках в інженерних задачах.

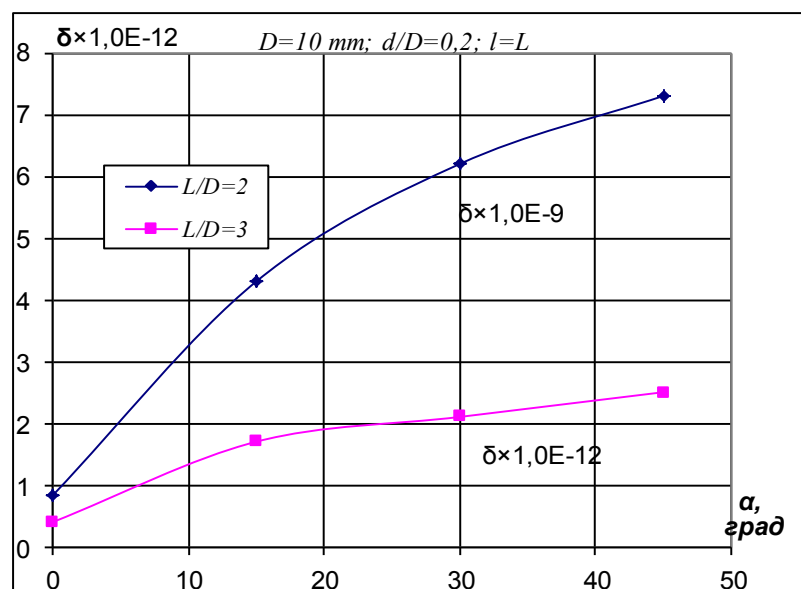


Рис. 3.19. Залежність похибки від кута α

По-друге, оскільки відношення L/D визначає константу давача а, наприклад, при $D = 1$ см з точністю до постійного множника $4/\pi$ дорівнює цій константі то, як

впливає з представлених залежностей, більшим значенням константи відповідає менше значення похибки. Отже, для підвищення точності розрахунків необхідно прагнути використовувати давачі з більш високими значеннями констант.

3.2.3 Методи зменшення похибок, обумовлених технологією виготовлення центральної секції ЧКД з розрахунковим значенням константи

Ідеальний профіль центральної трубки 1 (рис. 3.12) являє собою в поздовжньому перетині прямокутник, у поперечному переретині - коло. Як правило, трубку виготовляють із заготовок (готових трубок), які піддають прецизійній обробці. Якщо обробку внутрішньої поверхні зробити занадто глибоко, то механічна міцність трубки істотно знизиться. Трубки товщиною менше 1 мм під дією пружних сил (полімеризація клею, перепади температури) будуть розтріскуватися (руйнуватися). Тому глибина обробки внутрішнього профілю трубки має бути мінімальною. З іншого боку на внутрішній поверхні заготовки можуть існувати клиноподібні тріщини, паралельні осі заготовки. Обумовлені вони технологією виготовлення заготовок і залежать від якості фільтр, через які витягають вихідну трубку. Тому через недостатньо глибоку обробку трубки може виникнути відхилення від кола уздовж всього профілю. Другою причиною неідеального профілю може бути прецесія шліфувального інструменту. В процесі обробки контролювати якість поверхні трубки практично неможливо. Після остаточного шліфування профіль трубки може відрізнитися від ідеального прямокутника. Сучасні технології обробки кварцового скла такі, що трубку зі стабільним значенням довжини виготовити значно простіше, ніж трубку зі стабільним внутрішнім діаметром. Спираючись на експериментальні дані, можна спостерігати спотворення внутрішнього профілю двох видів. Перший – відхилення профілю трубки від прямокутника вздовж поздовжнього перерізу. Причиною є прецесія шліфувального інструменту. Другий – відхилення профілю трубки від кола в поперечному перерізі. Причиною є наявність клиноподібних тріщин на внутрішній поверхні заготовки. Обидві причини призводять до виникнення похибки δ_{Tec} , яка виникає в про-

цесі виготовлення центральної трубки давача і зумовлена недосконалістю технології. При обчисленні константи ЧКД модель похибки δ_{Tec} можна представити у вигляді комбінації систематичної похибки $\delta_{D1(2)}$ і випадкової складової похибки, представленої середньоквадратичним відхиленням (СКВ) $\nu_{D1(2)}$:

$$\delta_{Tec} \in \left\{ \delta_{D1(2)}, \nu_{D1(2)} \right\}, \quad (3.20)$$

де індекс 1 відповідає спотворенню в поздовжньому перетині профілю (непрямокутність), а індекс 2 відповідає спотворенню в поперечному перерізі профілю (некрутлість).

Методи зниження складової систематичної похибки δ_{Tec} розглянуті в [133, 134]. Для визначення дійсного профілю трубки і оцінки похибки її довжина і діаметр повинні піддаватися вимірюванню за наступним алгоритмом. Рівномірно по колу роблять p вимірювань довжини трубки в різних напрямках. Умовно, рівномірно за довжиною, трубку ділять на m секцій. У поперечному перерізі кожної секції здійснюється n вимірювань діаметра в різних напрямках. У підсумку ми отримуємо $n \times m$ вимірювань діаметра трубки і p значень її довжини. Константу можна визначити за результатами вимірювань через середні значення діаметра D_{av} і довжини трубки L_{av} :

$$K = \frac{4L_{av}}{\pi D_{av}^2}. \quad (3.21)$$

Якщо використовувати класичне усереднювання результатів вимірювання діаметра, то істотно зростає СКВ. Тут і далі під відхиленням ми розуміємо стандартне відхилення середнього значення діаметра. За результатами вимірювання можна обчислити середнє значення діаметра і стандартне відхилення в секції:

$$D_{av} = \frac{\sum_{i=1}^m D_{i,av}}{m} = \frac{\sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^n D_{ij}}{m \cdot n}; \quad (3.22)$$

$$v_{iD} = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{j=1}^n (D_{ij} - D_{iav})^2}, \quad (3.23)$$

де $D_{i,av}$ – середнє значення діаметра в i -й секції центральної трубки, D_{ij} – j -й середній діаметр для i -ї секції центральної трубки.

Величина СКВ вибірки, що складається із m секцій, може бути виражена як

$$v_D = \sqrt{\frac{1}{m(m-1)} \sum_{i=1}^m \sigma_{iD}^2}. \quad (3.24)$$

Похибки в поздовжньому перетині δ_{DI} , v_{DI} . Зауважимо, що геометричні розміри реально виготовленої трубки можуть бути виміряні набагато точніше, ніж похибка виготовлення. На рис. 3.20 представлені результати вимірювання середнього значення діаметра секції однієї з трубок при $n = 8$ і $m = 10$.

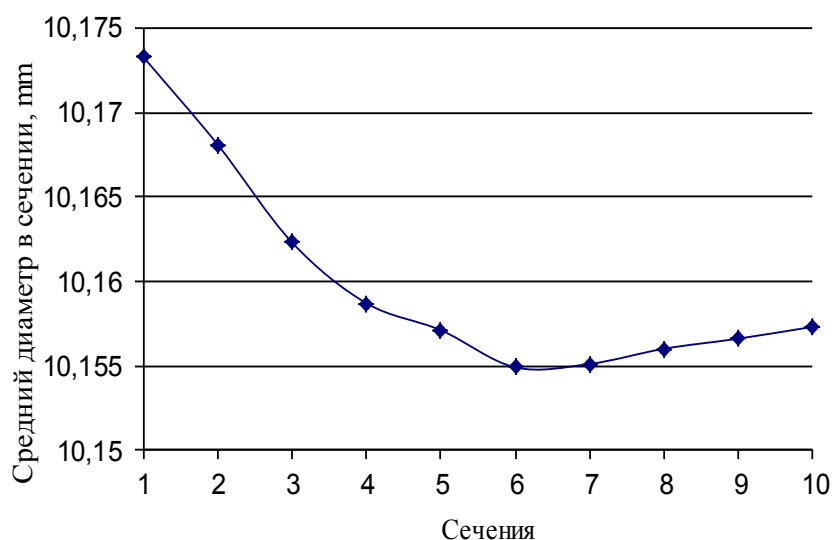


Рис. 3.20. Профіль поздовжнього перетину

Наведені дані свідчать про те, що середні діаметри в секціях 1 і 6 відрізняються майже на 20 μm . У загальному вигляді профіль внутрішнього перерізу трубки можна уявити довільною функцією $D(x)$. Результати вимірювань середніх діаметрів за довжиною трубки (рис. 3.20) свідчать, що ця залежність має явно детермінований характер. Дискретний характер даних дає змогу нам використовувати лінійну інтерполяцію для функції $D(x)$. Результати представлені наступною формулою:

$$K = \frac{4}{\pi} \int_0^L \frac{dx}{D(x)^2} = \frac{4}{\pi} \sum_{i=0}^m \int_0^{\Delta X_i} \frac{dx}{(ax+b)^2}, \quad (3.25)$$

де: a і b – коефіцієнти інтерполяційного полінома; ΔX_i - довжина ділянки між i -тим та $i + 1$ перетинами.

Уявімо коефіцієнти полінома у вигляді

$$a = \frac{D_{i+1} - D_i}{\Delta X_i}, \quad b = D_i. \quad (3.26)$$

Після нескладних перетворень вираз для обчислення константи з урахуванням запропонованої корекції набуває вигляду [130]

$$K = \frac{4}{\pi} \sum_{i=1}^m \frac{\Delta X_i}{D_{i,av} D_{i+1,av}}. \quad (3.27)$$

Зобразимо на рис. 3.21 графіки СКВ результатів вимірювання діаметра без та з урахуванням детермінованої складової з використанням лінійної інтерполяції.

Як видно з рис. 3.21, СКВ результатів вимірювання діаметра при обліку детермінованої складової знаходиться поблизу практично одного значення і має дуже маленький розкид у порівнянні з випадком, коли не враховують детерміновану складову. В результаті корекції (лінійної інтерполяції) СКВ уздовж перетину знижено в 10 -15 разів. СКВ діаметра з корекцією, обчислена за формулою (3.24), становить менше 0,0004 мм. Той же параметр без корекції в 3 рази більше. Слід зазначити, що такий метод корекції зміщує середнє значення діаметра. Тому константи, обчислені за формулами (3.21) і (3.27) для трубки 1 на рис. 3.12, відрізняються на 0,027%. Ця величина, на яку відрізняються систематичні відносні похибки при обчисленні константи комірки з корекцією і без корекції, є поправкою, що зменшує невилучену систематичну похибку δ_{DI} в бюджеті (3.20).

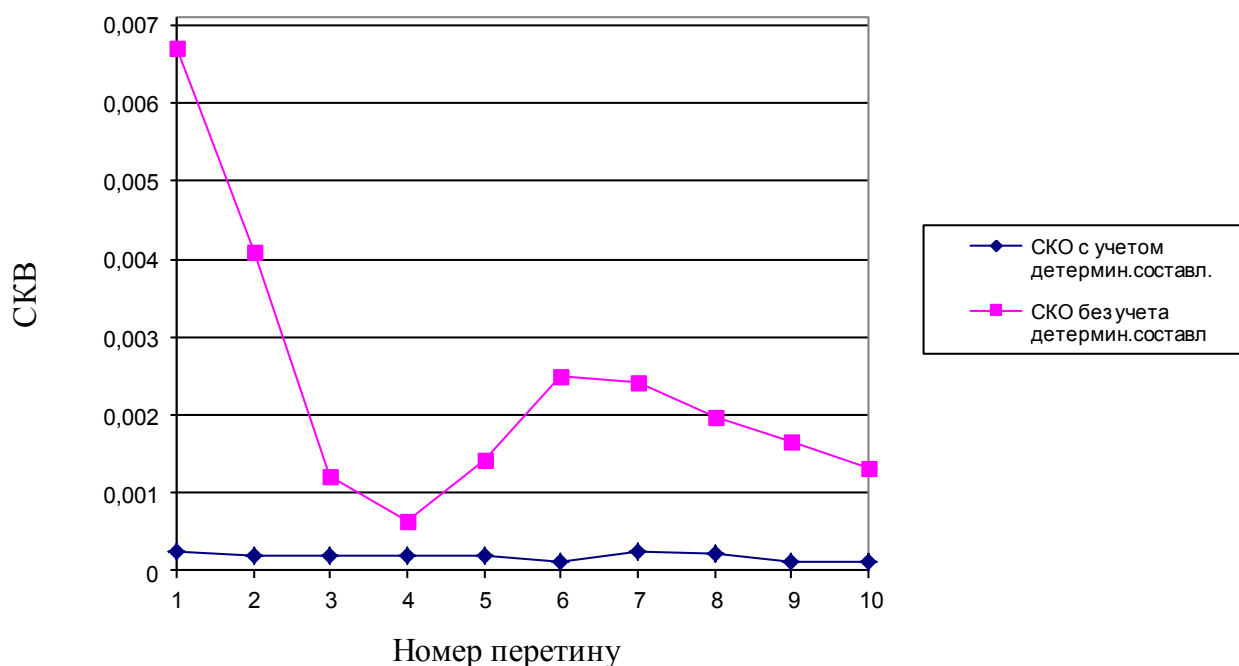


Рис. 3.21. Графік СКВ (v_{ID}) результатів вимірювань діаметра уздовж довжини трубки

Похибки в поперечному перетині δ_{D2} , v_{D2} . Розглянемо іншу трубку, для якої в кожному окремо взятому перетині профіль поверхні відрізняється від кола.

Приклад функції відхилення від середнього значення D_{iav} в одному з перетинів для $m = 3$ наведено на рис. 3.22.

У всіх десяти перетинах, для m від 1 до 10 спостерігаємо трикутні викиди уздовж напрямків 3 - 11 і 6 - 14 [135, 136]. Такий характер спотворень профілю дає змогу використовувати метод еквівалентних трикутників. Він полягає в оцінці ефективної площі S_{ief} перетину трубки і наступному коригуванні діаметра. Алгоритм обчислення наступний. Замінімо значення діаметрів у перетині 3 і 6 на значення середнього діаметра D_{av} . За стандартною формулою обчислюємо базове значення середнього діаметра D_{bias} і базової площі перетину трубки S_{bias} :

$$S_{bias} = \pi(D_{bias})^2 / 4 . \quad (3.28)$$

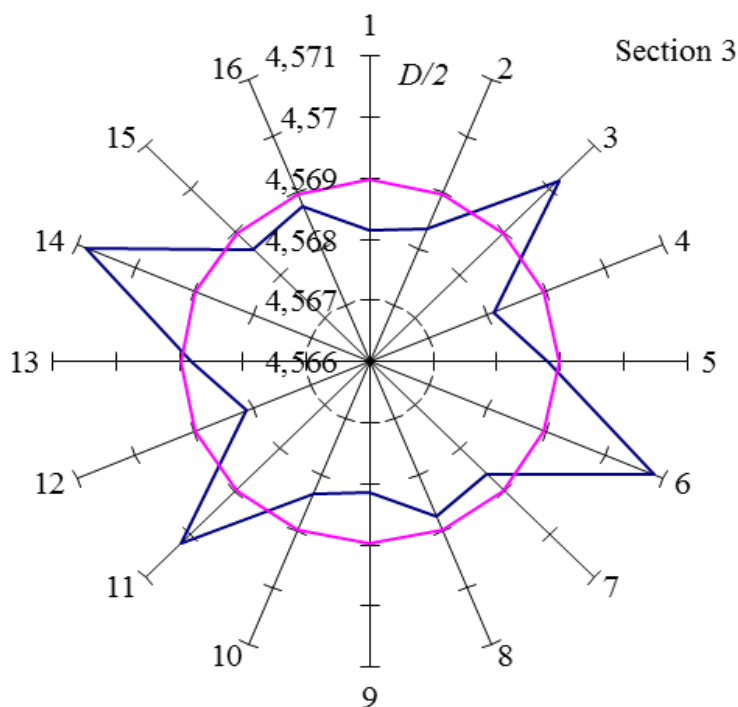


Рис. 3.22. Профіль поперечного перетину для section 3 ($m = 3$), середній діаметр

$$D_{3av} = 4,569 \text{ мм представлений колом}$$

Далі розрахуємо значення поправки в кожному перетині окремо. Поправка визначається через площу відповідних трикутників:

$$S_i = c_i h_i / 2, \quad (3.29)$$

де c_i – основа умовного трикутника в напрямку 3,11 або 6,14 (рис. 3.22); h_i – висота умовного трикутника в напрямку 3,11 або 6,14 (рис. 3.22).

Врахуємо вплив детермінованої складової шляхом формування ефективної площі кожної секції за формулою

$$S_{ief} = S_{bias} + 2 \sum_{i=3,6} S_i = S_{bias} + \sum_{i=3,6} c_i h_i. \quad (3.30)$$

Відповідно до наведеної нижче формули обчислюємо скориговане значення D_{icor} , яке підставляється в рівняння (3.22) замість D_{iav} :

$$D_{icor} = \sqrt{4S_{ief} / \pi}. \quad (3.31)$$

Різниця між значеннями СКВ результату вимірювання середнього діаметра D_{iav} до корекції і значеннями СКВ середнього діаметра D_{icor} після корекції наведена в [135, 136]. Після корекції СКВ в 2,5-3 рази менше. Використання методу ефективних площ зміщує середнє значення діаметра. Константи, обчислені за формулами (3.21, 3.22) і (3.21, 3.31), відрізняються на 0,015%. Так само як і в попередньому випадку, коли використовували лінійну інтерполяцію, ця різниця являє собою поправку до систематичної похибки обчислення константи комірки δ_{D2} , на яку зменшується невилучена складова для бюджету за формулою (3.20).

3.3 Імітансні моделі диференціальних двоелектродних кондуктометричних давачів (ДКД) з планарно розташованими гребінчастими електродами

Диференціальні давачі широко застосовуються при вимірюванні різних фізичних величин: переміщення (лінійні, кутові), тиск, температура, вібрації та ін. Як правило, проміжними фізичними величинами в них виступають ємність, опір, індуктивність або взаємна індуктивність. Найкращі метрологічні характеристики диференціальні давачі мають у разі, коли проміжні фізичні величини є скалярними величинами. Розглянемо більш загальний випадок, коли параметрами диференціального давача є два імпеданси, а корисним сигналом виступає активна складова опору одного із імпедансів. Диференціальні імпедансні давачі такого типу можуть використовуватись при побудові біосенсорних систем для вимірювання концентрації складних органічних сполук: цукрів, фенолів, пестицидів, креатиніну й таке інше [137-141]. Зараз наукові основи цієї галузі вимірювань розвиваються дуже швидкими темпами [142, 143].

Вимірювання концентрації досліджуваних речовин із застосуванням кондуктометричних біосенсорів відбувається у буферному середовищі, що представляє собою розчин електроліту, тобто провідника з іонним типом провідності. У цей розчин додається аналіт (досліджувана речовина), який проникає в селективну мембрану. В мембрані проходить біохімічна реакція, що супроводжується утворенням надлишку іонів, як правило водню. За відомого типу та рухливості іонів основним параметром, що характеризує концентрацію, є питома електрична провідність. Корисний сигнал формується за допомогою чутливого елемента, в якому відбувається перетворення вхідної фізичної величини - електролітичної провідності у вихідну - електричну провідність (опір). З причини замалого корисного сигналу використовується диференціальний метод перетворення. Опорний сигнал формується за допомогою додаткового чутливого елемента, який не бере участі в біохімічній реакції. Його завдання полягає у формуванні компенсуючого сигналу, який характеризує сукупний вплив дестабілізуючих факторів.

Конструктивно кондуктометричний біосенсор представляє собою (рис. 3.23) підкладку 1 з ізолятора, два двоелектродних кондуктометричних давача (ДКД) 2 і 3 ідентичною за геометрією електродною системою та ламелі 4 для підключення до вимірювального приладу [70]. Як правило, електроди 2 та 3 диференціального ДКД мають гребінчасту структуру і розташовані планарно на підкладці 1. Поверх електродної системи наносять дві мембрани 6 і 7. Матеріал однієї з мембран (це може бути фермент) володіє селективними властивостями, обумовленими хімічною реакцією з досліджуваною речовиною.

Спираючись на експериментальні результати, можна стверджувати, що біосенсорний диференціальний ДКД є вкрай незручним об'єктом вимірювання тому, що його опори є векторними величинами, тангенс фазового кута яких на робочій частоті (20-30 кГц) близький до одиниці, а корисний сигнал становить кілька відсотків від активної складової імпедансу селективного давача.

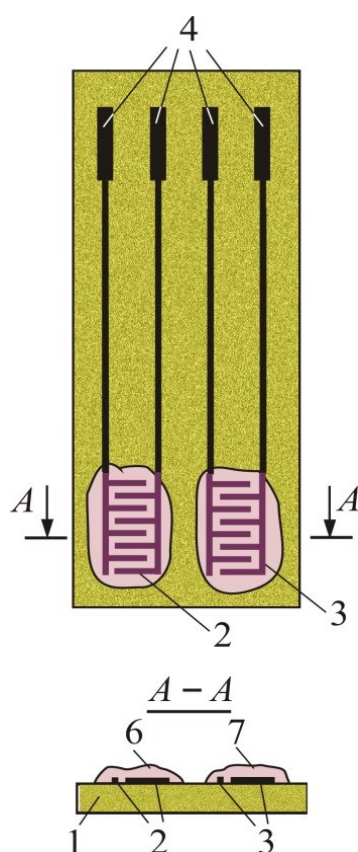


Рис. 3. 23. Диференціальний біосенсорний ДКД

Найбільш значущими факторами, що впливають на розкид параметрів селективного і референтного давачів, є: електродні процеси на межі електрод/електроліт, значна фонові провідність буферного розчину, істотна (0,02/К) крутизна температурної залежності провідності буферного розчину, нерівність електричних характеристик мембран [144].

3.3.1 Імпедансна модель диференціального ДКД для роздільного дослідження інформативних і неінформативних параметрів

Електричну модель диференціального ДКД можна представити у вигляді двох пасивних двополісників, кожен з яких складається з двох послідовно включених комплексних опорів: об'ємного і електрохімічного імпедансу:

$$Z^S = Z_E^S + Z_B^S, \quad Z^R = Z_E^R + Z_B^R \quad (3.32)$$

При дослідженні цієї моделі необхідний підхід, що враховує специфіку кондуктометричного інтерфейсу (підрозділ 2.3). Кожен із імпедансів диференціального ДКД може бути представлений повною п'ятиелементною схемою заміщення, що на рис. 2.17. Однак робоча частота в біосенсорних вимірювальних системах, як правило, перевищує 20-30 кГц. На таких частотах електрохімічний імпеданс, як показано в підрозділі 3.2.3, може бути представлений тільки одним параметром - ємністю подвійного шару. Тому імпеданс неселективного, референтного диференціального ДКД може бути представлений спрощеною триелементною схемою заміщення, що представлена на рис. 3.24а). Необхідно також врахувати, що корисний сигнал виникає в результаті хімічної реакції в мембрані селективного давача. Він пов'язаний з локальним підвищенням концентрації носіїв струму або електролітичної провідності. На еквівалентній схемі цей процес (рис. 3.24б)) представлений опором R_X . З урахуванням зазначеного електрична модель диференціального ДКД представлена на рис. 3.24.

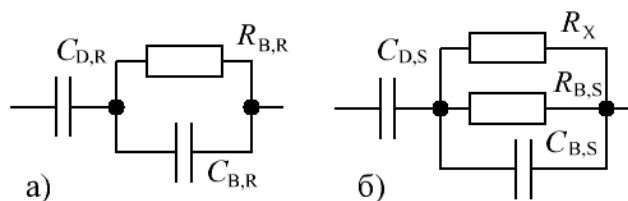


Рис. 3.24. Еквівалентна електрична схема референтного і селективного давача біосенсора, де R_X інформативний параметр, який підлягає вимірюванню, інші параметри неінформативні

Основними відмітними властивостями запропонованої моделі по відношенню до відомих моделей [61,139, 143] є можливість визначити параметри об'ємного імпедансу теоретично, а параметри електродного імпедансу визначити експериментально і таким чином дослідити незалежно інформативні та неінформативні процеси. Параметри будь-якої багатоелементної схеми заміщення можна теоретично перерахувати в параметри двоелементної схеми заміщення. З послідовно-паралельного виду схеми витікають інші важливі властивості. По-перше, спрямовуючи частоту в нескінченність, ми не зможемо отримати для двоелементної моделі виграш за чутливістю. По-друге, в широкому діапазоні значень робочих частот і електролітичної провідності розчину триелементна електрична модель на рис. 3.24 може мати властивості як послідовної, так і паралельної двоелементної електричної моделі. Вид і властивості двоелементної моделі важливий для побудови вторинних вимірювальних перетворювачів, інваріантних до неінформативних параметрів.

3.3.2 Дослідження електричної трьохелементної еквівалентної схеми диференціального ДКД

Розглянемо референтний давач як половину диференціального давача. У зв'язку з цим можна опустити верхні індекси в поточних формулах. Висновки по селективного давачу будуть практично аналогічними. Основні результати були викладені в [145]. Імпеданс ДКД на рис. 3.24 буде визначатися таким виразом:

$$Z = 1/j\omega C_D + 1/(1/R_B + j\omega C_B). \quad (3.33)$$

Введемо два відносних параметра:

$\tau_B = R_B C_B$ – постійна часу паралельної схеми;

$\tau_D = R_B C_D$ – постійна часу послідовної схеми.

Далі нескладно показати, що

$$Z = \frac{R_B}{1 + \omega^2 \tau_B^2} \left\{ 1 + j \left[\frac{-1}{\omega \tau_D} (1 + \omega^2 \tau_B^2) - \omega^2 \tau_B^2 \right] \right\}. \quad (3.34)$$

Запишемо імпеданс давача у вигляді двоелементної послідовної схеми заміщення:

$$Z = R_S + 1/j\omega C_S = R_S (1 + jtg\varphi_S). \quad (3.35)$$

Із порівняння формул (3.34) і (3.35) маємо очевидний зв'язок:

$$R_S = \frac{R_B}{1 + \omega^2 \tau_B^2}, \quad C_S = \frac{-1}{\omega R_S tg\varphi_S}. \quad (3.36)$$

Тангенс фазового кута імпедансу електричної моделі ДКД складе

$$tg\varphi_S = \frac{-1}{\omega \tau_D} \cdot (1 + \omega^2 \tau_B^2) - \omega \tau_B = \frac{-1}{\omega \tau_D} - \omega \tau_B \cdot \left(1 + \frac{\tau_B}{\tau_D} \right). \quad (3.37)$$

У зв'язку з тим, що $\tau_D \gg \tau_B$, вираз (3.37) можна спростити:

$$tg\varphi_S \approx - \left(\frac{1}{\omega \tau_D} + \omega \tau_B \right). \quad (3.38)$$

Так як вираз для $tg\varphi_S$ складається з двох складових, одна з яких монотонно

убуває з ростом частоти, а інша монотонно зростає, очевидно, що така функція має точку екстремуму. Фізичний сенс екстремуму функції $tg\varphi_S$ полягає в зміні властивостей, притаманних послідовній чи паралельній двоелементній еквівалентній схемі заміщення. Знак похідної частотної залежності функції (3.38) є критерієм, за яким може бути прийнято рішення про вид двоелементної схеми заміщення: послідовна або паралельна. Частота, на якій можливий перехід, буде визначатися таким виразом:

$$f_0 = \frac{\omega_0}{2\pi} = \frac{1}{2\pi \cdot \sqrt{\tau_B \tau_D}}. \quad (3.39)$$

Величина τ_B може бути розрахована за формулою

$$\tau_B = \frac{\varepsilon \cdot \varepsilon_0}{\sigma}. \quad (3.40)$$

Величина τ_B є розрахунковою, тому що визначається параметрами буферного розчину. Відношення τ_D/τ_B , яке дорівнює відношенню C_D/C_B , може змінюватися в широких межах. Тому доцільно зобразити залежність частоти екстремуму (3.39) як функцію від цього відношення. Сімейство графіків для розчинів з параметрами $\varepsilon = 81$ і $\sigma = 60$ мСм/м (крива 1), 75 мСм/м (крива 2) та 90 мСм/м (крива 3) наведено на рис. 3.25. На рис.3.25 показано, що частота, на якій коло, що зображене на рис.3.24б), при двоелементному поданні змінює властивості, притаманні колу з послідовною схемою заміщення на властивості, притаманні колу з паралельною схемою заміщення, потрапляє в діапазон робочих частот (нижче 100 кГц) за умови $C_D/C_B > 10^5$. Щоб упевнитися в тому, що двоелементна схема заміщення кола на рис. 3.24 на частотах до 100 кГц ближче до послідовної, ніж до паралельної, зобразимо криві частотної залежності $tg\varphi_S$, задаючись параметрами стандартного буферного розчину $\varepsilon = 81$ і $\sigma = 75$ мСм / м. Відповідно до результатів, викладених в [146, 147], отримано наступні значення параметрів $R_B \approx 1$ кОм і $C_B \approx 10$ пФ.

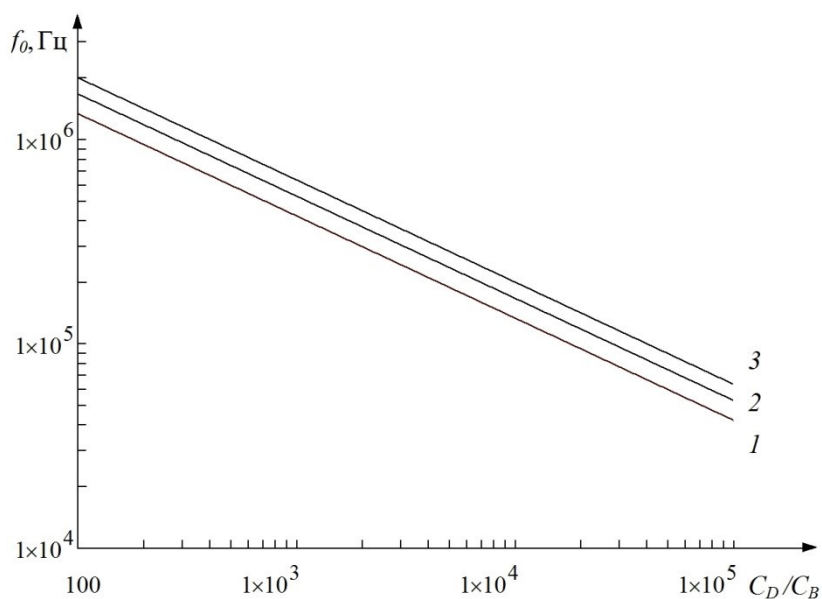


Рис. 3.25. Залежність для визначення частоти екстремуму.

Сімейство кривих частотної залежності тангенса фазового кута імпедансу еквівалентної схеми ДКД для заданих параметрів об'ємного імпедансу при варіюванні параметра $C_D/C_B = 1 \times 10^3$ (крива 1), 3×10^3 (крива 2) та 1×10^4 (крива 3), представлено на рис. 3.26, з якого видно, що з ростом частоти значення тангенса падає для всіх графіків. Отже, на частотах до 100 кГц і при варіюванні відношення C_D/C_B від 10^3 до 10^4 , імпеданс ДКД краще описується послідовною схемою заміщення.

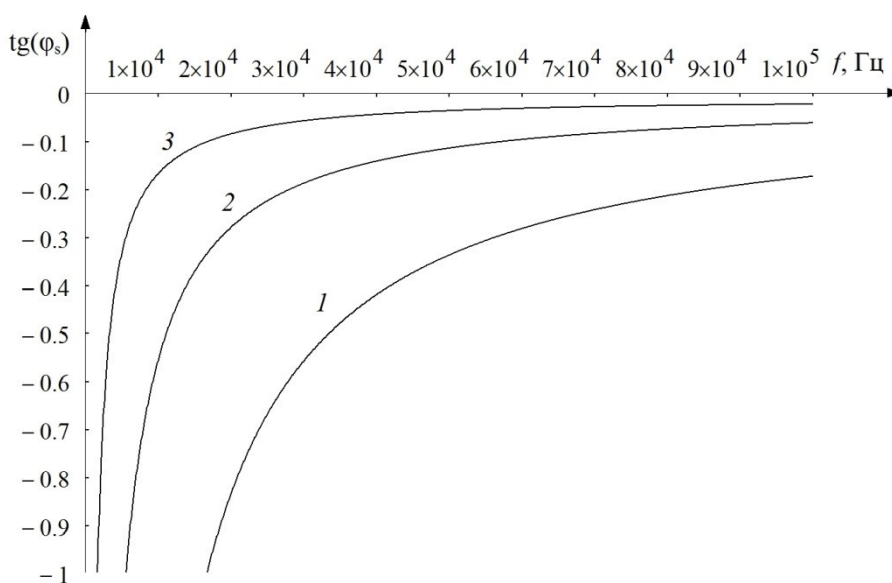


Рис. 3.26. Залежності, що характеризують схему заміщення як послідовну

Введемо нову функцію $tg^*(\varphi_S)$. Вона дає можливість отримати кількісну оцінку квадратурного сигналу на частоті екстремуму. Для цього підставимо формулу (3.39) в (3.38). Графік $tg^*(\varphi_S)$ від аргументу C_D/C_B наведено на рис.3.27.

$$tg^*(\varphi_S) = -2\sqrt{\frac{\tau_B}{\tau_D}} = -2\sqrt{\frac{C_B}{C_D}}. \quad (3.41)$$

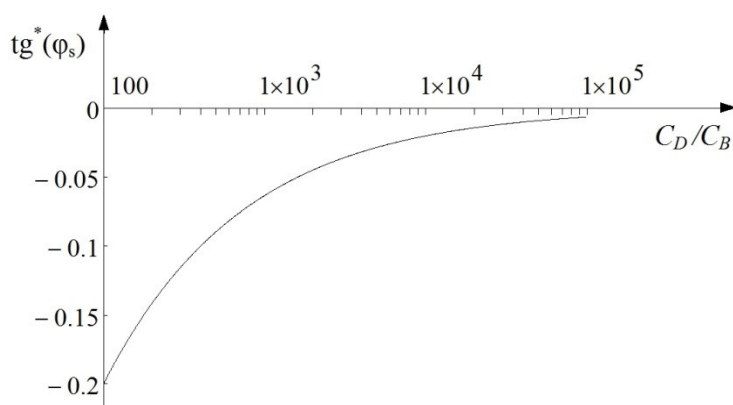


Рис. 3.27. Залежність фазового зсуву на частоті екстремуму

З рис. 3.27 видно, що коли відношення C_D/C_B сягає понад 10^4 , величина $tg\varphi_S$ стає такою маленькою, що навіть при зміні характеру схеми заміщення з послідовної на паралельну, реактивна складова імпедансу давача становить кілька відсотків. Таким чином, у всьому діапазоні питомої провідності буферного розчину, який використовується в біосенсориці, для робочих частот до 100 кГц двоелементна схема заміщення ДКД буде послідовною ємнісною.

3.3.3 Топологічна і математична моделі для розрахунку адмітансу планарно розташованої гребінчастої системи електродів в однорідному середовищі

Конструкція давача у вигляді двох гребінчастих електродів планарно-розташованих на ізоляційній підкладці широко використовується для створення кондуктометричних біосенсорних систем. Вибір геометрії електродів пов'язаний з

дилемою. З одного боку, для більш точних вимірювань необхідно прагнути підвищувати величину інформативного параметра. При заданій концентрації такий результат можна отримати в первинному фізичному перетворювачі з максимальним коефіцієнтом перетворення. З іншого боку, як правило, біологічні мембрани є доволі дорогими. Тому їх об'єм має бути мінімальним, отже, мінімальними повинні бути габарити електродної системи. Довільне варіювання геометрією електродів може призвести до того, що для малих (1-10 мкм) зазорів між електродами внесок подвійного електричного шару на міжфазній межі метал / електроліт може превалювати в загальній провідності. В цьому випадку первинний перетворювач необхідно розглядати не як кондуктометричний, а як електрохімічний. Проблема в тому, що одні й ті ж параметри еквівалентної схеми будуть інформативними для одного типу перетворювачів і дестабілізуючими для іншого типу. Звідси для кожного перетворювача потрібні свої енергетичні режими і відповідно функціональні схеми вторинних перетворювачів. Тому, щоб розглядати сенсор як кондуктометричний перетворювач і отримати для нього максимальну чутливість при мінімальній площі електродної системи (що забезпечує мінімальний обсяг досліджуваної проби) і мінімальному впливі приелектродних процесів, необхідно досить точно знати коефіцієнт перетворення ДКД біосенсора – M_C .

Вхідною і вихідною фізичними величинами вимірювального перетворювача з гребінчастим електродами є відповідно електролітична провідність розчину σ і дійсна частина об'ємного адмітанса Y_B - активна електрична провідність G . Їх відношення за визначенням є константою кондуктометричного давача (комірки), який очевидно має розмірність $\{\text{метр}^{-1}\}$. У вимірювальній техніці використовують термін коефіцієнт перетворення, який обернено пропорційний до константи:

$$M_C = \text{Re}(Y)/\sigma = G/\sigma. \quad (3.42)$$

Проблему обчислення коефіцієнта M_C електродної системи ДКД у вигляді зустрічної гребінки можна розглядати як польову задачу для верхнього напівпростору за аналогією з тим завданням, яке розглянуто у підрозділі 2.2.2 (рівняння (2.8), (2.15), (2.11) і (2.12)). Однак таке завдання можна вирішити тільки чисельними методами. Тому користуватися результатами таких обчислень незручно. У підрозділі 2.2.1 показано, що в кондуктометричних вимірюваннях поля є квазістаціонарними і описуються рівняннями Лапласа або Пуассона. Створені певною системою електродів, такі поля ще називають потенційними [148] і для їх розрахунку часто використовують теорію функцій комплексного змінного. Існує добре розвинена теорія розрахунку погонної ємності системи електродів [116, 149]. Ця теорія заснована на конформних перетвореннях і застосуванні інтеграла Крістофеля-Шварца [150-153]. Теорія дає змогу отримувати рішення в аналітичному вигляді як відношення еліптичних інтегралів [154]. З [116] відомо, що в силу математичної аналогії потенціальних полів різної фізичної природи існує пряма залежність між ємністю C і провідністю G будь-якого однорідного сеоедовища:

$$C/\varepsilon = G/\sigma. \quad (3.43)$$

На підставі цього відомі методи розрахунку ємності можна використовувати для розрахунку провідності і для оцінки коефіцієнта перетворення M_C . Однак слід зазначити, що існуюча теорія розглядає 2D поля (з нелінійними силовими лініями) на комплексній площині й застосовується для розрахунку погонних параметрів (у припущенні, що по третій координаті поле однорідне, з лінійними силовими лініями). Такий підхід можливий тільки в ідеалізованому варіанті, коли довжина гребінчастих електродів спрямовується в нескінченність. Але співвідношення ширини до довжини електродної системи реальних конструкцій ДКД становить один до півтора (типові розміри 2×3 мм).

Таким чином, невелика кінцева довжина і помітна кінцева товщина електродів 1 і 2 (рис.3.28) ДКД задають вихідні дані для розрахунку коефіцієнта перет-

ворення в 3D розмірності. У той же час конформні перетворення здійснюються на комплексній площині (2D розмірність) і використовуються для обчислення функції перетворення як погонної характеристики з розрахунку на одиницю довжини.

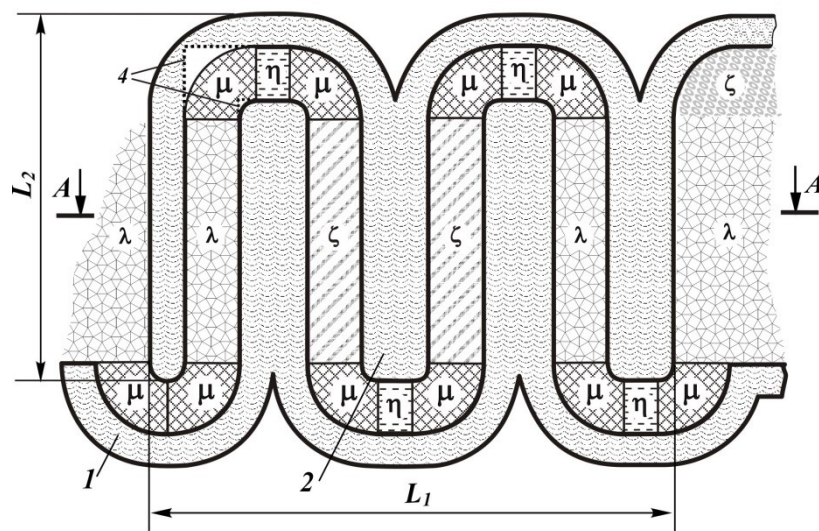


Рис. 3.28. Топологічна модель кусково-однорідних зон розподілу силових ліній електричного поля в ДКД гребінчастої структури при числі високопотенціальних електродів – 3, і низькопотенціальних електродів – 2

Звідси основним завданням цього етапу є можливість використання розрахунку 2D полів в електродних системах з 3D розмірністю. Вирішення цього завдання пов'язане з необхідністю створення топологічної моделі оцінки коефіцієнта M_C .

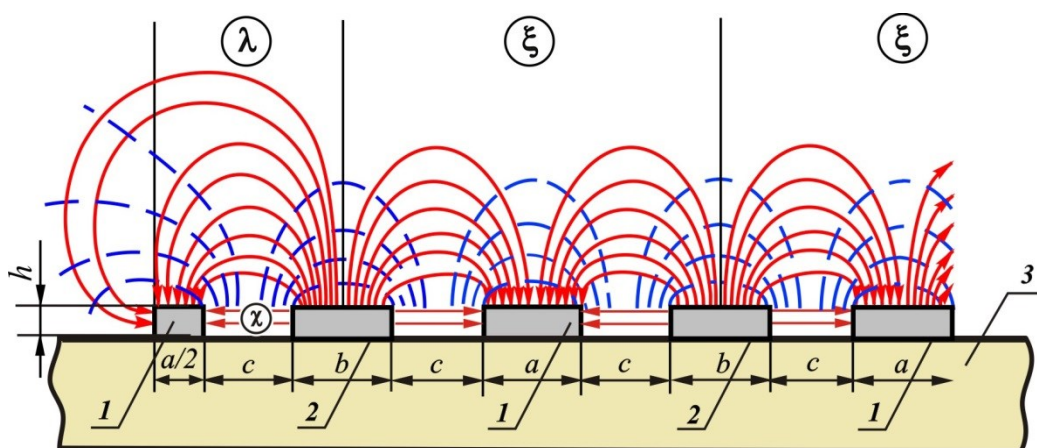


Рис. 3.29. Перетин електродної системи (вид А-А, рис. 3.28)

Для побудови моделі напівпростір над електродною системою ДКД розбивається на кілька зон. У початковому варіанті моделі [146] зон було три, а кути електродної системи були прямими. На рис. 3.28 зони представлені відповідно як, a і b – ширина першого і другого електродів, c – зазор між ними, L_1 і L_2 ширина електродної системи і довжина електрода. Умовний розподіл силових ліній поля у верхній півплощині однорідного середовища для перерахованих зон наведено на рис.3.29. В основу топологічної моделі покладена умова безперервності силових ліній поля. Однак прямі кути області μ створюють проблеми в обчисленнях. Точки в прямих кутах електродної системи є особливими точками. Для оцінки параметрів поля необхідно використовувати теорему «вычетов (рос.)» [155]. Рішення цих задач знаходяться за рамками конформних перетворень. Тому ми запропонували змінити форму електродної системи в зоні μ . Прямі кути електродів були замінені на дуги вписаних кіл. Крім того, в наступному варіанті топологічної моделі [147] запропоновано ввести ще одну зону χ для обліку кінцевої товщини електродів. Зазвичай для найбільш поширених конструкцій біосенсорних ДКД, виконаних за технологією напилення, міжелектродний зазор в гребінках знаходиться в межах 10-100 мкм. Тоді товщиною електродів для $h = 1-2$ мкм можна знехтувати. Навпаки, при товстоплівкових технологіях, наприклад травленні фольгового текстоліту, товщина електродів h становить 35 мкм. Тому цю складову в розрахунках коефіцієнта перетворення враховувати обов'язково.

Умова безперервності силових ліній струму системи гребінчастих електродів породжує вимогу відсутності нашарування силових ліній поля на стиках зон ξ і μ , ξ і η , μ і η , і т.д. Практично у всій площині, зображеній на рис.3. 28, ця вимога дотримується. І тільки на стику двох зон ξ і η , як видно з рис. 3.30, ця однозначність порушується. Силкові лінії струму в цих зонах $j_{v\eta}$ та $j_{v\xi}$ будуть конфліктувати, тобто накладатися одна на іншу в області v , що мало місце в моделях [72]. Для виключення цього явища необхідно, щоб радіус кола в кутах електродної системи дорівнював половині ширини електрода. При таких умовах, очевидно, зони η і v вироджуються. У свою чергу це виключить ефект нашарування, а також спро-

стити обчислення коефіцієнта перетворення. Рівність діаметра кола ширині електрода, як одина з характерних ознак, захищена патентом [156].

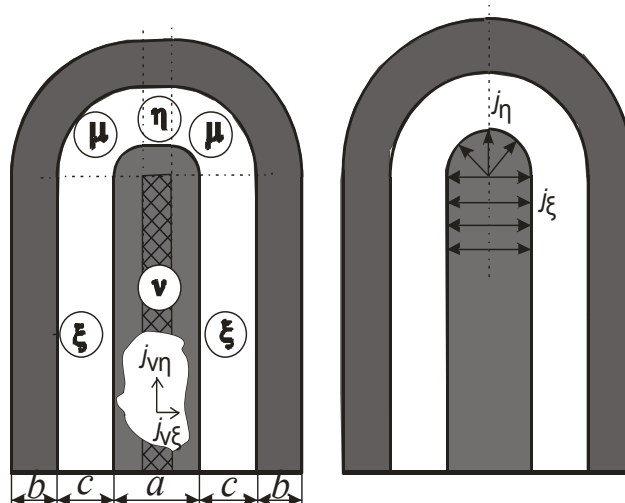


Рис. 3.30. Виключення ефекта накладення силових ліній поля

У результаті для ДКД, виконаних за товстоплівковою технологією, електричне поле буде визначатися чотирма складовими G_λ , G_ξ , G_μ і G_χ (рис. 3.28, 3.29). Тому повний вираз (3.42) для коефіцієнта перетворення ДКД з урахуванням прийнятої топологічної моделі набуде такого вигляду:

$$M_C = \frac{G_\xi + G_\lambda + G_\mu + G_\chi}{\sigma}. \quad (3.44)$$

Для отримання аналітичних виразів за кожною складовою у рівнянні (3.44) використовувалися результати досліджень, проведені в [154, 157-159]. Послідовні математичні викладення і аналіз вкладу кожної зони в коефіцієнт перетворення ДКД (3.44) були детально розглянуті в [146, 147]. Наприклад, для основної складової, котра враховує внесок силових ліній поля, обмеженого періодично повторюваними ламелями електродної системи, складова коефіцієнта перетворення має вигляд

$$\frac{G_{\xi}}{\sigma} = \frac{2K(k_1)}{K(k_1')} (N-1)L_2, \quad (3.45)$$

де: K – це повний еліптичний інтеграл першого роду; k_1 та k_1' – модулі еліптичних інтегралів; N - кількість потенціальних електродів; L_2 - довжина електродної системи.

Інші складові рівняння (3.44) визначаються за допомогою аналогічних виразів через відношення еліптичних інтегралів з відповідними модулями. Числові оцінки складових топологічної моделі та експериментальні дослідження, проведені в [146, 147, 160], дають змогу зробити такі основні висновки.

1. Застосування топологічної моделі для розрахунку коефіцієнта перетворення об'ємного адмітанса ДКД дозволило вирішити задачу тримірного (3D) розподілу поля верхньої півплощини за допомогою двовимірних (2D) методів теорії функцій комплексної змінної.

2. Для біосенсорних ДКД з типовими розмірами 2×3 мм внесок крайових ефектів не перевищує 10-15%, а внесок торців у загальну функцію перетворення може перевищувати 30%.

3. Для товстоплівкової технології при товщині фольги 18 мкм, однакої ширині електрода і зазору, що дорівнює 50 мкм (100 мкм), похибка розрахунку може досягати 40% (25%). При тих же умовах і товщині фольги 35 мкм ця похибка може досягати 60% (40%). При товщині електродів ДКД більше 5 мкм облік товщини при однакої ширині електрода і зазору обов'язковий практично для всіх зазорів.

4. При зазорі, рівному ширині електродів, лінійне збільшення зазору від 100 до 300 мкм викликає практично лінійне зростання константи кондуктометричного давача від 0,5 до 1,5 мкм⁻¹ і відповідно лінійний спад коефіцієнта перетворення від 2 до 0,7 мкм⁻¹.

Запропоновані моделі і методи обчислення функції перетворення ДКД разом із стабілізацією товщини мембрани дозволяють оптимізувати геометрію електродної системи, стабілізувати чутливість перетворення, що важливо, наприклад,

при побудові імпедансних вимірювальних систем для багатоканальних біосенсорних аналізаторів [161, 162].

3.4 Висновки до розділу 3

1. В області кріогенних температур (13-24 К) через значне зниження питомої провідності платини виникають частотні похибки термометрів, обумовлені поверхневим ефектом в проводі чутливого елемента (особливо при великому діаметрі дроту). Величина похибки на частоті 75 Гц перевищує 0,1 мК. Для випадків, коли похибка вимірювання повинна бути менше ніж 0,1 мК, вплив поверхневого ефекту слід враховувати навіть на частоті 25 Гц.

2. При вимірюванні високої температури за допомогою приладів постійного і змінного струму можливі відмінності в результатах на рівні десятих часток мК навіть при порівняно низьких частотах (75 Гц). Тому фактор шунтування слід враховувати при наступному можливому коригуванні МТШ 90. Теоретичний аналіз моделі вказує на необхідність експериментального дослідження розглянутої частотної похибки СПТО і введення індивідуальної поправки до результату вимірювання за аналогією введення поправки на ненульову потужність розсіювання.

3. Запропонована модель чотириелектродного кондуктометричного давача дає змогу розрахувати функцію перетворення для типової конструкції, геометрія якої може змінюватись у широких межах. При цьому вирішуються завдання двох типів. Маючи на меті отримання мінімальної заданої похибки чотириелектродного кондуктометричного давача, визначають вимоги до геометрії його електродної системи. Якщо в силу тих чи інших причин (зниження вимог до метрологічних характеристик мостів, швидкість заливки, технологічність або дешевизна виконання) геометричні розміри давача задані, а величина похибки - істотна, то за допомогою запропонованих моделей можна визначити розмір поправки до константи давача. Це дозволить зменшити величину систематичної похибки обчислення константи давача.

4. Використання методів лінійної інтерполяції і еквівалентних трикутників для корекції неідеального профілю внутрішньої поверхні центральної трубки дало змогу істотно від 2 до 12 разів зменшити як систематичну, так і випадкову складову похибки обчислення константи давача.

5. В силу малої відстані між електродами модулі електрохімічного і об'ємного імпедансу для диференціальних ДКД є величинами одного порядку. Для буферних розчинів, які застосовуються в біосенсориці, зміна властивостей, притаманних послідовній чи паралельній схемі заміщення відбувається в діапазоні робочих частот, більших за 100 кГц при відношенні ємності подвійного шару до об'ємної ємності $C_D/C_B > 10^4$. Ця зміна відбувається при малих значеннях тангенса фазового кута. Тому для буферних розчинів, використовуваних в біосенсорних вимірах на частотах до 100 кГц, фазовим зсувом, обумовленим струмом зміщення, можна знехтувати. Теоретично доведено і експериментально підтверджено, що двоелементна схема заміщення ДКД, в реальних умовах використання в біосенсорних системах, може ідентифікуватися як послідовна ємнісна.

6. У прямих кутах гребінчастої електродної системи ДКД, по-перше: порушується розрахунковість моделі, а по-друге: через підвищення щільності силових ліній струму відбувається перегрівання досліджуваного розчину. Округлення прямих кутів електродної системи дає можливість в 8-10 разів зменшити похибку визначення функції перетворення системи планарних електродів гребінчастої структури з заданими геометричними розмірами. Встановлено, що для біосенсорів з типовими розмірами 2×3 мм внесок крайових ефектів не перевищує 10-15%, а внесок торців у загальну функцію перетворення може перевищувати 30%. При однаковій ширині електродів і зазору, розміри якого менше 100 мкм, впливом крайових ефектів можна знехтувати з похибкою меншою 2%.

7. Спираючись на ту чи іншу технологію нанесення електродів, можна отримати розрахункове значення функції перетворення ДКД і оцінити метрологічні характеристики, зокрема, методичну похибку, яка обумовлена товщиною гребінчастих електродів. Для технологій, що забезпечують тонкі плівки в частки мкм (фотолітографія), цим фактором можна знехтувати. Але для дешевих

варіантів ДКД, що використовують, наприклад, технологію травлення фольгового склотекстоліту, буде виникати досить суттєва помилка в розрахунках. При товщині електродів ДКД більше 5 мкм урахування товщини при однаковій ширині електрода і зазору обов'язковий практично для всіх зазорів.

8. Застосування топологічної моделі для розрахунку функції перетворення об'ємного адмітанса ДКД дозволило вирішити задачу тривимірного (3D) розподілу поля верхній півплощині за допомогою двовірних (2D) методів теорії функцій комплексної змінної.

Перелік джерел із загального списку використаних джерел, на які є посилання у розділі 3: [61], [116], [119] – [162].

РОЗДІЛ 4

РОЗРОБКА І ДОСЛІДЖЕННЯ ВИМІРЮВАЛЬНИХ КІЛ, ІНВАРІАНТНИХ ДО НЕІНФОРМАТИВНИХ ПАРАМЕТРІВ МОДЕЛЕЙ ІМПЕДАНСНИХ ТК ДАВАЧІВ

4.1 Загальні принципи побудови прецизійних ТК вимірювальних кіл

4.1.1 Двоканальні методи перетворення: компенсаційно-мостові та логометричні

Класифікація методів прямих вимірювань, що розглянута в [2, 163], спирається на два критерії: часовий (алгоритмічний) і просторовий (структурний). Відповідно до них виділені два основні методи вимірювання: метод зіставлення і метод зрівноваження. Метод зіставлення здійснюється «за один прийом, паралельно, теоретично миттєво, при одночасному використанні всіх застосовуваних у даному випадку засобів вимірювання». Структурна схема приладів зіставлення представляє собою послідовний ланцюжок вимірювальних перетворювачів. Отже, такі прилади мають одноканальну структуру. Кожен елемент структурної схеми несе рівноцінний внесок у загальну похибку приладу.

Метод зрівноважування здійснюється послідовно в часі, результат виходить з деякою затримкою. Перетворення за методом зрівноваження в просторі полягає в порівнянні двох сигналів шляхом приведення до нуля різницевого сигналу на виході пристрою порівняння (ПП). Тому структурна схема приладів зрівноваження має два канали перетворення фізичних величин x і x_0 [2]. Основні типи структурних схем приладів зрівноваження наведені в таблиці 4.1. Пристрій УС виконує функції пристрою віднімання, $x_c = x - x_0$. Для досягнення рівноваги служить зовнішній зворотний зв'язок. Керуючий вплив формується системою обробки (СО). Метод зрівноважування використовують, як правило, для вимірювання пасивних величин параметрів імпедансу і пов'язаних з ними неелектричних величин (температури, концентрації речовини та ін.). Метрологічні властивості визнача-

ються тільки похибкою регулюючого елемента (багатозначної міри, магазину або масштабного перетворювача), стабільністю взірцевої міри і чутливістю пристрою порівняння.

Подальша градація просторового (структурного) критерію класифікації приладів спирається на чотири типи вимірювальних операцій: відтворення, порівняння, вимірювальне і масштабне перетворення. Такий підхід дає змогу виділити до двох десятків методів вимірювань [2]. Але, застосовуючи тільки такий набір ознак, ми випускаємо з уваги одну з найважливіших властивостей зрівноважених методів. Добре відомо, що зрівноважені мостові методи перетворення повністю інваріантні до параметрів генератора живлення (амплітуди і частоти). Цей висновок можна зробити, спираючись на загальну теорію інваріантності у вимірювальній техніці [6]. З неї випливає, що для виключення впливаючої величини на результат перетворення необхідно і достатньо в структурі перетворювача мати два канали, по яких передається корисний сигнал і сигнал величини, що впливає. З іншого боку, добре відомий логометричний метод, який полягає в порівнянні двох сигналів шляхом їх перетворення у відношення. Тому структурна схема вимірювального кола побудованого за логометричним методом також має два канали [164]. Але пристрій порівняння ПП виконує функції пристрою ділення, $x_c = x / x_0$, таблиця 4.1. Зворотний зв'язок відсутній. Логометричний метод зазвичай застосовується для вимірювання двох активних фізичних величин, струмів або напруг. Вперше метод використовував Антоніо Беккерель (дідусь відкривача радіоактивності), який в один час з Омом досліджував вплив опору провідника на силу струму в ланцюзі [11]. Він вперше використав диференціальний гальванометр, забезпечив незалежність результатів вимірювання від дрейфів гальванічної батареї, але опублікував свої результати роком пізніше після публікації Ома. Далі більш швидкими темпами розвивалися зрівноважені методи вимірювання на основі мостових кіл. Їх історія розвитку найбільш повно представлена в [11, 14] і коротко розглянута в розділі 1.

Розглянемо спільні та відмінні ознаки розглянутих типів приладів. До загальних структурних ознак приладів логометричного і мостового типу слід віднести наявність двох каналів перетворення та одного джерела живлення. Відмінними структурними ознаками приладів логометричного і мостового типу є:

- різні функції перетворення пристрою порівняння ПП, для мостових приладів це функція віднімання, а для логометричних – це функція ділення.
- у мостах є зовнішня зворотний зв'язок за управлінням, а в логометрах – немає;
- мостові кола застосовують тільки для вимірювання пасивних величин, а логометричні можуть використовуватися для вимірювання активних величин.

На сучасному етапі важливим завданням виявилася автоматизація процесу зрівноваження. Через складність, зростання габаритів установки і її вартості автоматизація процесу зрівноваження в чотириплечих мостах практичного застосування не набула. Для автоматичного зрівноваження зручно використовувати масштабні перетворювачі (керовані кодом ділянки напруги або струму). Згодом такі схеми були названі компенсаційно-мостовими вимірювальними колами (КМВК) [165, 166].

Спільними структурними ознаками чотириплечих мостів і КМВК є такі ознаки:

- у структурі завжди можна виділити дві гілки;
- процес перетворення заснований на зрівноважуванні (компенсації) двох активних величин струмів або напруг, створюваних одним загальним джерелом живлення;
- для зрівноваження використовується зовнішній зворотний зв'язок по управлінню.

Відмінними ознаками чотириплечих мостів і КМВК є наступні ознаки:

- у КМВК для зрівноваження різноманітних фізичних величин у гілках можуть бути включені вимірювальні (ВП) і \ або масштабні перетворювачі (МП), в тому числі й з регульованим коефіцієнтом перетворення, в чотириплечих мостах для зрівноваження застосовують багатозначні міри;

- у КМВК в явному вигляді не можна виділити чотири плеча, а в мостах це є визначальною ознакою.

На основі розглянутих ознак можна розвинути існуючу [2] класифікацію засобів вимірювання. Використання додаткової структурної ознаки, такої як наявність двох каналів, дозволяє мостові і логометричні методи об'єднати в один тип прецизійних приладів – тип двоканальних приладів, інваріантних до параметрів джерела живлення. Тим самим це дозволить використовувати такі методи для розробки оптимальних приладів у показниках точність/складність/вартість. Така класифікація представлена в таблиці 4.1.

4.1.2 Логометричні перетворення в прецизійних ТК вимірювальних колах

Логометричні методи перетворення отримали широкий розвиток при створенні АЦП. Найбільш широко відомі два типи логометричних АЦП. Це АЦП на основі подвійного інтегрування і АЦП з використанням дельта / сигма модулятора (Δ/Σ АЦП) [167]. На рис. 4.1 представлена функціональна схема АЦП подвійного інтегрування.

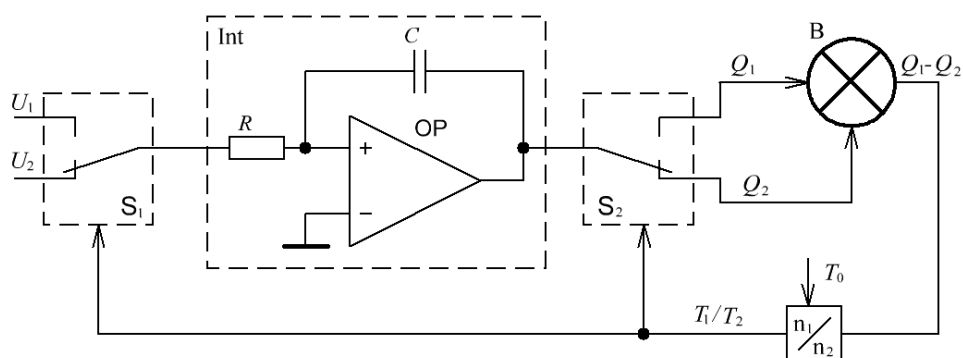


Рис. 4.1. Схема логометричного перетворювача подвійного інтегрування

Схема містить інтегратор (операційний підсилювач ОП, резистор R і конденсатор C), два перемикача S_1 і S_2 , пристрій порівняння B , формувач інтервалів

часу n_1/n_2 . Алгоритм роботи заснований на двох тактах. У першому такті ключі S_1 і S_2 знаходяться у верхньому положенні, а інтегратор заряджається вхідною (невідомою) напругою U_1 . Час заряду T_1 визначається цілим числом періодів n_1 генератора тактових імпульсів тривалістю T_0 . У другому такті ключі S_1 і S_2 перекидаються в нижнє положення, а інтегратор розряджається напругою U_2 , яку часто називають опорною. Час розряду T_2 визначається цілим числом періодів n_2 генератора тактових імпульсів і, як правило, знаходиться в діапазоні $(0 - 2T_1)$. На входах пристрою В порівнюються дві напруги на виході інтегратора, величина яких визначається зарядом Q на одиницю ємності C ($U_i = Q_i/C$). Оскільки ємність інтегратора в обидвох тактах не міняється, то порівнюючи напруги, ми порівнюємо заряди. Кількість заряду, який накопичується в кожному такті, описується наступним рівнянням:

$$Q_i = \int_0^{T_i} i_{Ci} dt = i_{Ci} T_i = \frac{U_i}{R} T_i. \quad (4.1)$$

З умови рівноваги зарядів $Q_1 = Q_2$ і рівняння (4.1) випливає:

$$\frac{U_1 T_1}{R} = \frac{U_2 T_2}{R} \quad (4.2)$$

або

$$\frac{U_1}{U_2} = \frac{T_2}{T_1} = \frac{n_2 T_0}{n_1 T_0} = N, \quad (4.3)$$

де N – цифровий код, результат перетворення.

АЦП подвійного інтегрування має зворотний зв'язок, у структуру якого входять перемикачі S_1 , S_2 і формувач інтервалів часу n_1/n_2 . Величина постійної часу інтегратора вибирається кратною цілому числу періодів мережевої перешкоди. Для точних і чутливих приладів постійна часу знаходиться в межах $(20 \text{ мс} - 1 \text{ с})$, отже, значення ємності велике $(0.1 - 3 \text{ мкФ})$. Конденсатор інтегратора заряджається-

ся до повної напруги (використовується весь динамічний діапазон ОР). Тому похибка лінійності перетворення в таких АЦП обмежена коефіцієнтом абсорбції конденсатора C . Найкращі характеристики мають поліпропіленові конденсатори. Але і вони забезпечують нелінійність перетворення не краще (0,02-0,03)%. Ще й тому АЦП подвійного інтегрування мають, як правило, динамічний діапазон перетворення в 12 біт (ICL71XX, K572ПВ2, ПВ5). Іноді він досягає рівня 18 біт, наприклад, MAX132. Але розширення динамічного діапазону (≈ 3 -4 біт) в останньому досягається завдяки наявності двох постійних часу інтегратора. Через втрату чутливості при розміні двох постійних часу виникає нелінійність на рівні (0,0015-0,006)%. Що в підсумку відповідає лінійності перетворення АЦП на рівні 15 біт. У результаті того, що процеси заряду і розряду здійснюються послідовно в часі, час повного перетворення в чотири рази більший, ніж час інтегрування, який власне визначає шумову смугу АЦП.

Іншим відомим типом логометричного перетворювача є АЦП з Δ/Σ модулятором. Його функціональна схема показана на рис. 4.2.

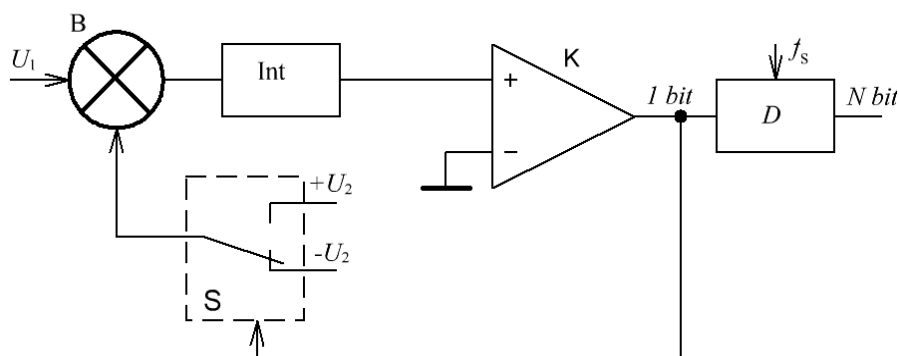


Рис. 4.2. Схема логометричного перетворювача з Δ/Σ модулятором

Схеми на рис. 4.1 і 4.2 є близькими за складом. Δ/Σ АЦП містить інтегратор Int, компаратор К у прямому зв'язку, а також ключ S у зворотному зв'язку. Напруга U_1 надходить на один з входів пристрою порівняння В. На інший вхід В надходить або $+U_2$, або $-U_2$. Різницевий сигнал надходить послідовно на вхід інтегратора Int і компаратора К. Незважаючи на близький склад з АЦП подвійного інтег-

рування, функції, що виконують окремі елементи, істотно відрізняються. Так, компаратор K є однобітний АЦП, а ключ S з джерелом напруги U_2 відповідно однобітний ЦАП. Перетворення відбувається на високій частоті. Причому елементом, що задає струм інтегратора, є не опір а імпеданс конденсатора, який перемикається з частотою 48 (96) кГц [168]. Далі потік однобітної інформації надходить на дециматор D (f_s), в якому частота перетворення знижується, потік однобітної інформації перетворюється в паралельний цифровий код N .

Завдяки тому, що на вхід інтегратора надходить різницева напруга, на його виході буде так само мала напруга. Постійна часу інтегратора i , отже, його ємність можуть мати мінімальне значення ($C = 20\text{-}30$ пФ). До коефіцієнта абсорбції конденсатора вимоги не висуваються. В результаті нелінійність Δ/Σ АЦП на два порядки краща, ніж у АЦП подвійного інтегрування і становить (2-15) ppm. Як правило, конденсатор інтегратора виготовляється по on-chip технології, що дає змогу істотно зменшити площу монтажу. Перенесення частоти перетворення в область високих частот дозволило оптимізувати співвідношення сигнал\завада. Це в сукупності з вбудованим цифровим фільтром дає можливість реалізувати динамічний діапазон перетворення в 16-24 біт при однаковому з АЦП подвійного інтегрування часі перетворення.

З рис. 4.1 і 4.2 так само витікає, що при реалізації пристрою порівняння в логометричних АЦП обох типів застосовуються схеми зі зворотним зв'язком по управлінню, засновані на зрівноважуванні заряду. Цей висновок, поряд із зазначеною раніше наявністю двох каналів, дозволяє логометричні й мостові методи об'єднати в один метод зрівноваження різних фізичних величин. У мостових методах - це струми або напруги, а в логометричних – це електричний заряд.

Обидва типи логометричних АЦП (подвійного інтегрування і Δ/Σ) в більшості випадків є АЦП постійного струму. Реалізацію режиму вимірювання на змінному струмі із застосуванням вольтметра або АЦП постійного струму представимо у вигляді структури модулятор/демодулятор (МДМ перетворення), рис. 4.3, де вимірювальне коло (міра Z_0 об'єкт вимірювання Z_X) підключається до ви-

ходів модулятора (М) і входів демодулятора (ДМ). Вхід модулятора підключається до джерела напруги постійного струму (U_0).

На виході демодулятора діє напруга постійного струму. Відповідно, він може підключатися до вимірювача постійного струму (V). МДМ структури широко використовувалися при розробці операційних систем. У 70 – 80-х роках минулого століття це був основний спосіб реалізації прецизійних операційних підсилювачів з мінімальною напругою зміщення.

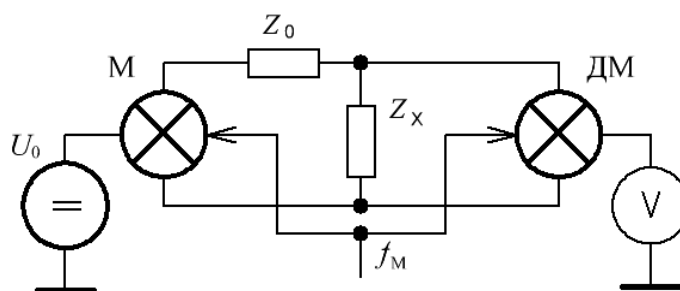


Рис. 4.3. Схема принципу роботи МДМ перетворення чотиризначного об'єкту

Способів реалізації МДМ перетворення існує велика кількість. Відзначимо, що вперше в трансформаторних мостах МДМ структура, як комплекс у вигляді генератор\синхронно-фазовий фільтр, була опублікована в [169]. На даний час в МДМ перетворенні, як правило, модулятор і демодулятор керуються одним сигналом і мають однакову схему реалізації, яка залежить від необхідної форми сигналу, що живить об'єкт вимірювання.

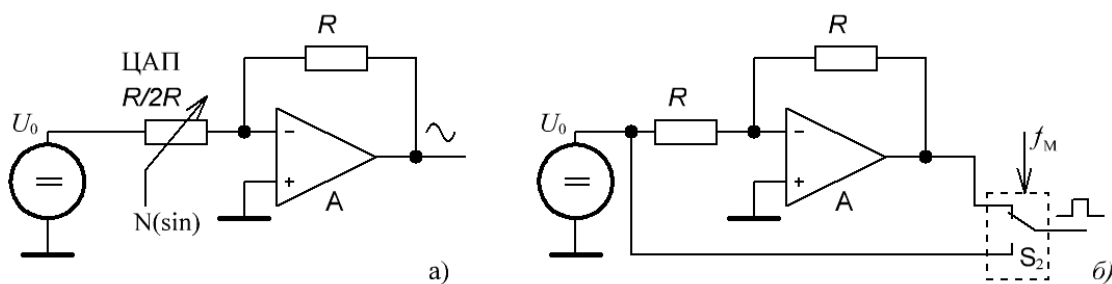


Рис.4.4. Функціональні схеми М та ДМ перетворювачів а) для гармонічних сигналів і б) сигналів типу меандр

Модулятор, який є генератором напруги гармонічної форми, наведено на рис.4.4 а). Його основу складає помножувальний ЦАП (наприклад, на основі матриці $R/2R$), на цифровий вхід якого подається код синусоїдального сигналу [170]. Модулятор, який є генератором напруги за формою меандр, наведено на рис.4.4 б). Його основу складає аналоговий інвертор на операційному підсилювачі А і ключ S_2 , який керується цифровим сигналом f_M . Як правило, обидва типи логотричних АЦП (подвійного інтегрування і Δ/Σ) мають диференціальні входи для вимірюваної напруги $U_X = U_1$ і опорної напруги $U_{REF} = U_2$. Цю особливість конструкції можна використовувати для спрощення реалізації МДМ перетворення. На рис.4.5 показана схема вимірювального кола змінного струму для термокондуктометричних датчиків. У ній перетворення напруги постійного струму в напругу змінного струму, і навпаки, здійснюється без застосування активних елементів (операційних підсилювачів та ін.), що призводить до спрощення пристрою і зниження споживання енергії [171].

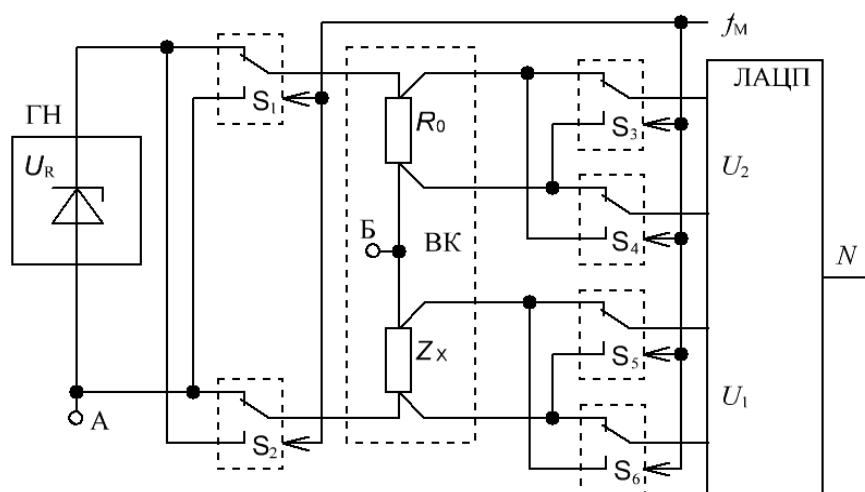


Рис. 4.5. Логотричний вимірювач імпедансу змінного струму

На схемі пара ключів S_1 і S_2 виконує функцію модулятора, а дві інших пари ключів S_3, S_4 і S_5, S_6 – функцію демодулятора відповідно опорної і вимірювальної напруги. Вимірювальне коло (БК) являє собою послідовно включені взірцеву міру R_0 і об'єкт вимірювання Z_X . Щоб не обтяжувати рисунок, опори підвідних

проводів не наведено. Як правило, один з виводів джерела постійної напруги (точка А) підключають до загального проводу. Але для зниження рівня синфазного сигналу на входах АЦП легко перейти до режиму, в якому модулятор використовується як генератор напруги з парафазним виходом. у цьому випадку до загального проводу можна підключити точку Б, рис. 4.5.

Два канали із диференціальними входами дають змогу забезпечити інваріантність перетворення до таких факторів, як параметри живлячого генератора (амплітуда напруги або струму, частота) і опір підвідних проводів. На рис. 4.6 представлена функціональна схема пристрою для вимірювання температури. Вона призначена для вимірювання приросту опору температурних датчиків і легко перебудовується під заданий діапазон вимірювання. Може використовуватись для вимірювання температури із високою чутливістю у вузькому діапазоні або для вимірювання температури в шкалі Цельсія.

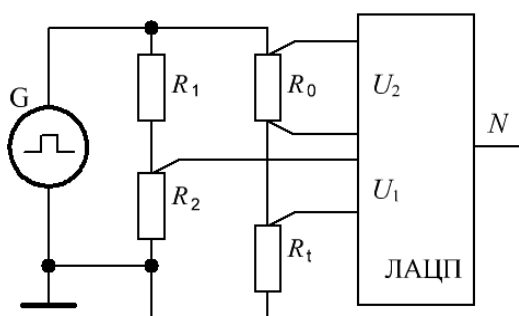


Рис.4.6. Схема логометричного перетворювача для вимірювання температури

Схема являє собою комбінацію чотириплечого моста і логометричного АЦП. Уявімо, що опір R_t складається з двох складових $R_t = R_{t0} + \Delta R_t$, де R_{t0} - опір ТПС при $t = 0$ °С. Тоді вирази для входних напруг АЦП матимуть вигляд

$$U_1 = U_0 \left(\frac{R_{t0}}{R_0 + R_{t0} + \Delta R_t} + \frac{\Delta R_t}{R_0 + R_{t0} + \Delta R_t} - \frac{R_2}{R_1 + R_2} \right); \quad (4.4)$$

$$U_2 = \frac{U_0 R_0}{R_0 + R_{t0} + \Delta R_t} = I_t R_0. \quad (4.5)$$

Мостове коло балансують за нульової температури, коли $\Delta R_t = 0$. Умова рівноваги:

$$\frac{R_{t0}}{R_0 + R_{t0} + \Delta R_t} = \frac{R_2}{R_1 + R_2} \quad (4.6)$$

Підставляючи три останніх рівняння в (4.3), отримаємо

$$N = \frac{U_1}{U_2} = \frac{\Delta R_t}{R_0} \quad (4.7)$$

Звідки випливає, що схема на рис.4.6 має лінійну функцію перетворення щодо приросту опору ΔR_t . Лінійність забезпечується завдяки тому, що опорна напруга U_2 пропорційна струму через об'єкт вимірювання. Схема на рис. 4.6 проста і ефективна, але має кілька недоліків.

По-перше, значна кількість мір опору із своїми кінцевими температурними коефіцієнтами. По-друге, відсутнє чотиризітискне підключення об'єкта вимірювання. В результат перетворення входить опір підвідних проводів низькопотенціальної частини ТПС. У підсумку ці недоліки призводять до суттєвих температурних дрейфів результату вимірювання.

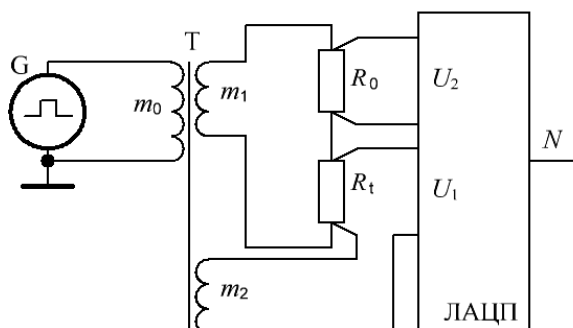


Рис. 4.7. Схема логометричного перетворювача для вимірювання температури з покращеною стабільністю

Зазначених недоліків позбавлена схема, що зображена на рис. 4.7. У цій схемі замість дільника на резисторах R_1 та R_2 використовується трансформаторний міст з тісним індуктивним зв'язком між обмотками m_1 і m_2 . Умова рівноваги має вигляд

$$\frac{R_{t0}}{R_0 + R_{t0} + \Delta R_t} = \frac{m_2}{m_1} \quad (4.8)$$

Стабільність результатів вимірювання для цієї схеми на порядок вище, ніж у попередньої схеми, рис. 4.6. Таку схему можна використовувати для побудови термометричних приладів у калориметрії, де потрібно у вузькому діапазоні вимірювання мати гранично високу стабільність і мінімальне значення одиниці молодшого розряду. У таких схемах переважну роль відіграють не електричні перешкоди, чий спектр, як правило, лежить вище 0,1 Гц і добре пригнічується фільтрами аналоговими або цифровими. На перший план виходять перешкоди, обумовлені нерівномірністю теплового поля в чутливих елементах міри і об'єкта вимірювання. Наприклад, у вузькому діапазоні вимірювання збільшення потужності розсіювання на взірцевій мірі опору в два рази може змістити результат вимірювання на 3,5-4,0 тисячі одиниць молодшого розряду. Коливання температури навколишнього середовища, внутрішніх або зовнішніх термостатів викликають відхилення від середнього в результатах вимірювання. Спектр такого роду перешкод розташовується нижче 0,1 Гц. І для ефективного їх подавлення необхідно використовувати вузькополосу цифрову фільтрацію.

Відзначимо, що кращі Δ/Σ АЦП мають нелінійність перетворення 2-8 ppm. Тому схема на рис. 4.7 дає змогу реалізувати ТК прилади у вузькому до 10 К діапазоні лінійність і стабільність вимірювань температури на рівні 0,1-0,03 мК. Якщо необхідні більш високі метрологічні характеристики, то необхідно переходити до розгляду зрівноважених КМВК на основі індуктивних дільників з тісним магнітним зв'язком.

4.1.3 Фрактальний алгоритм аналізу з використанням фігури подібності у вигляді чотириполюсника для забезпечення лінійності КМВК

Фрактальний аналіз все більш часто використовується для дослідження структур масштабно-інваріантних мереж, що мають властивості самоподібності [172]. При дослідженні структурних схем КМВК він дає можливість використовувати властивості самоподібних фігур (чотириполюсників) при зміні масштабу структури КМВК з метою отримання функції перетворення, інваріантної до неінформативних параметрів об'єкта вимірювання. Алгоритм аналізу в якості переходу за масштабом містить чотири стадії. На кожній із стадій для побудови електричної моделі ми використовуємо як фігуру подібності чотириполюсник. На першій стадії розглядаємо модель КМВК в цілому як чотириполюсник. На другій стадії розглядаємо структуру КМВК як комбінацію двох гілок. На третій стадії розглядаємо структуру гілок. І на четвертій стадії ми розглядаємо модель об'єкта вимірювання та міри порівняння як «Н»-подібний чотириполюсник. На всіх стадіях чотириполюсники, що розглядаються, є чотириполюсниками певного типу відповідно до критеріїв в [173]. По-перше, чотири полюси виділені в два входні і два вихідні полюса. По-друге, входні і вихідні струми в кожній парі полюсів рівні ($I_1 = I_1^*$ і $I_2 = I_2^*$, рис.4.8), тобто чотириполюсник регулярний [173].

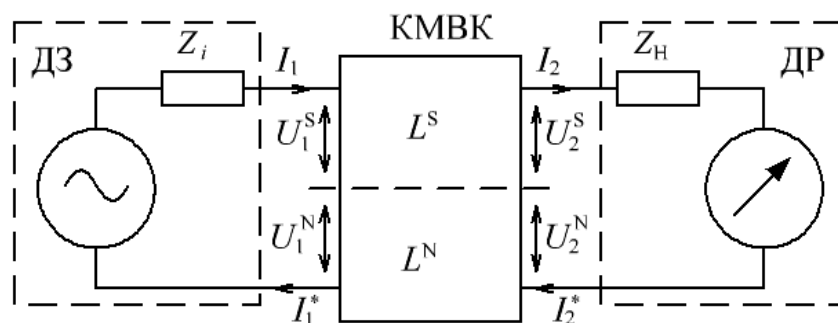


Рис. 4.8. Модель КМВК у вигляді чотириполюсного об'єкта

На першій стадії представимо КМВК у вигляді чотириполюсника (рис.4.8), до входу якого підключено джерело збудження ДЗ з внутрішнім опором Z_i , а до

виходу підключено детектор рівноваги ДР з вхідним опором Z_H . На відміну від [80] ми розглядаємо чотириполіусники зі структурою, симетричною відносно горизонтальної лінії. Відомо [173], що у зрівноваженому чотириполіуснику повинні виконуватися наступні умови: $U_1^S = U_1^N$ і $U_2^S = U_2^N$. Для зрівноваженого КМВК необхідним є тільки остання умова. Тому, строго кажучи, КМВК у термінології класичних чотириполіусників є «напівзрівноваженим» чотириполіусником. Але, якщо в [80] гілки L^S та L^N мали різну структуру, бо використовувались для синтезу вимірювальних кіл із "Т"-подібною схемою заміщення об'єктів, то в моделі на рис.4.8 гілки побудовані за однаковою структурою. Математичною моделлю КМВК, як чотириполіусника, в загальному вигляді є матричне рівняння:

$$\begin{bmatrix} P_1 \\ P_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} L_{11} & L_{12} \\ L_{21} & L_{22} \end{bmatrix} \times \begin{bmatrix} Q_1 \\ Q_2 \end{bmatrix}. \quad (4.9)$$

У теорії чотириполіусників відомі шість форм запису цього рівняння [174, 175], які представлені в таблиці 4.2.

Таблиця 4.2

Параметри холостого ходу та короткого замикання в рівняннях перетворення зрівноважених вимірювальних кіл

Параметри матриці $ \mathbf{P} $	U_1, U_2	I_1, I_2	U_1, I_2	I_1, U_2	U_1, I_1	U_2, I_2
Параметри матриці $ \mathbf{Q} $	I_1, I_2	U_1, U_2	I_1, U_2	U_1, I_2	U_2, I_2	U_1, I_1
Параметри матриці $ \mathbf{L} $	$ \mathbf{Z} $	$ \mathbf{Y} $	$ \mathbf{H} $	$ \mathbf{G} $	$ \mathbf{A} $	$ \mathbf{B} $
Параметри складної матриці	$ \mathbf{Z} =\Sigma \mathbf{Z}_i $	$ \mathbf{Y} =\Sigma \mathbf{Y}_i $	$ \mathbf{H} =\Sigma \mathbf{H}_i $	$ \mathbf{G} =\Sigma \mathbf{G}_i $	$ \mathbf{A} =\Pi \mathbf{A}_i $	

Перші п'ять форм мають відомий функціональний зв'язок між параметрами складної матриці, а перші чотири форми (при парному числі і), крім того, відображають симетрію структурних елементів КМВК – L^S і L^N відносно горизонтальної лінії, рис. 4.8.

На другій стадії представимо КМБК у вигляді двох гілок, кожна з яких так само є чотириполіусником. В одній з гілок укладений об'єкт вимірювання, позначимо її параметри - L^{NC} . В іншій гілці укладена міра, позначимо її параметри - L^{SC} . У цьому випадку елементи КМБК - L^S і L^N (рис. 4.8) набувають конкретної структурної інтерпретації. В теорії мостів відомі схеми порівняння напруги і схеми порівняння струму [176]. В теорії чотириполіусників відомі чотири схеми включення двох чотириполіусників по входу і виходу. Дві з них це схеми з послідовно-послідовним включенням (позначимо схеми типу S/S), паралельно-послідовним включенням (схеми типу P/S), які слід віднести до схем порівняння напруг. Дві інші - це схеми з послідовно-паралельним включенням (схеми типу S/P) і паралельно-паралельним включенням (схеми типу P/P), які слід віднести до схем порівняння струмів. Розглянемо докладніше схему типу S/S з послідовно-послідовним включенням гілок, рис. 4.9.

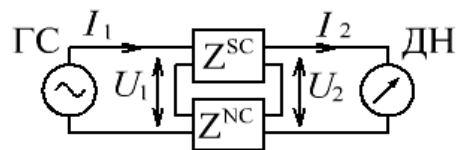


Рис. 4.9. Структурна схема моста типу S/S

Згідно з таблицею 4.2 співвідношення між напругами і струмами на вході і виході КМБК має вигляд системи рівнянь в Z -параметрах:

$$\begin{cases} U_1 = (Z_{11}^{SC} + Z_{11}^{NC})I_1 + (Z_{12}^{SC} + Z_{12}^{NC})I_2 \\ U_2 = (Z_{21}^{SC} + Z_{21}^{NC})I_1 + (Z_{22}^{SC} + Z_{22}^{NC})I_2 \end{cases} \quad (4.10)$$

За визначенням КМБК буде зрівноважена, коли напруги на виході гілок будуть рівні за амплітудою і протилежні за знаком. Тоді $U_2 = 0$. Але за умови відсутності напруги на виході, струм через детектор так само буде відсутній. Тому $I_2=0$. Таким чином, для зрівноваженої КМБК система (4.10) набуде вигляду

$$\begin{cases} U_1 = (Z_{11}^{SC} + Z_{11}^{NC})I_1 \\ (Z_{21}^{SC} + Z_{21}^{NC})I_1 = 0 \end{cases} \quad (4.11)$$

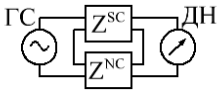
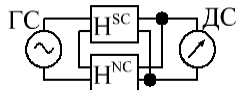
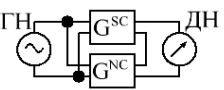
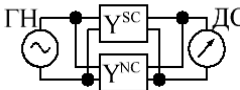
Оскільки КМВК підключена до генератора струму ГС, то за визначенням $I_1 \neq 0$. Тоді з другого рівняння системи (4.10) отримаємо рівняння рівноваги:

$$Z_{21}^{SC} = Z_{21}^{NC} \quad (4.12)$$

Тут і далі знак мінус ми опустили, оскільки він означає, що напруги на виході гілок віднімаються. Основні співвідношення для послідовно-послідовної схеми типу S/S занесемо в таблицю 4.3. Подібний аналіз можна провести для решти трьох схем типу S/P, P/S і P/P. В них джерело збудження представлено у вигляді генератора струму (ГС) або генератора напруги (ГН), а детектор рівноваги відповідно – у вигляді детектора напруги (ДН) або детектора струму (ДС). Результати для зручності так само зведені в таблицю 4.3.

Таблиця 4.3

Умови рівноваги, що представлені в параметрах гілок КМВК

Тип	S/S	S/P	P/S	P/P
Схема підключення				
Умова рівноваги	$U_2 = 0, \Rightarrow$ $I_2 = 0$	$I_2 = 0, \Rightarrow$ $U_2 = 0$	$U_2 = 0, \Rightarrow$ $I_2 = 0$	$I_2 = 0, \Rightarrow$ $U_2 = 0$
Вимоги до матриці $ \mathbf{L} $	$ L \in Z ,$ $Z_{21} = 0$	$ L \in H ,$ $H_{21} = 0$	$ L \in G ,$ $G_{21} = 0$	$ L \in Y ,$ $Y_{21} = 0$
Рівняння рівноваги	$Z_{21}^{NC} = Z_{21}^{SC}$	$H_{21}^{NC} = H_{21}^{SC}$	$G_{21}^{NC} = G_{21}^{SC}$	$Y_{21}^{NC} = Y_{21}^{SC}$

Звідси узагальнене рівняння рівноваги можна записати як рівність взаємних параметрів L-матриці (4.9):

$$L_{21}^{NC} = L_{21}^{SC}, \text{ де } L \in \{Z, Y, H, G\} \quad (4.13)$$

На третій стадії представимо кожен з гілок у вигляді трьох послідовно включених чотириполусників, рис. 4.10. Процес зрівноважування моста полягає у приведенні до рівності параметрів зразкової гілки і гілки об'єкта, що входять в рівняння (4.13). Для цього в гілках мають бути передбачені додаткові вимірювальні або масштабні перетворювачі. Вони в загальному випадку так само є чотириполусниками, які можуть розташовуватися на вході або на виході кожної гілки.

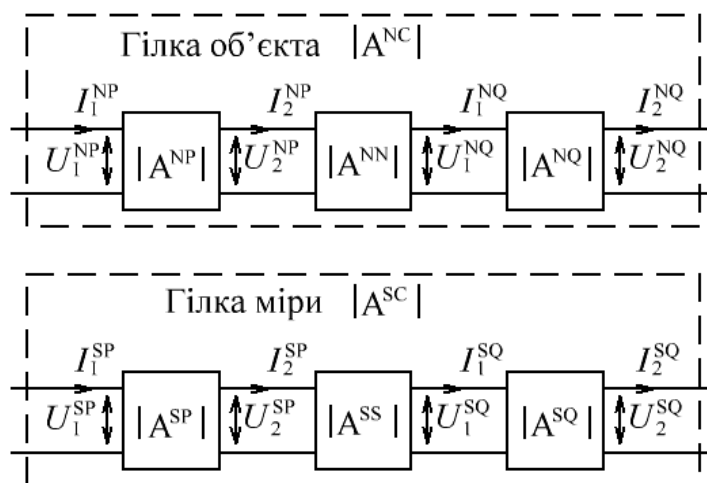


Рис. 4.10 Структурні схеми гілок моста

На четвертій стадії задамося структурою чотириполусників об'єкта вимірювання і взірцевої міри. У розділах 2 і 3 розглянута імпедансна електрична модель термо- і кондуктометричних давачів у вигляді Н-подібного чотириполусника, рис. 4.11а. Таку ж структуру матиме чотириполусник взірцевої міри, рис. 4.11б.

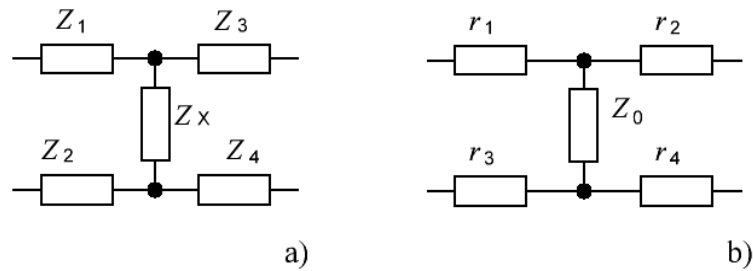


Рис. 4.11. Еквівалентні схеми а) об'єкта вимірювання та б) взірцевої міри

Нижче представлені Z -матриці об'єкта вимірювання

$$|\mathbf{Z}^{NN}| = \begin{vmatrix} Z_{11}^{NN} & Z_{12}^{NN} \\ Z_{21}^{NN} & Z_{22}^{NN} \end{vmatrix} = \begin{vmatrix} Z_1 + Z_2 + Z_X & Z_X \\ Z_X & Z_3 + Z_4 + Z_X \end{vmatrix} \quad (4.14)$$

і взірцевої міри

$$|\mathbf{Z}^{SS}| = \begin{vmatrix} Z_{11}^{SS} & Z_{12}^{SS} \\ Z_{21}^{SS} & Z_{22}^{SS} \end{vmatrix} = \begin{vmatrix} r_1 + r_2 + Z_0 & Z_0 \\ Z_0 & r_3 + r_4 + Z_0 \end{vmatrix}. \quad (4.15)$$

Відомо, що при каскадному з'єднанні чотиріполіусників їх A -параметри перемножуються. Тому гілки моста на рис. 4.10 зручно описувати матрицями в A -параметрах. Уявімо A -параметри об'єкта вимірювання та міри параметрами імпедансних моделей (4.14), (4.15). Після нескладних перетворень для гілки об'єкта отримаємо

$$A_{11}^{NC} = \frac{A_{12}^{NP} A_{11}^{NQ}}{Z_{21}^{NN}} + \frac{Z_{11}^{NN}}{Z_{21}^{NN}} A_{11}^{NP} A_{11}^{NQ} + \left(-\frac{\Delta^{NN}}{Z_{21}^{NN}} \right) A_{11}^{NP} A_{21}^{NQ} + \left(-\frac{Z_{22}^{NN}}{Z_{21}^{NN}} \right) A_{12}^{NP} A_{21}^{NQ}; \quad (4.16)$$

$$A_{12}^{NC} = \frac{A_{12}^{NP} A_{11}^{NQ}}{Z_{21}^{NN}} + \frac{Z_{11}^{NN}}{Z_{21}^{NN}} A_{11}^{NP} A_{12}^{NQ} + \left(-\frac{\Delta^{NN}}{Z_{21}^{NN}} \right) A_{11}^{NP} A_{22}^{NQ} + \left(-\frac{Z_{22}^{NN}}{Z_{21}^{NN}} \right) A_{12}^{NP} A_{22}^{NQ}; \quad (4.17)$$

$$A_{21}^{NC} = \frac{A_{22}^{NP} A_{11}^{NQ}}{Z_{21}^{NN}} + \frac{Z_{11}^{NN}}{Z_{21}^{NN}} A_{21}^{NP} A_{11}^{NQ} + \left(-\frac{\Delta^{NN}}{Z_{21}^{NN}} \right) A_{21}^{NP} A_{21}^{NQ} + \left(-\frac{Z_{22}^{NN}}{Z_{21}^{NN}} \right) A_{22}^{NP} A_{21}^{NQ}; \quad (4.18)$$

$$A_{22}^{NC} = \frac{A_{22}^{NP} A_{12}^{NQ}}{Z_{21}^{NN}} + \frac{Z_{11}^{NN}}{Z_{21}^{NN}} A_{21}^{NP} A_{12}^{NQ} + \left(-\frac{\Delta^{NN}}{Z_{21}^{NN}} \right) A_{21}^{NP} A_{22}^{NQ} + \left(-\frac{Z_{22}^{NN}}{Z_{21}^{NN}} \right) A_{22}^{NP} A_{22}^{NQ}. \quad (4.19)$$

Аналогічні вирази можна отримати для гілки міри. З урахуванням позначень, наведених на рис. 4.10, вони будуть мати такий вигляд:

$$A_{11}^{SC} = \frac{A_{12}^{SP} A_{11}^{SQ}}{Z_{21}^{SS}} + \frac{Z_{11}^{SS}}{Z_{21}^{SS}} A_{11}^{SP} A_{11}^{SQ} + \left(-\frac{\Delta^{SS}}{Z_{21}^{SS}} \right) A_{11}^{SP} A_{21}^{SQ} + \left(-\frac{Z_{22}^{SS}}{Z_{21}^{SS}} \right) A_{12}^{SP} A_{21}^{SQ}; \quad (4.20)$$

$$A_{12}^{SC} = \frac{A_{12}^{SP} A_{11}^{SQ}}{Z_{21}^{SS}} + \frac{Z_{11}^{SS}}{Z_{21}^{SS}} A_{11}^{SP} A_{12}^{SQ} + \left(-\frac{\Delta^{SS}}{Z_{21}^{SS}} \right) A_{11}^{SP} A_{22}^{SQ} + \left(-\frac{Z_{22}^{SS}}{Z_{21}^{SS}} \right) A_{12}^{SP} A_{22}^{SQ}; \quad (4.21)$$

$$A_{21}^{SC} = \frac{A_{22}^{SP} A_{11}^{SQ}}{Z_{21}^{SS}} + \frac{Z_{11}^{SS}}{Z_{21}^{SS}} A_{21}^{SP} A_{11}^{SQ} + \left(-\frac{\Delta^{SS}}{Z_{21}^{SS}} \right) A_{21}^{SP} A_{21}^{SQ} + \left(-\frac{Z_{22}^{SS}}{Z_{21}^{SS}} \right) A_{22}^{SP} A_{21}^{SQ}; \quad (4.22)$$

$$A_{22}^{SC} = \frac{A_{22}^{SP} A_{12}^{SQ}}{Z_{21}^{SS}} + \frac{Z_{11}^{SS}}{Z_{21}^{SS}} A_{21}^{SP} A_{12}^{SQ} + \left(-\frac{\Delta^{SS}}{Z_{21}^{SS}} \right) A_{21}^{SP} A_{22}^{SQ} + \left(-\frac{Z_{22}^{SS}}{Z_{21}^{SS}} \right) A_{22}^{SP} A_{22}^{SQ}. \quad (4.23)$$

Існують таблиці, що встановлюють взаємний зв'язок між усіма шістьма (таблиця 4.2) власними параметрами чотириполіусників [173-175]. З них випливає, що тільки параметри L_{21} , де $L \in \{Z, Y, H, G\}$ пов'язані з А-параметрами чотириполіусника найбільш простою залежністю, а саме зворотно пропорційною. Звідси між параметрами гілки об'єкта і міри, що входять до умов рівноваги (4.12), (4.13) і А-параметрами гілок, існують тотожності:

$$\begin{cases} Z_{21}^{NC} = 1 / A_{21}^{NC} \\ H_{21}^{NC} = 1 / A_{22}^{NC} \\ G_{21}^{NC} = 1 / A_{11}^{NC} \\ Y_{21}^{NC} = 1 / A_{12}^{NC} \end{cases}, \quad \begin{cases} Z_{21}^{SC} = 1 / A_{21}^{SC} \\ H_{21}^{SC} = 1 / A_{22}^{SC} \\ G_{21}^{SC} = 1 / A_{11}^{SC} \\ Y_{21}^{SC} = 1 / A_{12}^{SC} \end{cases}. \quad (4.24)$$

Розглянемо схему типу S/S, рис. 4.9. Підставимо до лівої частини рівняння (4.12) – рівняння (4.18), а до його правої частини – рівняння (4.22) з урахуванням перших рівнянь системи (4.24). В результаті для КМВК в загальному вигляді отримаємо наступне рівняння перетворення:

$$\frac{a_1 Z_x}{b_1 Z_x^2 + c_1 Z_x + d_1} = \frac{a_2 Z_0}{b_2 Z_x^2 + c_2 Z_x + d_2}, \quad (4.25)$$

Відзначимо два основних недоліки останнього рівняння. По-перше, зв'язок між інформативним параметром об'єкта вимірювання і мірою є нелінійною функцією. По-друге, коефіцієнти рівняння a_i, b_i, c_i, d_i , залежать не тільки від коефіцієнтів передачі масштабних чи вимірювальних перетворювачів, а й від їх вхідних і вихідних опорів. Для усунення цих недоліків розглянемо докладніше рівняння (4.18) і (4.22). Нехай параметри матриць об'єкта $|\mathbf{A}^{NP}|$, $|\mathbf{A}^{NQ}|$ і міри $|\mathbf{A}^{SP}|$, $|\mathbf{A}^{SQ}|$ відповідають таким умовам:

$$\begin{array}{ll} \text{для об'єкта} & \text{для міри} \\ \left\{ \begin{array}{l} A_{21}^{NP} = A_{21}^{NQ} = 0, \\ A_{22}^{NP} = \text{const}, \\ A_{11}^{NQ} = \text{const}. \end{array} \right. & \left\{ \begin{array}{l} A_{21}^{SP} = A_{21}^{SQ} = 0, \\ A_{22}^{SP} = \text{const}, \\ A_{11}^{SQ} = \text{const}. \end{array} \right. \end{array} \quad (4.26)$$

Тоді рівняння (4.18) і (4.22) істотно спрощуються, оскільки в них залишаються тільки перші доданки. При цьому рівняння рівноваги КМВК (4.12) можна записати в наступному вигляді:

$$\frac{Z_{21}^{NV}}{A_{22}^{NP} A_{11}^{NQ}} = \frac{Z_{21}^{SS}}{A_{22}^{SP} A_{11}^{SQ}} \quad (4.27)$$

Подібний аналіз можна провести для трьох інших типів схем S/P, P/S і P/P. Його результати у вигляді умов вимірювання взаємного імпедансу ТК давачів із лінійною характеристикою перетворення відображені в таблиці 4.4.

Співвідношення типу (4.26), що дають змогу зробити рівняння перетворення КМВК лінійними, накладають певні умови на параметри матриць $|\mathbf{A}^{NP}|$, $|\mathbf{A}^{NQ}|$ і $|\mathbf{A}^{SP}|$, $|\mathbf{A}^{SQ}|$ і відповідно на режими роботи вхідних і вихідних кіл давача і міри.

Таблиця 4.4

Рівняння перетворення КМБК в А-параметрах чотириполюсника

Тип схеми		S/S	S/P	P/S	P/P
Зв'язок А з Z, H, G і Y параметр.		$Z_{21}^{NC} = 1/A_{21}^{NC}$, $Z_{21}^{SC} = 1/A_{21}^{SC}$	$H_{21}^{NC} = 1/A_{22}^{NC}$, $H_{21}^{SC} = 1/A_{22}^{SC}$	$G_{21}^{NC} = 1/A_{11}^{NC}$, $G_{21}^{SC} = 1/A_{11}^{SC}$	$Y_{21}^{NC} = 1/A_{12}^{NC}$, $Y_{21}^{SC} = 1/A_{12}^{SC}$
Вимоги лінійності для параметрів гілок	об'єкта	$A_{21}^{NP} = A_{21}^{NQ} = 0$ $A_{22}^{NP} = const$, $A_{11}^{NQ} = const$	$A_{21}^{NP} = A_{22}^{NQ} = 0$ $A_{22}^{NP} = const$, $A_{12}^{NQ} = const$	$A_{11}^{NP} = A_{21}^{NQ} = 0$ $A_{12}^{NP} = const$, $A_{11}^{NQ} = const$	$A_{11}^{NP} = A_{22}^{NQ} = 0$ $A_{12}^{NP} = const$, $A_{12}^{QP} = const$
	міри	$A_{21}^{SP} = A_{21}^{SQ} = 0$ $A_{22}^{SP} = const$, $A_{11}^{SQ} = const$	$A_{21}^{SP} = A_{22}^{SQ} = 0$ $A_{22}^{SP} = const$, $A_{12}^{SQ} = const$	$A_{11}^{SP} = A_{21}^{SQ} = 0$ $A_{12}^{SP} = const$, $A_{11}^{SQ} = const$	$A_{11}^{SP} = A_{22}^{SQ} = 0$ $A_{12}^{SP} = const$, $A_{12}^{SP} = const$
Рівняння перетворе ння		$\frac{Z_{21}^{NN}}{A_{22}^{NP} A_{11}^{NQ}} = \frac{Z_{21}^{SS}}{A_{22}^{SP} A_{11}^{SQ}}$	$\frac{Z_{21}^{NN}}{A_{22}^{NP} A_{12}^{NQ}} = \frac{Z_{21}^{SS}}{A_{22}^{SP} A_{12}^{SQ}}$	$\frac{Z_{21}^{NN}}{A_{12}^{NP} A_{11}^{QP}} = \frac{Z_{21}^{SS}}{A_{12}^{SP} A_{11}^{SQ}}$	$\frac{Z_{21}^{NN}}{A_{12}^{NP} A_{12}^{NQ}} = \frac{Z_{21}^{SS}}{A_{12}^{SP} A_{12}^{SQ}}$

Розглянемо докладніше параметри гілки міри. З таблиці 4.4 за визначенням параметрів, що є константами, маємо:

$$A_{22}^{SP} \stackrel{def}{=} \frac{I_1^{SP}}{I_2^{SP}} = \frac{1}{M_I^{SP}} \neq 0. \quad (4.28)$$

Рівняння (4.28) є коефіцієнтом перетворення масштабного перетворювача струму. Позначимо його M_I^{SP} . Друге рівняння необхідно перетворити, розділивши чисельник і знаменник останнього рівняння на струм I_2^{SP} :

$$A_{21}^{SP} = \frac{I_1^{SP}/I_2^{SP}}{U_2^{SP}/I_2^{SP}} = \frac{M_I^{SP}}{R_{out}^{SP}} = 0. \quad (4.29)$$

Однак параметр $M_I^{SP} \neq 0$ за визначенням. Отже, параметр A_{21}^{SP} дорівнює нулю лише в тому випадку, коли R_{out} прямує до нескінченності. Таким чином, чоти-

риполюсник $|\mathbf{A}^{SP}|$ повинен мати кінцевий у загальному випадку комплексний коефіцієнт передачі по струму (позначимо його через M_I^{SP}) і нескінченний вихідний опір. Цей чотириполюсник можна уявити як масштабний перетворювач струму.

Для чотириполюсника $|\mathbf{A}^{SQ}|$ параметр A_{11}^{SQ} за визначенням дорівнює

$$A_{11}^{SQ} \stackrel{def}{=} \frac{U_1^{SQ}}{U_2^{SQ}} = \frac{1}{M_U^{SQ}} \neq 0. \quad (4.30)$$

Згідно з таблицею 4.4, цей параметр є постійною величиною, що не дорівнює нулю. Отже, чотириполюсник $|\mathbf{A}^{SQ}|$ можна уявити як масштабний перетворювач напруги з коефіцієнтом передачі $A_{21}^{SQ} = M_U^{SQ}$, що також у загальному випадку може бути комплексною величиною. Інший параметр цього чотириполюсника визначено як

$$A_{21}^{SQ} \stackrel{def}{=} \frac{I_1^{SQ}/U_1^{SQ}}{U_2^{SQ}/U_1^{SQ}} = \frac{1}{M_U^{SQ} R_{in}^{SQ}}. \quad (4.31)$$

Згідно з таблицею 4.4, цей параметр дорівнює нулю. Однак U_2^{SQ} це компенсаційна напруга гілки міри. Очевидно, вона має кінцеву величину. Тому умова (4.26) для параметра A_{21}^{SQ} перетворюється в тотожність при $I_1^{SQ} = 0$. А це означає, що вхідний опір чотириполюсника $|\mathbf{A}^{SQ}|$ має прямувати до нескінченності.

Структура гілки об'єкта вимірювання ідентична гілці взірцевої міри. Тому умови лінійності її коефіцієнта перетворення будуть визначатися аналогічним чином. Виходячи з сказаного вище, визначимо остаточну форму подання умови рівноваги для послідовно-послідовного включення гілок КМВК, виражену через параметри масштабних перетворювачів:

$$Z_X = Z_0 \cdot \frac{M_I^{SP} \cdot M_U^{SQ}}{M_I^{NP} \cdot M_U^{NQ}} \quad (4.32)$$

Цьому рівнянню відповідає структурна схема на рис. 4.12.

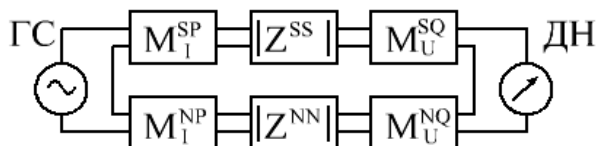


Рис. 4.12. Структурна схема КМВК типу S/S

З умов лінійності, наведених у таблиці 4.4, отримаємо вид функціональних залежностей і вимоги до їх вхідних і вихідних опорів відповідних чотирьохполюсників для трьох інших схем включення гілок P/S, S/P і P/P. Результати цього аналізу наведені в таблиці 4.5.

Таблиця 4.5

Вимоги до параметрів гілок КМВК, що забезпечують лінійний характер рівняння перетворення

Структура КМВК		Рівняння перетворення	Вимоги до	
			$ \mathbf{A}^{SP} $	$ \mathbf{A}^{SQ} $
Схема включення гілок	S/S	$Z_X = Z_0 \cdot \frac{M_I^{SP} \cdot M_U^{SQ}}{M_I^{NP} \cdot M_U^{NQ}}$	МПС $M_I^{SP} = I_2^{SP} / I_1^{SP}$ $R_{out}^{SP} = \infty$	МПН $M_U^{SQ} = U_2^{SQ} / U_1^{SQ}$ $R_{in}^{SQ} = \infty$
	P/S	$Z_X = Z_0 \cdot \frac{S^{SP}}{S^{NP}} \frac{M_U^{SQ}}{M_U^{NQ}}$	ДСКН $S^{SP} = I_2^{SP} / U_1^{SP}$ $R_{out}^{SP} = \infty$	МПН $M_U^{SQ} = U_2^{SQ} / U_1^{SQ}$ $R_{in}^{SQ} = \infty$
	S/P	$Z_X = Z_0 \cdot \frac{M_I^{SP}}{M_I^{NP}} \frac{S^{SQ}}{S^{NQ}}$	МПС $M_I^{SP} = I_2^{SP} / I_1^{SP}$ $R_{out}^{SP} = \infty$	ДСКН $S^{SQ} = I_2^{SQ} / U_1^{SQ}$ $R_{in}^{SQ} = \infty$
	P/P	$Z_X = Z_0 \cdot \frac{S^{SP}}{S^{NP}} \frac{S^{SQ}}{S^{NQ}}$	ДСКН $S^{SP} = I_2^{SP} / U_1^{SP}$ $R_{out}^{SP} = \infty$	ДСКН $S^{SQ} = I_2^{SQ} / U_1^{SQ}$ $R_{in}^{SQ} = \infty$

У таблиці використані наступні позначення: масштабний перетворювач струму (МПС) і напруги (МПН) з коефіцієнтом перетворення M і вимірювальний перетворювач у вигляді джерела струму, керованого напругою (ДСКН) з коефіцієнтом перетворення S .

Точність масштабних перетворювачів у вигляді керованих кодом індуктивних подільників напруги або струму може бути дуже високою. Наприклад, похибку лінійності дільників напруги з тісним індуктивним зв'язком можна забезпечити менше 0,1 ppm. Подальше покращення метрологічних характеристик пов'язане із підвищенням вхідного (вихідного) опору індуктивного дільника. Для цього використовується багатоступінчасті схеми. Відомий п'ятиступінчастий індуктивний дільник напруги Каткоскі [34] або триступеневий індуктивний дільник струму Кнайта [177]. На сучасних матеріалах (аморфне залізо або кобальт) можна отримати (для первинної обмотки 200-250 витків) вхідний опір двоступеневого трансформатора 10-30 МОм на робочих частотах (100 - 1000) Гц.

Набагато складніша ситуація зі створенням вимірювального перетворювача. Особливо, коли його коефіцієнт перетворення S у загальному випадку повинен керуватися цифровим кодом. Виходячи з вимог до вхідних і вихідних опорів (таблиця 4.5), такий вимірювальний перетворювач має виконувати функції залежного джерела, конкретно – джерела струму керованого напругою (ДСКН). Реалізація цих вимог у приладах, в яких в якості масштабних перетворювачів використовуються індуктивні подільники напруги або струму, є непростим завданням. Методи і засоби забезпечення інваріантності перетворення до неінформативних параметрів давачів та лінійності перетворення ДСКН на рівні одиниць ppm будуть розглянуті на прикладі трансформаторних КМВК, в підрозділах 4.2. - 4.4.

4.2 Методи підвищення точності і забезпечення інваріантності КМВК до неінформативних параметрів електричної моделі ТК давачів

Як правило, вимірювальні прилади та давачи з'єднуються лінією зв'язку (вимірювальний кабель). На рис. 4.13 показана схема вимірювання інформ-

тивного параметра Z_X об'єкта, який представлений Н-подібним чотирьохполюсником. На схемі елементи приладу: джерело живлення з вихідною провідністю Y_e і вольтметр із вхідною провідністю Y_v , підключені відповідно за допомогою лінії зв'язку C1 з затискачами P₁ - P₄, і лінії зв'язку C2 з затискачами P₅ - P₈ до об'єкта вимірювання.

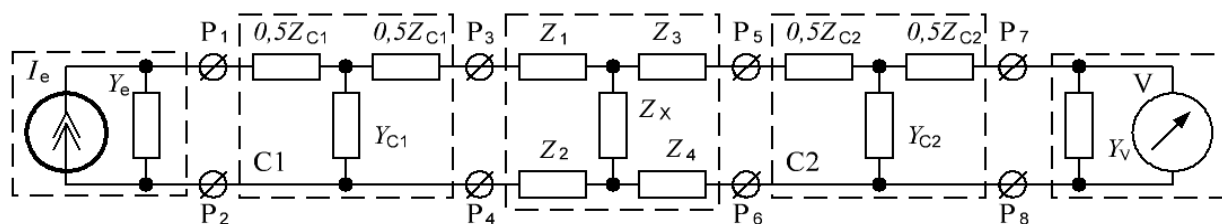


Рис. 4.13. Модель гілки об'єкта вимірювання [21]

У схемі, зображеній на рис. 4.13, виникатиме систематична похибка вимірювання, для розрахунку якої в [10] отримана наступна формула:

$$\delta_Z = -[(Y_e + Y_{C1})z_1 + (Y_v + Y_{C2})z_2], \quad (4.33)$$

де:

$$z_1 = Z_{C1} + Z_1 + Z_2 + Z_X \frac{1 + (Y_v + Y_{C2})(Z_{C2} + Z_3 + Z_4)}{1 + (Y_v + Y_{C2})(Z_X + Z_{C2} + Z_3 + Z_4)};$$

$$z_2 = Z_{C2} + Z_3 + Z_4 + Z_X \frac{1 + (Y_e + Y_{C1})(Z_{C1} + Z_1 + Z_2)}{1 + (Y_e + Y_{C1})(Z_X + Z_{C1} + Z_1 + Z_2)}.$$

В [10] всі неінформативні параметри на рис. 4.13 позначені символами Z_i , названі поздовжніми, а параметри, позначені символами Y_i , названі відповідно поперечними. Як правило, при аналізі використовуються тільки параметри кабелю [10, 40, 42] невеликої довжини. В [40] наведені погонні, в розрахунку на один метр довжини, параметри стандартного (50 Ом) коаксіального кабелю: $Z_{C1} = Z_{C2} = 10^{-2} + j\omega 2,5 \times 10^{-7}$ і $Y_{C1} = Y_{C2} = j\omega 10^{-10}$. Очевидно, на типових робочих частотах від 100 до 1000 Гц для термо- і кондуктометричних засобів вимірювання індук-

тивністю в імпедансах Z_{C1} і Z_{C2} можна знехтувати. Однак поздовжні імпеданси об'єктів вимірювання можуть бути на порядок більшими, ніж інформативний параметр (наприклад, СПТО в криогенних температурах) або співмірні з інформативним параметром, але досягають значень десятків кОм (наприклад, кондуктометричний чотириелектродний давач з розрахунковою константою). Слід так само відзначити, що СПТО калібруються в реперних точках, які зосереджені на великій площі, іноді в різних приміщеннях. При цьому термометрический міст (F900) залежно від комплектації має вагу 27-31 кг. Він заземлений і, як правило, встановлений нерухомо. Тому довжина вимірювального кабелю термометричних мостів у лабораторіях національних метрологічних інститутів може досягати 10-30 м. Під лінією зв'язку будемо розуміти не тільки вимірювальний кабель, що з'єднує прилад і давач (позначимо ці параметри $r_{КАБ}$ і $C_{КАБ}$), але й частину кабелю всередині приладу (параметри $r_{ВВП}$ і $C_{ВВП}$), а також кабель всередині давача, що з'єднує роз'єми давача і електроди чутливого елемента (параметри $r_{КП}$ і $C_{КП}$).

Таблиця 4.6

Діапазони зміни поздовжніх і поперечних неінформативних параметрів ТК засобів вимірювання

Вид дачика	Параметри лінії зв'язку						Параметри об'єкта		
	$r_{ВВП}$, мОм	$C_{ВВП}$, пФ	$R_{КАБ}$, мОм	$C_{КАБ}$, пФ	$r_{КП}$, мОм	$C_{КП}$, пФ	$ Z_1 , Z_2 $	$ Z_3 , Z_4 $	$ Z_X $
ВТС	1-3	10-30	10-300	100-3000	10-15	100-150	0,2-0,6 мОм	0,2-0,6 мОм	0,6-2 Ом
ПТО10	1-3	10-30	10-300	100-3000	10-15	100-150	2-6 мОм	2-6 мОм	10-25, Ом
ТСПН-5В	1-3	10-30	10-300	100-3000	10-15	100-150	0,3-1 Ом	0,3-1 Ом	0,1-100 Ом
ЧКД	1-3	10-30	10-15	100-150	1-3	10-30	5 Ом-10КОм	3 Ом-3КОм	5 Ом-10КОм

Для деяких найбільш часто використовуваних типів прецизійних термо- і кондуктометричних давачів (високотемпературні СПТО типу ВТС і ПТО10; низь-

котемпературні СПТО типу ТСПН-4В; чотириелектродний кондуктометричний давач з розрахунковою константою ЧКД) значення поздовжніх і поперечних параметрів наведені в таблиці 4.6.

У виразах (4.33) можна виділити три складові похибки: адитивну, мультиплікативну і похибку лінійності. Проведемо спрощену оцінку адитивної складової похибки в припущенні, що параметри джерела і вольтметра компенсовані, тобто $Y_e \ll Y_{C1}$ і $Y_v \ll Y_{C2}$. На самому високомному діапазоні, при однаковій довжині трубок 1 і 2 (рис. 3.12), модулі імпедансів кондуктометричного давача рівні $Z_X \approx Z_1 \approx Z_2 = 5 \text{ кОм}$. Звідси адитивна складова похибки (4.33) буде складати $\delta Z_a \approx Y_{C1}(Z_1 + Z_2)$. Тоді на робочій частоті 1 кГц похибка може досягати 0,6%. Такого ж порядку будуть похибка лінійності і мультиплікативна похибка. На основі таблиці 4.6 і рівняння (4.33) можна сформулювати кілька напрямків, пов'язаних із мінімізацією похибки:

а) найбільша похибка від поздовжніх параметрів давачів виникає при вимірюваннях кріогенних температур, при яких співвідношення неінформативних та інформативних параметрів чутливого елемента СПТО (ТСПН-5В) досягає трьох разів, або в кондуктометричних вимірюваннях з ЧКД, для яких це співвідношення досягає одиниці;

б) необхідно звернути увагу на зростання похибки, обумовленої поздовжніми параметрами лінії зв'язку при вимірюванні високих температур (ВТС);

в) необхідно також звернути увагу на зростання похибки, квадратурної по відношенню до основної, і обумовленої поперечними параметрами лінії зв'язку.

Далі розглянемо два методи, які дають змогу знизити похибки, обумовлені поздовжніми і поперечними неінформативними параметрами на 4-5 порядків.

4.2.1 Метод багатоконтурних КМВК для забезпечення інваріантності до поздовжніх неінформативних параметрів давачів

Параметри імітанса є пасивними величинами і проявляються тільки як реакція вихідних активних величин - струмів або напруг на відповідні вхідні активні

величини - напруги або струми [2]. У сучасних цифрових приладів для вимірювання параметрів імітанса процес зрівноваження повністю автоматизований. Алгоритм роботи визначається системою автоматичного зрівноваження (САЗ), що виробляє цифровий код, який керує джерелами вхідних активних величин. На рис. 4.14 представлені дві узагальнені функціональні схеми САЗ для вимірювання параметрів імпедансу Z_X .

На першій схемі САЗ представлена схемою порівняння напруг (СПН), а в одному з плечей КМВК використовується кероване кодом джерело струму (РГС). На другій схемі САЗ представлена схемою порівняння струмів (СПС), а в одному з плечей КМВК використовується кероване кодом джерело напруги (РГН). Отже, під контуром зрівноваження будемо розуміти схему порівняння і регульоване джерело напруги або струму. Будь-який міст змінного струму має два контури зрівноваження за активною та реактивною складовими [176, 178] і, строго кажучи, має бути віднесений до багатоконтурних систем зрівноваження. Але на наявність двох контурів зрівноваження в мостах змінного струму ми будемо акцентувати увагу тільки в окремих випадках, вважаючи, що при аналізі узагальнених схем КМВК ми маємо справу з одноконтурними системами для вимірювання двох складових векторної величини [10].

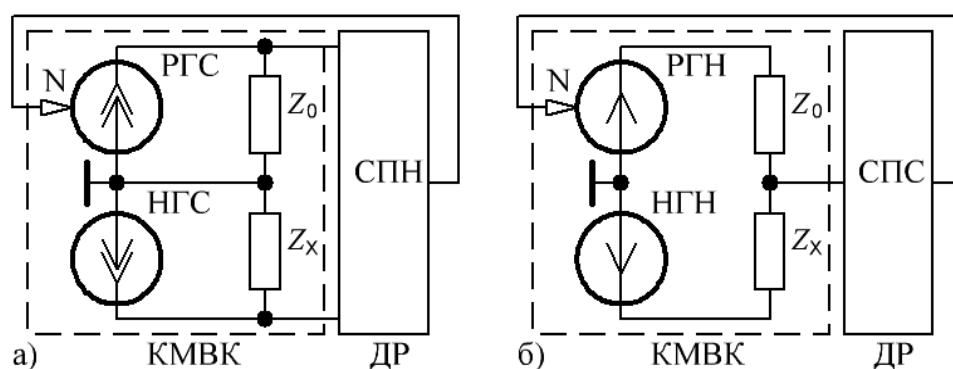


Рис. 4.14. Системи автоматичного зрівноваження КМВК

Відомі багатомостові кола [179], в яких при одному генераторі і детекторі рівноваги використовуються n - мостових кіл або n - гілок, до кожної з яких підк-

лючений свій давач. Як правило, такі кола використовують для вимірювання n різних фізичних величин або однієї величини в n різних точках розподіленого об'єкта досліджень. Існує термін багатоконтурні кола, який вперше був введений в практику в роботах Цапенка [179]. Для кондуктометричних вимірювань цей термін використаний у роботах Сурду [178]. Особливість застосування багатоконтурних кондуктометричних кіл полягає в тому, що для того, щоб характеристична функція об'єкта і передавальна функція регульованого джерела були ізоморфні, необхідно регульовані джерела включати «в тому порядку, в якому поєднані елементи об'єкта контролю» [178]. В результаті для прецизійних вимірювань, зокрема, при обчисленні інформативного параметра варіаційним методом необхідно використовувати вісім векторних або 16 скалярних рівнянь. Тоді за однакової дисперсії для кожного з рівнянь невизначеність типу В при оцінці результату вимірювання зросте в чотири рази.

Особливість застосування додаткових контурів регулювання в наших колах полягає в тому, що їх результат перетворення не входить в основне рівняння вимірювання. Додатковий контур включається в тому місці, де необхідна компенсація впливу неінформативних параметрів об'єкта вимірювання або забезпечення необхідних вимог до вхідних або вихідних опорів перетворювачів згідно з таблицею 4.5. До додаткового контура пред'являються тільки вимоги необхідної чутливості або розрядності. Потреба у високій точності, лінійності перетворення, калібруванні за зовнішніми стандартами в додатковому контурі відсутня.

На рис. 4.15 представлений варіант використання багатоконтурних систем автоматичного зрівноваження (САЗ) для реалізації ДСКН з великими вхідними та вихідними опорами відповідно до вимог таблиці 4.5. Для розвантаження основного джерела РГН3 і усунення впливу опору r_1 у високопотенціальній частині кола протікання струму в схему вводиться СА31. Вона змінює напругу регульованого джерела РГН1 до тих пір, поки вона не стане рівною падінню напруги на опорі r_1 . Для усунення впливу поздовжніх опорів у низкопотенціальній частині кола протікання струму в схему вводиться СА32. Система змінює напругу регульованого

джерела РГН2 до тих пір, поки напруга на низькопотенціальному затискачі P_{L0} не стане рівною нулю.

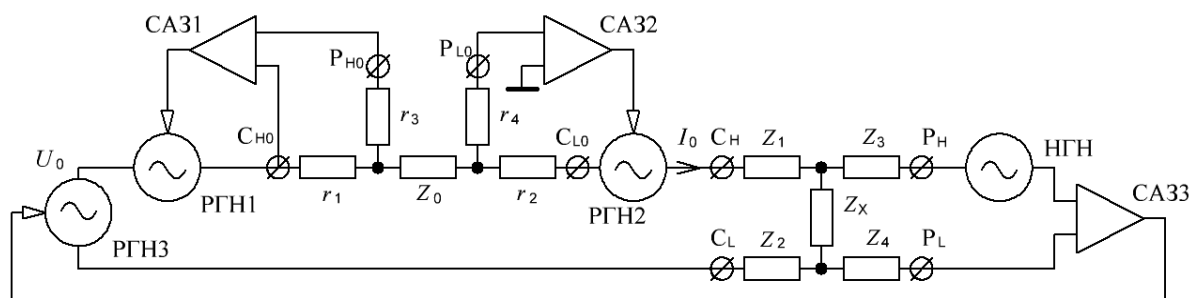


Рис. 4.15. Схема методу багатоконтурних КМВК для компенсації поздовжніх неінформативних параметрів об'єкта і міри

Така схема по відношенню до вхідних затискачів об'єкта вимірювання є джерелом струму. Його значення буде визначатися параметрами джерела напруги РГН3 і міри Z_0 ($I_0 = U_0/Z_0$). За допомогою СА31 і СА32 забезпечується чотириза- тискне включення зразкової міри і, таким чином, інваріантність до опорів підвідних проводів та режим заданого струму для вхідного кола об'єкта вимірювання і, таким чином, інваріантність до його вхідного опору. СА33 вико- ристовується як схема порівняння напруги і спільно з нерегульованим джерелом напруги НГН виконує функції основного контура зрівноваження для вимірювання параметрів Z_X .

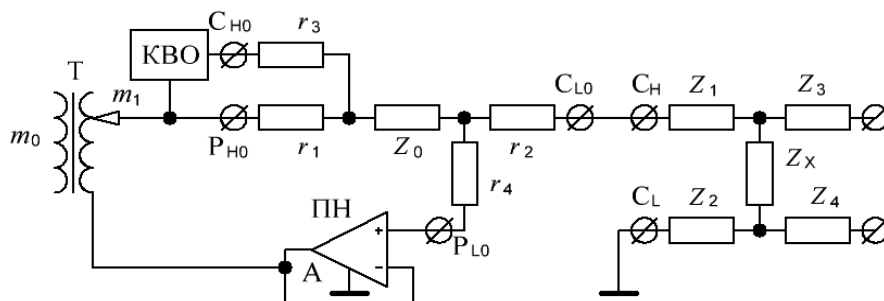


Рис. 4.16. Схема спрощеного методу багатоконтурних КМВК

У ряді випадків, для мір великих номіналів, коли похибка r_1/R_0 складає 10^{-4} - 10^{-6} , контур зрівноваження на СА31 і РГН1 можна спростити, замінивши його на конвертор негативного опору (КВО), рис 4.16. Таке рішення, наприклад, застосовувалося в серійному виробництві мостів Р5079 і ЦЕ5002. Спростити можна і астатичний контур зрівноваження СА32 і РГН2. Його можна замінити статичним контуром зрівноваження з використанням повторювача напруги ПН. У цьому випадку слід вжити заходів для компенсації вхідного опору об'єкта вимірювання ($Z_1 + Z_2 + Z_X$). Інакше до входу ПН буде прикладатися повний сигнал. Тоді повторювач повинен мати таку ж малу похибку, як і основний контур зрівноваження - (1-0,1) ppm. Це ускладнює і здорожчує реалізацію ПН.

4.2.2 Коаксіальний подвійноекранований об'єкт і вимірювальне коло для забезпечення інваріантності до поперечних неінформативних параметрів

В [10] розглянуто одно- та двоканальні методи зниження впливу поздовжніх Z_{C1} , Z_{C2} і поперечних Y_{C1} , Y_{C2} неінформативних параметрів на похибку вимірювання, рис. 4.13. Одноканальний метод заснований на підключенні послідовно до об'єкта вимірювання з неінформативним параметром елемента з великим вхідним опором (як правило, це ОП). Для нашого об'єкта вимірювання такий метод не підходить. Оскільки відсутній гальванічний контакт для підключення в зворотню ланку ОП відповідних елементів конструкції давача. Крім того, якщо в ланцюзі проходження сигналу використовується ОП з 100% зворотним зв'язком (наприклад, повторювач напруги), його похибка через кінцевий коефіцієнт посилення повинна бути менше 1 ppm. Реалізувати повторювач напруги з такими характеристиками на робочій частоті 1 кГц на цей час практично неможливо. Двоканальний метод дає змогу усунути вплив поперечних неінформативних параметрів на похибку (4.33). Для його реалізації створюють еквіпотенціальний захист лінії зв'язку С1 і С2, що зображені на рис. 4.13. Відомі також високі метрологічні характеристики коаксіальних мостів змінного струму [40, 42], що забезпечуються завдяки мінімальним полям розсіювання в контурі протікання прямого і зворотного стру-

му. Тож для давачів із значними поздовжніми та поперечними неінформативними параметрами важливо поєднати методи магнітного та еквіпотенційного захисту вимірювального кола. Схема одного із методів для розв'язання цієї задачі зображена на рис. 4.17.

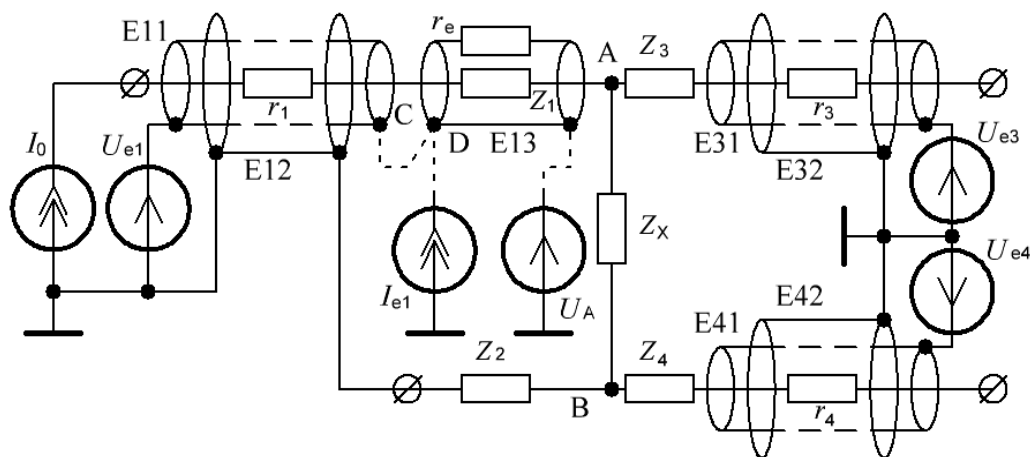


Рис. 4.17. Схема для пояснення принципу дії методу поєднання еквіпотенційного і магнітного захисту об'єкта вимірювання

Такий метод дає малу помилку при виконанні наступних умов: $r_{\text{ВВП}}, r_{\text{КАБ}}, r_{\text{КП}}$ і $|Z_1| \dots |Z_4| \ll |Z_X|$, таблиця 4.6. Але при порушенні нерівності або при $|Z_1| \dots |Z_4| \approx |Z_X|$ відомі схеми еквіпотенціального захисту будуть малоефективними. Розглянемо схему протікання струму на рис. 4.17. У ній джерело з робочим струмом I_0 в ланцюзі послідовно включених імпедансів Z_1, Z_X і Z_2 створює падіння напруги U_0 . Лінія зв'язку С1 (див. рис. 4.13) виконана у вигляді коаксіального кабелю з двома гальванічно не пов'язаними екранами (E11 і E12). У літературі такий кабель названий тріаксіальним [42]. Але термін коаксіальний подвійно екранований кабель більш точно відповідає особливостям конструкції. Опір r_1 враховує падіння напруги на $r_{\text{ВВП}}, r_{\text{КАБ}}$ і $r_{\text{КП}}$. Оскільки опір r_1 на 3-5 порядків менше Z_X (таблиця 4.6), то падінням напруги на ньому можна знехтувати. Тому екран E11 можна підключити до джерела напруги $U_{e1} \approx U_0$. Другий кінець екрана підключати до загального проводу не можна, інакше джерело U_{e1} буде замкнуте накоротко. Але зворотний струм можна пропустити через зовнішній екран E12. У такому

включенні коаксіальний подвійноекранований кабель дає змогу об'єднати в одному конструктивному рішенні два принципи: еквіпотенціальний захист для зниження впливу поздовжніх адмітансів і біфілірування струмового контура для мінімізації площі і наведення магнітного поля.

Відзначимо, що продовження екрана E11 шляхом з'єднання точок C і D не дозволить реалізувати подальший еквіпотенціальний захист. Це особливо актуально для чотириелектродного давача з мінімальною похибкою розрахунку константи. Оскільки для неї має виконуватися умова $Z_1 \approx Z_X$, то падінням напруги на імпедансі Z_1 знехтувати не можна. Еквіпотенціальний захист вздовж розподіленого імпедансу Z_1 можливий при формуванні на кінцях внутрішнього екрана E13 відповідних режимів. По-перше, напруга джерела U_A має дорівнювати напрузі в точці A. По-друге, співвідношення між робочим струмом і струмом екрана має відповідати умові $I_0 Z_1 = I_{e1} r_e$. Очевидно, для організації цих режимів кінці кожного з екранів повинні мати окремий затискач. У загальному випадку такий підхід можна поширити на всі параметри еквівалентної схеми.

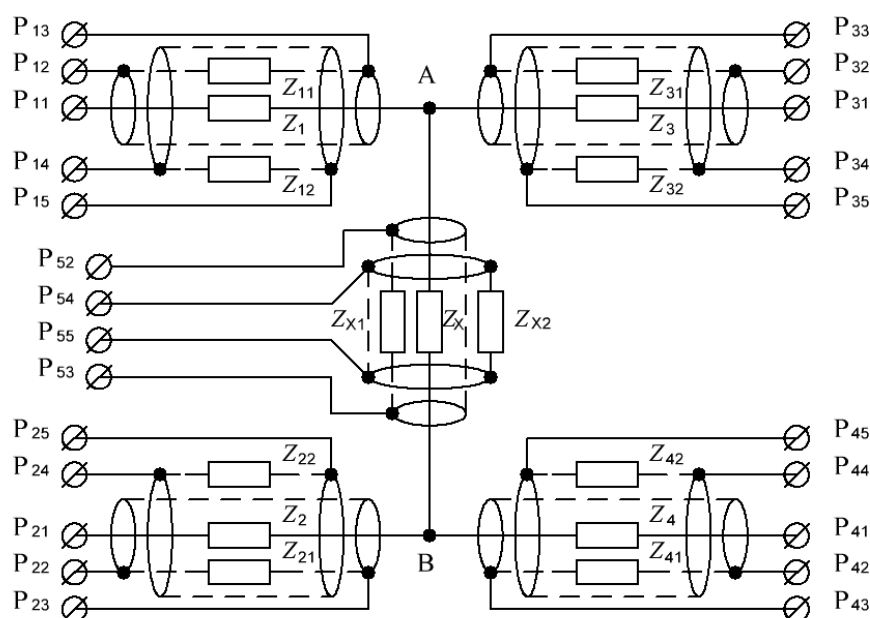


Рис. 4.18. Схема Н-подібного чотириполосника, в якій забезпечується універсальний (електростатичний і магнітний) захист

На рис. 4.18 представлена модель ТК давача у вигляді узагальненої еквівалентної схеми Н-подібного чотиріполюсника для організації універсального захисту при будь-яких співвідношеннях між інформативними і неінформативними параметрами. Схема містить п'ять портів $P_1 - P_5$ для формування відповідних режимів. Перші чотири порта мають однаковий набір по п'ять затискачів. Пара затискачів P_{12} і P_{13} для внутрішнього екрана, пара затискачів P_{14} і P_{15} для зовнішнього екрана і затискачі P_{11} для реалізації класичного чотиризаписного підключення. Затискачі п'ятого порта мають ті ж функції, але не мають затискача P_{51} , оскільки чотири затискний режим вже реалізований за допомогою гальванічного зв'язку в точках А і В. Схема на рис. 4.18 є універсальною. Вона придатна для реалізації як біфілірування проводів з прямим та зворотним струмом, так і еквіпотенціального захисту кіл. Якщо електрично об'єднати затискачі P_{15} і P_{54} , а також P_{53} і P_{25} , то можна отримати коло для повернення зворотного струму через затискачі P_{14} і P_{24} . Якщо виключити кола для еквіпотенціального захисту, але попарно об'єднати затискачі P_{15} і P_{54} , P_{53} і P_{25} , P_{35} і P_{45} як електрично, так і конструктивно, то в сукупності з затискачами P_{11} можна отримати чотирипарне визначення об'єкта вимірювання. Вперше цей термін (four terminal-pair) застосував Каткоскі [39]. Повне визначення та опис режимів на затискачах проведено в [40, 42].

У загальному вигляді для схеми на рис. 4.18 можна виділити 21 варіант незалежних комбінацій для організації кіл захисту. Варіанти, що мають найбільше практичне значення, наведені в таблиці 4.7.

Деякі методи еквіпотенціального захисту параметрів вимагають істотних ускладнень конструкції давачів. Наприклад, у реальному кондуктометричному давачу з розрахунковою константою Z_1 - це розподілений параметр, імпеданс стовпа рідини між струмовим і потенціальним електродами. Для його еквіпотенціального захисту екран Е33 має бути також об'єктом з розподіленими параметрами.

Таблиця 4.7

Варіанти еквівалентних схем для еквіпотенційного та магнітного захисту об'єкта вимірювання

	№	Конфігурація схеми	Перемичка	Опис і призначення схеми
Методи магнітного захисту	1		P_{i2} і P_{i3} – нема $P_{15} + P_{54} +$ $P_{55} + P_{24} +$ $P_{25} + P_{44} +$ $P_{45} + P_{34} +$ $P_{35} + P_{14} +$	Поєднане біфілірування струмового і потенціального кіл, чотирипортове коаксіальне підключення [39]
	2		P_{i2} і P_{i3} – нема $P_{15} + P_{54} +$ $P_{55} + P_{24} ;$ $P_{45} + P_{34}$	Роздільне біфілірування струмового і потенціального кіл.
Методи електростатичного захисту	3		P_{i4} і P_{i5} – нема	Пятипортовое симетричне включення для незалежного еквіпотенціального захисту кожного елемента
	4		P_{i4} і P_{i5} – нема $P_{13} + P_{33} ;$ $P_{23} + P_{43}$	Еквіпотенціальний захист струмових кіл окремо з високим і низьким потенціалом
	5		P_{i4} і P_{i5} – нема $P_{13} + P_{52} +$ $P_{53} + P_{22}$	Роздільний еквіпотенціальний захист струмових і потенційних кіл
	6		P_{i4} і P_{i5} – нема P_{52} і P_{53} – нема	Еквіпотенціальний захист лінії зв'язку до чутливого елемента

Один з варіантів такої реалізації (№5 з таблиці 4.7) наведено на рис. 4.19. На ньому представлений ескіз чутливого елемента 1 чотириелектродного давача,

розглянутого в розділі 2. Чутливий елемент поміщений всередину захисної трубки 2, на торцях якої закріплені додаткові електроди 3 і 4, підключені до джерела струму. Порожнина між електродами заповнена провідною рідиною 5. Від основних струмових і потенціальних електродів чутливого елемента додаткова рідина відокремлена захисним шаром 6.

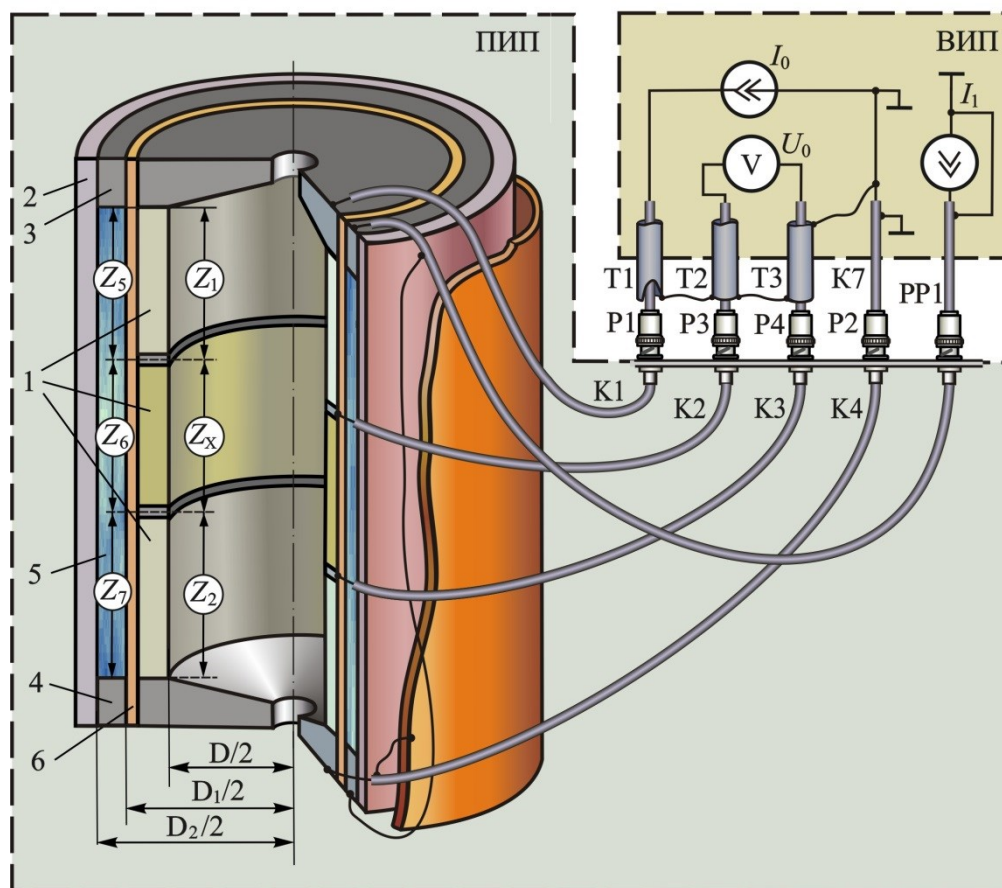


Рис. 4.19. Фізична модель реалізації методу електростатичного захисту розподілених параметрів ЧКД

Еквівалентна електрична схема такого рішення показана на рис. 4.20. Робочий струм I_0 , протікаючи вздовж стовпа рідини (рис. 4.19), створює падіння напруги на імпедансах Z_1 , Z_x і Z_2 . Додатковий струм I_1 між електродами 3 і 4 також створює падіння напруги на імпедансах Z_5 , Z_6 і Z_7 .

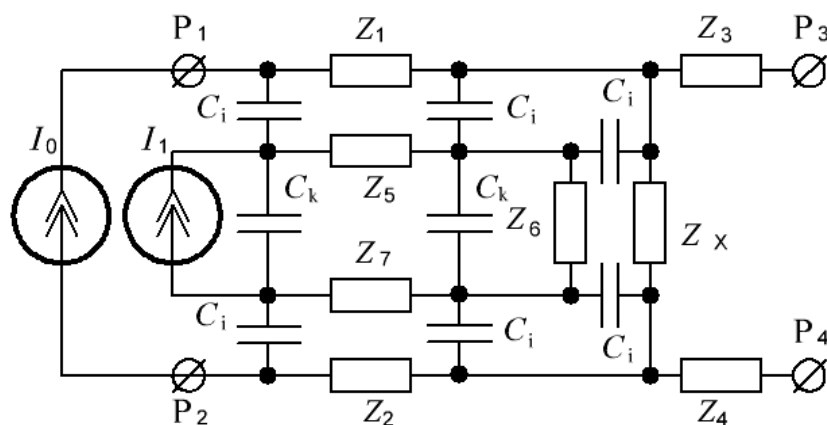


Рис. 4.20. Схема електростатичного захисту розподілених параметрів ЧКД

Очевидно, умовою відсутності струму через конденсатори C_i і, отже, повного еквіпотенціального захисту по всій довжині трубки із струмом, є наступне співвідношення:

$$\frac{I_0}{I_1} = \frac{Z_5 + Z_6 + Z_7}{Z_1 + Z_x + Z_2}, \quad (4.34)$$

де $Z_5 + Z_6 + Z_7$ – сумарний імпеданс стовпа рідини між електродами 3 і 4.

При цьому на конденсаторах C_k різниця напруги буде присутня. Але їх струми будуть шунтувати не основне, а додаткове джерело. В процесі реалізації необхідно контролювати рівність фазових кутів імпедансів, що входять в рівняння (4.34). При симетричній відносно осі конструкції давача на рис. 4.19, рівності струмів у рівнянні (4.34) і однаковій електролітичній провідності рідини всередині і зовні чутливого елемента для повного еквіпотенціального захисту діаметри електродів повинні відповідати наступним вимогам:

$$D^2 = D_1^2 - D_2^2 \quad (4.35)$$

Реалізація захисту, запропонована на рис. 4.19 і 4.20, ускладнює конструкцію ЧКД. Крім цього, виникають незручності в роботі з давачом, обмеження

з просторовими маніпуляціями при підготовці до заливання проби, зростання постійної часу, що призводить до динамічної похибки при переміщенні давача в термостат. Тому для обґрунтування еквіпотенціального захисту за схемою 5 з таблиці 4.7 необхідні додаткові дослідження шунтуючого впливу ємностей C_i . В реальній конструкції кондуктометричного давача ці ємності можуть виявитися настільки малими, що ними можна буде знехтувати. В цьому випадку практичну цінність представляє об'єднання методів біфілірування і еквіпотенціального захисту при комбінації схем 1 і 6 з таблиці 4.7. Відповідно виникає потреба у визначенні нового типу багатополусного об'єкта вимірювання.

Таблиця 4.8

Режими коаксіального та подвійноекранованого включення об'єкта вимірювання

Вид включення	Порти			
	1(C_H)	2(C_L)	3(P_H)	4(P_L)
Режими для коаксіального включення	$I_1 = I_1^{**}$ $U_1^{**} = 0$	$I_2 = I_2^{**}$ $U_2^{**} = 0$	$I_3 = I_3^{**}$ $U_3^{**} = 0$ $U_3 \neq 0$	$I_4 = I_4^{**}$ $U_4^{**} = 0$ $U_4 = 0$
	$U_1 = U_3$		$U_2 = U_4$	
Доп. режими для подвійноекранов. включення	$U_1^* = U_1$	$U_2^* = U_2$	$U_3^* = U_3$	$U_4^* = U_4 \neq 0$
	$U_1 \neq U_3$		$U_2 \neq U_4$	

В [40, 42] вводяться такі визначення об'єкта вимірювання: двозатискне (two-terminal), тризатискне (three-terminal), чотиризатискне (four-terminal), чотиризатискне коаксіальне (four-terminal coaxial), чотиризатискнепарне (four-terminal-pair). Кібл [40] вводить поняття порт як два термінали (затискачі). Чотиризатискнепарне підключення об'єкта вимірювання має формулу 4×2 , тобто чотири порти кожен по два затискачі. Режим, які повинні формуватися на кожному затискачі, наведені в таблиці 4.8. Відзначимо, що при чотирипарному підключенні напруги на зовнішніх затискачах U_i^{**} однакові і дорівнюють нулю. Прямий і зворотний

струми об'єкта вимірювання при цьому протікають екранованим кабелем. Такого роду КМВК мають назву коаксіальних мостів [40].

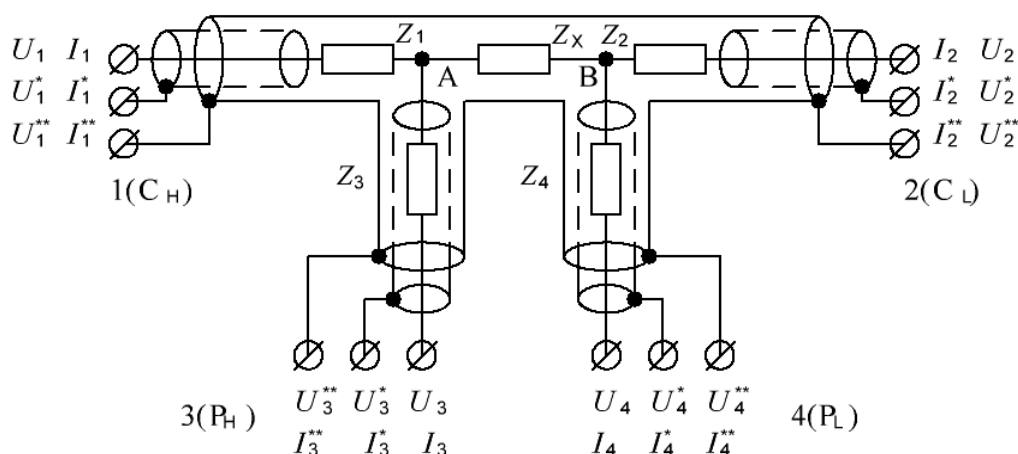


Рис.4.21. Коаксіальний подвійноекранований об'єкт вимірювання

Нове визначення об'єкта вимірювання потребує формули 4×3 затискача, рис. 4.21. Від відомого чотиризатискнопарного чотиріполіусника об'єкт відрізняється тим, що кожен порт забезпечується третім затискачем для екіпотенціального захисту. За аналогією з "be-shielded" кабелем такий об'єкт вимірювання можна назвати чотиризатискним коаксіальним подвійноекранованим. Його схема підключення і позначення режимів на затискачах представлені на рис. 4.21. У таблиці 4.8 вказані додаткові вимоги до напруг і струмів на затискачах, необхідні для визначення чотиризатискного коаксіального подвійноекранованого об'єкта.

4.3 Прецизійні термометричні КМВК на основі індуктивних дільників напруги з тісним магнітним зв'язком (трансформаторні КМВК)

Термометричні КМВК використовують в якості масштабних перетворювачів індуктивні дільники напруги або струму. На цей час вони є найбільш точними, чутливими і лінійними масштабними перетворювачами. У порівнянні з універсальними мостами для вимірювання імпедансу термометричні вимірювальні кола мають ряд особливостей:

- розрядність цифрового відліку має бути вищою, не гірше 7-8 десяткових декад;
- потужність, що виділяється на давачах (платинових СПТО), не повинна перевищувати 0,1 мВт. Це в 500 разів менше, ніж при вимірюванні взірцевих мір імпедансу в тому ж діапазоні вимірювань. Відповідно в стільки ж разів менше співвідношення сигнал/перешкода;
- для зниження частотних помилок СПТО робоча частота прилада має бути досить низькою. Ця частота для реально існуючих мостів не виходить за рамки діапазону 10 - 100 Гц. Відповідно різко падають вхідні опори трансформаторів індуктивного подільника і зростає похибка. Крім того, найбільш потужна перша гармоніка мережі потрапляє в цю смугу каналу виділення сигналу небалансу і тому зростає завада, зменшується чутливість;
- еквівалентна схема заміщення імпедансу СПТО є послідовною індуктивною. Неінформативна уявна частина імпедансу на 3 -4 порядки є меншою за інформативну, що можна використовувати для спрощення відповідного каналу зрівнювання.

4.3.1 Багатоконтурні термометричні трансформаторні КМВК

У найкращих термометричних мостах F18 (F900) струмові кола міри і об'єкта включені послідовно, рис.4.22. Всі падіння напруги на неінформативних опорах виступають як синфазна перешкода. Але опір r_{01} призводить тільки до зниження корисного сигналу (отже, до зниження чутливості), що легко компенсується підвищенням напруги генератора. Падіння напруги на опорі r_2 можна компенсувати завдяки гарному коефіцієнту подавлення синфазного сигналу детектора ДР. Для ДР з диференціальним трансформатором на вході і роздільним еквіпотенційним захистом екранів первинної і вторинної обмоток можна отримати коефіцієнт подавлення більше 120 дБ на робочій частоті 100 Гц. Синфазний сигнал, що виникає на опорах r_{02} і r_1 , подавити найскладніше. Робочий струм створює падіння напруги, відповідно точки А і В на рис. 4.22 знаходитимуться під

різними потенціалами. В результаті "паразитні" ємності C_i вноситимуть суттєву помилку в коефіцієнт перетворення трансформаторного дільника напруги Т1.

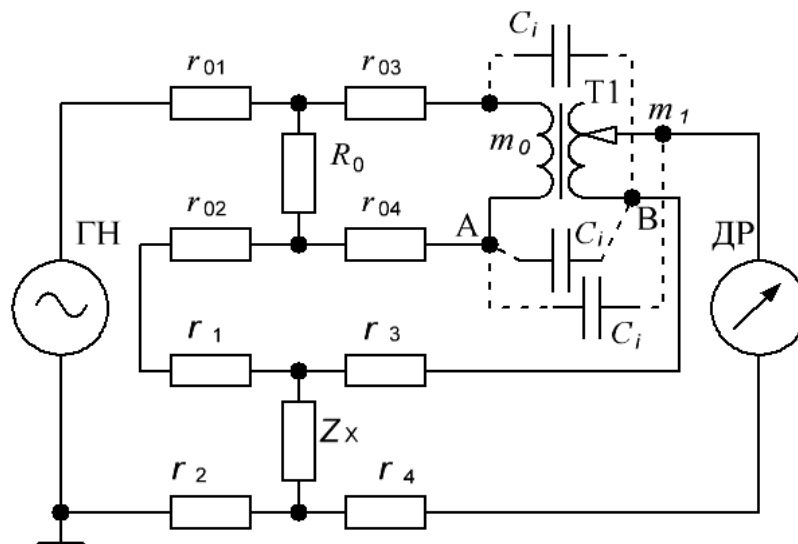


Рис. 4.22. Схема вимірювального кола з "паразитними" ємностями

Ця проблема відома в прецизійних вимірюваннях опору як "йоке" проблема ("yoke problem") [10]. Пропонується вирішити цю задачу шляхом використання багатоконтурних КМВК. На рис. 4.23 показана схема КМВК з двома контурами. Основний контур, що містить трансформатор Т1, регульовану обмотку m_1 і детектор ДР1, призначений для зрівноваження кола за основним параметром - активною складовою імпедансу Z_x .

Додатковий контур, що містить трансформатор Т2, регульовану обмотку m_2 і детектор ДР2, призначений для компенсації падіння напруги на опорах r_{02} і r_1 . Спочатку при розімкнутих ключах S зрівноважується другий контур. Умовою рівноваги є таке рівняння:

$$\frac{m_2}{m_{02}} = \frac{r_{02} + r_1}{R_0}. \quad (4.36)$$

У результаті досягається рівність напруг у точках А і С. При переході в основний режим ключі S замикаються і точки А і В опиняються під однаковим низьким потенціалом. Далі зрівноважується основний контур. Тут не розглядаються проблеми, пов'язані з реактивністю СПТО. Тобто маємо $\text{Re}(Z_X)=R_t$. Схема буде збалансована за умови

$$\frac{m_1}{m_{01}} = R_t. \quad (4.37)$$

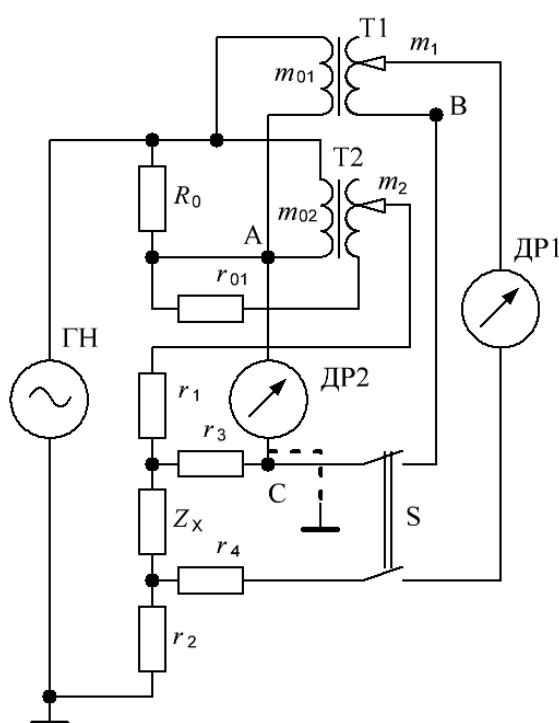


Рис. 4.23. Двоконтурний термометричний КМВК для компенсації впливу перемички

Схема на рис. 4.23 дає можливість усунути вплив опору перемички $r_{01} + r_1$ практично будь-якого значення. Тому вона може використовуватися при вимірюванні СПТО аж до гелієвих температур (13-40) К, для яких опір підвідних проводів більше, ніж вимірюваний опір $r_1/R_t > 1$. Для всіх інших температур, наприклад, для яких виконується умова $r_1/R_t < 0,1$, можна запропонувати схему, що зображена на рис. 4.24. У цій схемі використовується один контур зрівноваження.

Але послідовно з основним контуром (обмотка m_{11}) включений проміжний трансформатор Т2, вторинні обмотки якого мають однакове число витків. З умови рівноваги для індуктивного характеру ТПС $Z_X = R_t + j\omega L$ отримаємо вимірювальне рівняння в комплексному вигляді:

$$\frac{m_2}{m_{02}} \left(\frac{m_{11}}{m_0} + \frac{j\omega\tau m_{12}}{m_0} \right) = R_t + j\omega L, \quad (4.38)$$

де $j\omega\tau$ – коефіцієнт передачі квадратурного фазообертача (КФ).

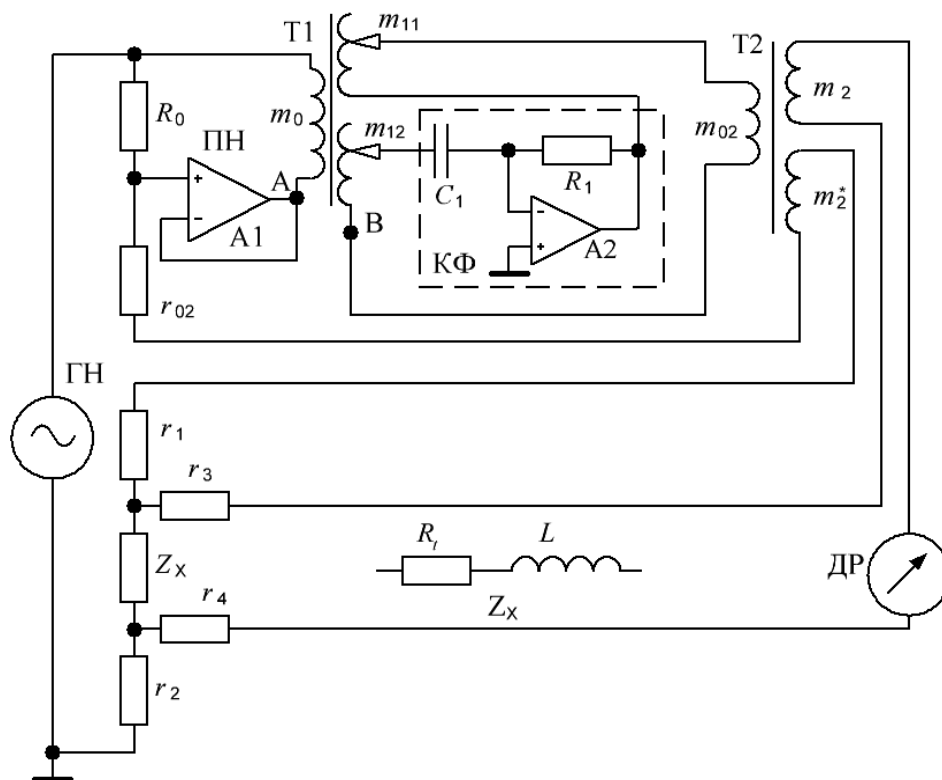


Рис. 4.24. Термометричний КМВК з компенсацією впливу перемички

За однакової кількості витків $m_2 = m_2^*$ на вході повторювача напруги ПН буде діяти падіння напруги на опорах r_1 , r_2 і r_{02} . Якщо прийняти, що $r_1 = r_2 = r \gg r_{02}$, то похибка їх компенсації в схемі на рис. 4.24 буде визначатися виразом $\delta = \delta_{\text{ПН}} (2r/R_t)$ [180]. Похибка $\delta_{\text{ПН}}$ визначається посиленням операційного підсилювача А1 на робочій частоті [181]. Для підсилювача типу LT1354 на частоті 100 Гц похибка може становити $\delta = (1-0,5) \text{ ppm}$.

4.3.2 Коаксіальні подвійноекрановані термометричні КМВК

Реалізація коаксіального подвійноекранованого підключення (рис. 4.21) часто обмежена можливостями конструкції давача. Але для прецизійних температурних вимірювань додаткові труднощі можуть бути обумовлені конструкцією і методикою підготовки реперних точок. Виділимо кілька особливостей реалізації подвійноекранованого підключення СПТО. По-перше, поперечні параметри Y_i на схемі (рис.4.13) при вимірюванні основної активної складової Z_x створюють невеликі похибки $\sim 0,1-0,01$ ppm [126]. Але для довгих вимірювальних кабелів і трансформаторів з тісним індуктивним зв'язком паразитні ємності досягають кілька нанофарад. Тому при вимірюванні (компенсації) реактивної складової помилка може перевищувати 100% [127, 182]. Неконтрольоване збільшення довжини кабелю і, відповідно, шунтуючої ємності, може створити ситуацію, коли за характером фазового зсуву імпедансна модель зміниться з послідовної індуктивної на паралельну ємнісну схему заміщення. У результаті це може потребувати змін у структурі каналу зрівноваження [129]. По-друге, конструктивно неможливо екранувати платинові дроти чутливого елемента всередині кварцового корпусу СПТО (рис. 3.4). Однак можна екранувати дроти поза кварцовою трубкою. По-третє, організувати екранну оболонку для СПТО також непросто. Будь-які зміни в конструкції ампули реперної точки – неможливі. Тому екранна оболонка може бути тільки зовні цієї ампули. Нижче розглянуті варіанти коаксіального подвійноекранованого підключення СПТО в трансформаторних термометричних КМВК.

На рис. 4.25 представлена схема, в якій реалізована конфігурація підключення 3×3 , тобто три тризатискних коаксіальних подвійноекранованих порта. Ця схема є прямою комбінацією підключення відомого чотирипарного об'єкта до КМВК з повним екіпотенціальним захистом у струмовій і потенціальній гілці за допомогою коаксіального подвійноекранованого кабелю (схеми 1 і 6 з таблиці 4.7). У ній екіпотенціальний захист поширюється не тільки на прилад і кабель, але і на частину виводів до чутливого елемента СПТО, екрани E1, E2, E3. Чоти-

рипарне підключення СПТО забезпечується за допомогою екранної оболонки E , яка оточує ампулу реперної точки. Схема може використовуватися з будь-якими типами СПТО з таблиці 4.6 у всьому діапазоні температур. Однак слід пам'ятати, що при вимірюванні кріогенних температур опір r_2 може перевищувати опір R_t . Тому детектор ДР повинен мати хороший коефіцієнт подавлення синфазного сигналу. Для цього у вхідному каскаді детектора включають диференціальний трансформатор з гальванічно розв'язаними екранами первинної і вторинної обмоток [10]. Нам вдалося забезпечити прохідні ємності між витками трансформатора менше 0,01 пФ. У підсумку на робочій частоті 125 Гц були отримані коефіцієнти подавлення синфазного сигналу краще 120 дБ.

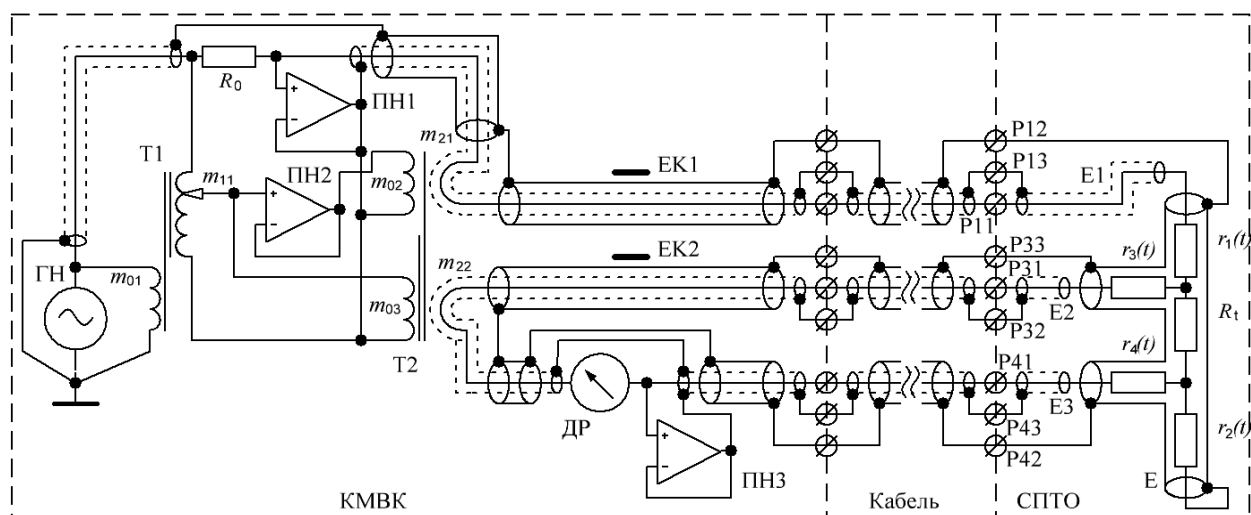


Рис. 4.25. Коаксіальний подвійноекранований термометричний міст з конфігурацією підключення 3×3

Для діапазону температур, де опір проводів r_2 буде істотно менше R_t , можна використовувати спрощену схему, представлену на рис. 4.26. У цьому випадку падінням напруги на r_2 можна знехтувати і, отже, немає необхідності захищати струмові й потенціальні гілки з низьким потенціалом. Оболонка для чотирипарного підключення виконує функції екрана, робочий струм через неї не протікає, тому вона може підключатися до КМВК через затискач заземлення. Це дає змогу

обмежитися конфігурацією підключення 2×3, і таким чином побудувати коаксіальний подвійноекранований термометричний міст [129].

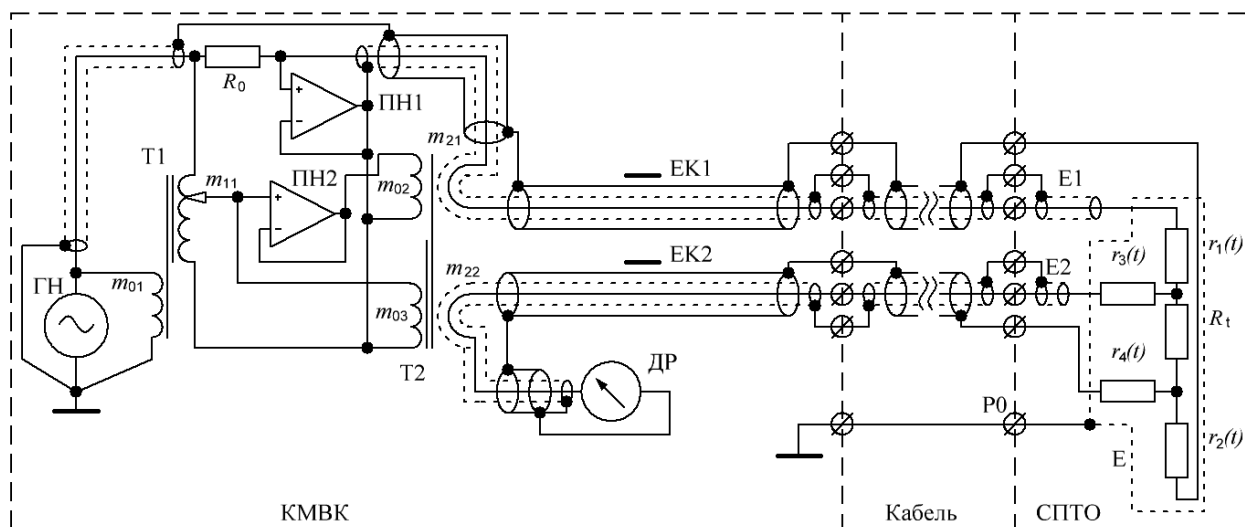


Рис. 4.26. Коаксіальний подвійноекранований термометричний міст з конфігурацією підключення 2×3

4.3.3 Термометричні трансформаторні КМВК з комбінованим перетворенням

Індуктивний дільник є складним і дорогим елементом вимірювального кола. Для його спрощення і зменшення часу зрівноваження пропонується комбінований метод зрівноваження [183]. Він має кілька відмінних ознак.

По-перше, в якості детектора рівноваги використовується векторний вольтметр. Якщо фази генератора, що живить міст, і опорного сигналу вольтметра збігаються, то виміряні напруги можна представити як синфазну $U_s (\sin)$ і квадратурну $U_Q (\cos)$ складові:

$$U_D = \text{Re}(U_D) + j\text{Im}(U_D) = U_s + jU_Q. \quad (4.39)$$

По-друге, застосовується екстраполяційний метод оцінки нерівноваги моста, заснований на формуванні варіаційного тестового сигналу і логотричному перетворенні сигналу нерівноваги до і після варіаційного сигналу. Такий метод названий варіаційним [10]. Вперше він був застосований для зрівноваження трансформаторних мостів при вимірюванні високоомних об'єктів ємнісного характеру з паралельною схемою заміщення [184].

Основні векторні співвідношення екстраполяційного методу зрівноваження в термометричних мостах розглянуті в [180]. У роботі використана спрощена КМВК без додаткового трансформатора Т2, що на рис. 4.24. У незрівноваженому стані моста напруга нерівноваги на вході векторного вольтметра VV визначається виразом

$$U_D = IR_0(p + jq - Z_X/R_0) = IR_0E, \quad (4.40)$$

де $p = m_{11}/m_0$ – початковий регульований параметр синфазної складової сигналу;

$q = m_{12}/m_0$ – початковий регульований параметр синфазної складової сигналу;

$I = U_0/(R_0 + Z_X)$ – робочий струм;

E – відхилення від рівноваги у кроках індуктивного діляника напруги.

Коефіцієнт передачі КФ на фіксованій частоті для спрощення дорівнює одиниці $\omega\tau = 1$. У початковому (незрівноваженому) стані кола регульовані параметри містять по дві складові: рівноважну і помилки $p = p_B + p_E$, $q = q_B + q_E$.

Помилка E є комплексною величиною. За визначенням вона описується наступними рівняннями:

$$\begin{cases} E = p_E - jq_E \\ p_E = p - R_t/R_0 \\ q_E = q - Q/R_0 \end{cases} \quad (4.41)$$

Рівноважні складові регульованих параметрів (p_B, q_B) визначають складові імпедансу СПТО:

$$\begin{cases} R_t = (p - p_E)R_0 = p_B R_0 \\ Q = (q - q_E)R_0 = q_B R_0 \end{cases} \quad (4.42)$$

Комбінований метод складається з двох етапів перетворення. На першому етапі міст зрівноважується варіаційним методом і визначається залишковий сигнал нерівноваги E_1 відповідно до алгоритму.

1. Проводиться вимірювання вихідного сигналу нерівноваги U_{D1} (синфазної U_{S1} і квадратурної U_{Q1} складових):

$$U_{D1} = U_{S1} + jU_{Q1} = IR_0 E_1. \quad (4.43)$$

2. Здійснюється варіація регульованого параметра p шляхом зміни числа витків обмотки m_1 . Величина варіації дорівнює $p_{V1} = m_{MSB}/m_0$. Як правило, ця величина відповідає одиниці дискретності старшої декади m_{MSB} .

3. Вимірюються складові отриманого сигналу нерівноваги U_{D2} (синфазної U_{S2} і квадратурної U_{Q2}) після варіації:

$$U_{D2} = U_{S2} + jU_{Q2} = IR_0 (E_1 + p_{V1}). \quad (4.44)$$

Із спільного рішення рівнянь (4.43) і (4.44) отримаємо вираз для помилки E_1 :

$$E_1 = p_{V1} \frac{U_{D1}}{U_{D2} - U_{D1}} = p_{V1} (A_1 + jB_1). \quad (4.45)$$

Як комплексна величина помилка E_1 містить дійсну A_1 і уявну B_1 частини. Після підстановки рівнянь (4.43) і (4.44) в рівняння (4.45) отримаємо

$$\begin{cases} A_1 = \frac{U_{S1}(U_{S1} - U_{S2}) + U_{Q1}(U_{Q1} - U_{Q2})}{(U_{S1} - U_{S2})^2 + (U_{Q1} - U_{Q2})^2} \\ B_1 = \frac{U_{Q1}(U_{S1} - U_{S2}) + U_{S1}(U_{Q1} - U_{Q2})}{(U_{S1} - U_{S2})^2 + (U_{Q1} - U_{Q2})^2} \end{cases} \quad (4.46)$$

4. Обчислюються складові помилки регульованих параметрів:

$$\begin{cases} p_{E1} = A_1 p_{V1} \\ q_{E1} = B_1 p_{V1} \end{cases} \quad (4.47)$$

Рівняння (4.45) є суттю логометричного перетворення в комбінованому методі. А рівняння (4.47) дає змогу оцінити величину небалансу моста в кроках тестового (варіаційного) сигналу.

5. Далі визначаються рівноважні значення регульованих параметрів вимірювального кола на першому етапі і фіксуються у вигляді числа витків у відповідних розрядах індуктивного дільника напруги:

$$\begin{cases} p_B = p - p_{E1} \\ q_B = q - q_{E1} \end{cases} \quad (4.48)$$

На другому етапі вимірювання сигнал небалансу моста посилюється. Варіація здійснюється зміною числа витків молодшої декади $p_{V2} = m_{LSB}/m_0$. Операції згідно з пп. 1-5 повторюються. Далі визначаються значення помилки E_2 і рівноважні значення регульованих параметрів p_{B2} і q_{B2} за формулами, аналогічними (4.43 - 4.48) при визначенні параметрів E_1 , p_{B1} і q_{B1} :

$$\begin{cases} E_2 = p_B - R_t/R_0 - jQ/R_0 = p_{V2}(A_2 + jB_2) \\ p_{E2} = A_2 p_{V2} \\ q_{E2} = B_2 p_{V2} \end{cases} \quad (4.49)$$

При відсутності методичних похибок число етапів обчислення помилки визначається необхідною розрядністю індуктивного дільника та розрядністю векторного вольтметра. Результати обчислення на першому і другому етапах визначені в частках варіаційного сигналу. Тому їх точність відповідає точності дільника напруги із тісним індуктивним зв'язком. Результати обчислення на останньому етапі (для нашого випадку це може бути другий етап) можна не записувати в регістр індуктивного дільника, тобто залишити вимірювальне коло незрівноваженим за молодшими розрядами. Це відповідно спрощує конструкцію індуктивного дільника. Обчислені рівноважні значення параметрів p_{B2} і q_{B2} підсумовуються з попередніми шляхом запису тільки в регістри молодших розрядів обчислювального пристрою. У загальному вигляді результат вимірювання інформативного параметра можна представити у вигляді

$$\begin{cases} R_t = R_0 \cdot (p - p_{E1} - p_{E2}) = R_0 \cdot (p - A_1 p_{V1} - A_2 p_{V2}) \\ Q = R_0 \cdot (q - q_{E2}) = R_0 \cdot (q - B_2 p_{V2}) \end{cases} \quad (4.50)$$

Перевага методу проявляється завдяки апіорній інформації про імпеданс СПТО. Відомо, що реактивна складова Q імпедансу СПТО на кілька порядків менша активної складової R_t . Тоді формат числа q_B буде представлений з нулями у старших розрядах. Наприклад, $q_B = 0,000358$. Нульові значення немає сенсу записувати в регістри дільника. Для дотримання цієї вимоги обмежимо мінімальну дискретність індуктивного дільника натуральним числом N_{IVD} . Умови для спрощення дільника виглядають таким чином:

$$10^{-N_{IVD}} < \operatorname{tg} \varphi \quad \text{для декадної структури дільника;} \quad (4.51a)$$

$$2^{-N_{\text{WD}}} < \text{tg}\varphi \text{ - для бінарної структури дільника.} \quad (4.516)$$

Тому при дотриманні умов (4.51) у схемі на рис. 4.24 дільник квадратурної складової m_2 і фазообертач КФ можна виключити. Результати обчислень за основним параметром $p_{\text{В1}}$ записуються в регістри індуктивного дільника і регістри старших розрядів обчислювального пристрою. В результаті першого етапу міст буде збалансований з точністю до 0,5 LSB векторного вольтметра.

Поряд з корисними властивостями схема на рис. 4.24 має недолік – при проведенні варіації струм в ланцюзі міра/об'єкт змінюється (рівняння (4.40)). Це призводить до виникнення нелінійності в рівнянні (4.45) обчислення вектора помилки і як наслідок до ускладнення визначення рівноважного стану індуктивного подільника варіаційним методом. Детально властивості такого кола розглянуті в [183]. Нижче наведені основні співвідношення. Рівняння для напруг нерівноваги до і після варіації можна записати у вигляді системи

$$\begin{cases} U_{\text{D1}} = U_0 \frac{E}{1-E} \\ U_{\text{D2}} = U_0 \frac{E + p_V K_2}{1-(E + p_V K_2)} \end{cases} \quad (4.52)$$

Підставляючи вирази з останньої системи в рівняння (4.45), отримаємо квадратне рівняння щодо вектора E :

$$\frac{E(1-E-p_V K_2)}{p_V K_2} = A + jB. \quad (4.53)$$

Після поділу на дійсну і уявну частини і розв'язку відповідних рівнянь отримаємо більш точні вирази для складових нерівноваги:

$$\begin{cases} p_E = \frac{(1 - p_V K_2) \pm \sqrt{(1 - p_V K_2)^2 - 4(A p_V K_2 - q_E^2 K_2^2)}}{2K_2} \\ q_E = \frac{B p_V}{(1 - 2p_E K_2 - p_V K_2)} \end{cases} \quad (4.54)$$

Якщо ігнорувати обчислення відповідно до системи (4.54) і обчислювати складові вектора E^* за формулами (4.47) і (4.49), то виникає похибка обчислення Δ , яка має комплексний характер [183]:

$$\Delta = E - E^* = \Delta p K_2^2 (\Delta p + p_B) - \Delta q^2 K_2^2 + j \Delta q K_2^2 (2\Delta p + p_B). \quad (4.55)$$

Графік дійсної частини цієї похибки зображений на рис. 4.27. Як впливає з графіка, максимальна похибка обчислення нерівноваги може досягати 0,8%.

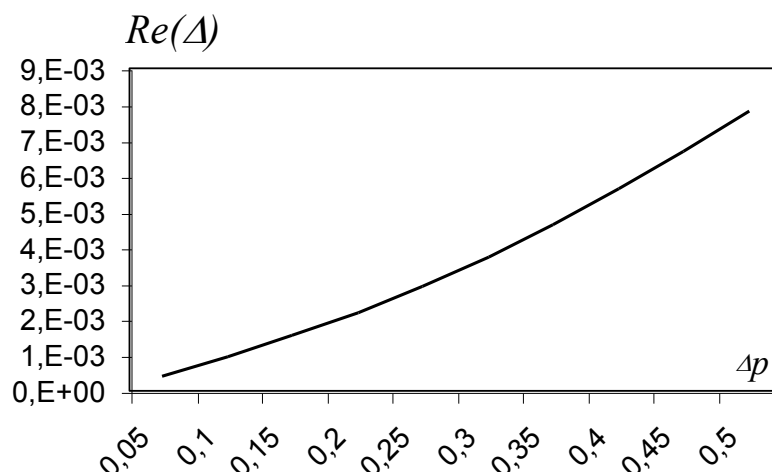


Рис. 4.27. Графік дійсної частини похибки Δ

Її вплив можна нівелювати на першому етапі шляхом проведення декількох ітерацій зрівноваження. Відповідно зменшиться швидкодія. Але тоді на кожному етапі перетворення ця похибка обмежить похибку зрівноваження на рівні семи старших двійкових розрядів векторного вольтметра. Решта молодші розряди будуть призводити до нелінійності підсумкового перетворення (4.50). Для виключення зазначених недоліків комбінованого методу в схемі на рис. 4.24 для обчислення нерівноваги необхідно користуватися точним виразом (4.54).

4.4 Прецизійні кондуктометричні КМВК для ЧКД з розрахунковим значенням константи

4.4.1 Проблеми аномальних КМВК при побудові кондуктометричних приладів з чотириелектродними давачами

Зсув фаз в об'ємному імпедансі чотириелектродного давача, як показано в [109, 185], обумовлений параметрами розчину: електролітичною провідністю σ і діелектричною проникністю ε . Вираз для тангенса фазового кута для поля, що змінюється за гармонічним законом, можна отримати із закону повного струму для однорідного ізоморфного середовища:

$$J_{total} = \sigma E + \frac{\partial D}{\partial t} = (\sigma + j\omega\varepsilon_0\varepsilon)E = \sigma E(1 + jtg\varphi), \quad (4.56)$$

де $\omega\varepsilon_0\varepsilon / \sigma = tg\varphi$.

На рис. 4.28 представлені частотні залежності тангенса фазового кута в діапазоні можливих змін електролітичної провідності розчинів електролітів.

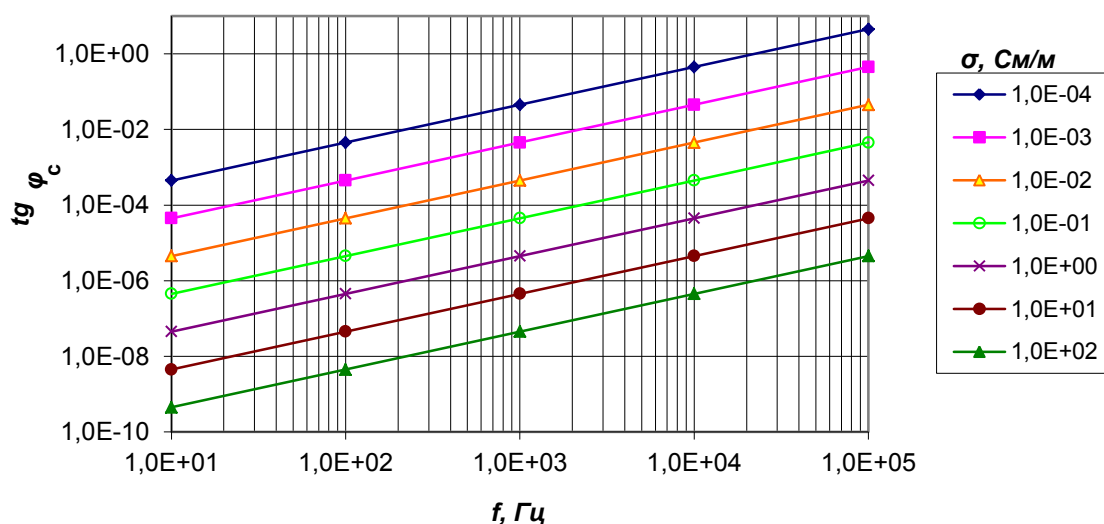


Рис. 4.28. Частотні залежності тангенса фазового кута розчинів електролітів

У загальному випадку електрична модель складається із суми електрохімічного та об'ємного імпедансу, рис.2.11. Але для більшості водних розчинів електrolітів (крім дуже розбавлених розчинів на високій частоті) двоелементна схема заміщення кондуктометричного інтерфейсу є ближчою до послідовної. Таким чином результати вимірювання на практиці представлені імпедансною електричною моделлю. У той час як відповідно до рис. 2.14 та формули (2.27) об'ємний імпеданс представлений двоелементною паралельною схемою заміщення. Імпедансна форма подання при паралельній схемі заміщення інформативного параметра призведе до похибки [109]. Цей вид похибки був визначений в розділі 2 ((2.14), рис. 2.10) при розрахунку активного опору стовпа рідини. Для розбавлених розчинів ($\sigma < 1$ мСм / м) зазначена похибка є суттєвою вже на частоті 1 кГц. Для дистильованої води, $\sigma = (0,2-0,3)$ мСм / м, похибка досягає $(0,01-0,02)\%$. При цьому, як випливає з таблиць 4.3 і 4.5, для виключення впливу опорів у потенційній гілці давачів у найпростішому випадку для побудови КМВК необхідно використовувати схему порівняння напруг. КМВК з порівнянням напруг для вимірювання параметрів об'єкта за паралельною схемою заміщення в [176] отримали назву аномальних кіл. У цьому випадку без використання вимірювальних перетворювачів у вигляді залежних джерел струму або джерел струму керованих напругою (ДСКН), на практиці не обійтися. Пристрої типу «залежне джерело» широко використовуються в аналізі електричних кіл [173, 186]. Основи їх побудови розглянуті в [181, 187]. Вони засновані на підсилюючих елементах, охоплених зворотним зв'язком. У таких пристроях забезпечити високу точність або хоча б лінійність на рівні $(1 - 0,1)$ ppm практично неможливо. Складність полягає в тому, що процес зрівноваження в цифрових прецизійних КМВК має відбуватися за рахунок зміни S - крутизни перетворення ДСКН. Тому крутизна ДСКН повинна керуватися цифровим кодом N .

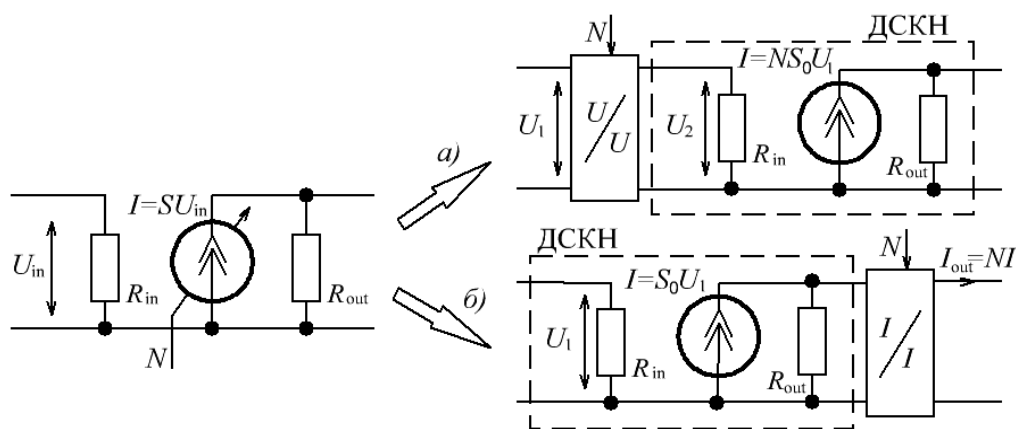


Рис. 4.29. Схема ДСКН з керованою крутизною перетворення

На рис. 4.29 представлено узагальнену схему ДСКН і два варіанти реалізації. Варіант а) – ДСКН з масштабним перетворювачем напруги у входному колі керування джерелом. Варіант б) – ДСКН з масштабним перетворювачем струму в вихідному колі джерела. Характеристики ДСКН: лінійність крутизни перетворення, входні та вихідні опори повинні бути достатніми для подавлення впливу неінформативних параметрів і зниження похибки до рівня одиниць ppm. Таке завдання можна вирішити за допомогою багатоконтурних кіл. При цьому якщо кола основного каналу є трансформаторними, то і додаткові контури логічно використовувати такими ж. Розглянемо цю задачу більш детально.

4.4.2 Багатоконтурні кондуктометричні трансформаторні КМВК

Принцип дії багатоконтурних кондуктометричних КМВК можна розглянути на основі узагальненої функціональної схеми, рис. 4.30. На схемі основний контур зрівноваження містить: об'єкт вимірювання - ЧКД з вимірюваним параметром Z_X і невимірюваними параметрами $Z_1 - Z_4$, регульовані обмотки m_1 і m_2 і нерегульовану обмотку m_5 , міри R_0 , C_0 , детектор ДР1.

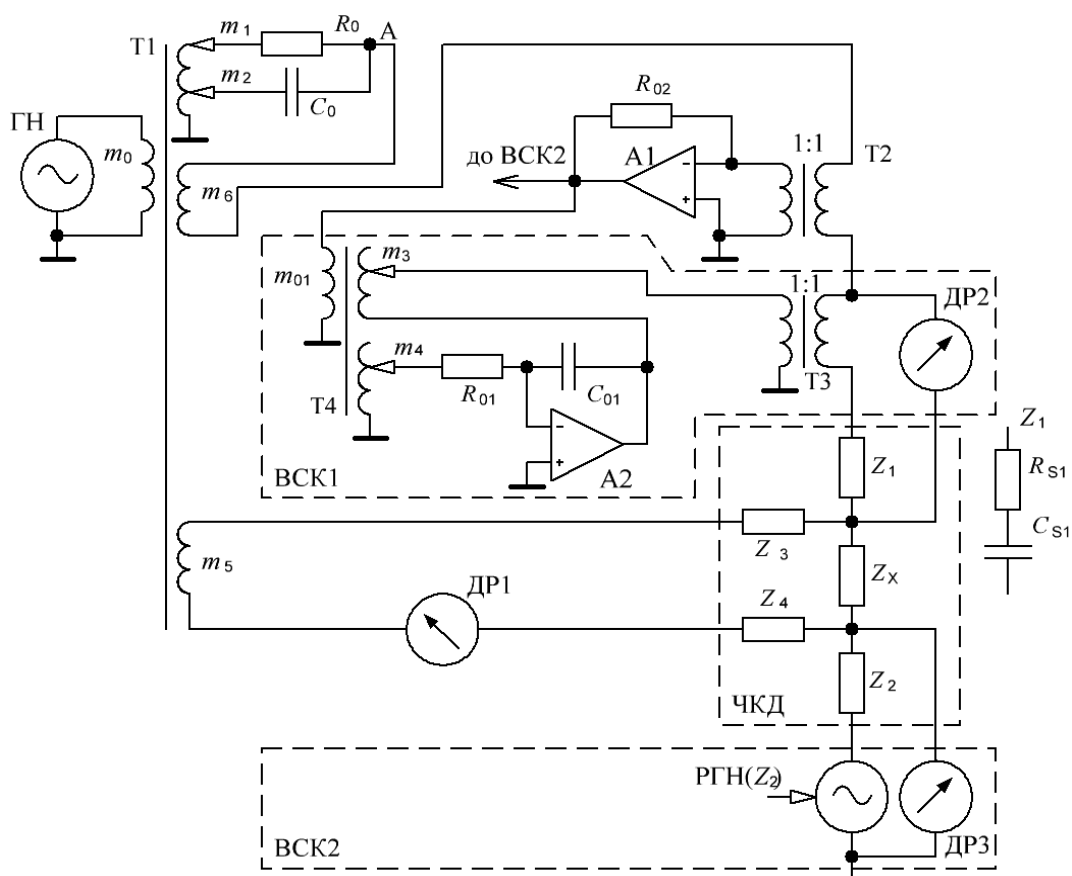


Рис. 4.30. Схема узагальненого багатоконтурного кондуктометричного трансформаторного КМВК

Обмотки m_1 , m_2 і міри R_0 , C_0 , за умов, що потенціал точки А близький до нуля, виконують функцію джерела струму ДСКН. Як випливає з таблиці 4.5, забезпечення лінійного перетворення можливо при вихідному опорі ДСКН, що прямує до нескінченності. Для реалізації такої властивості необхідно, щоб вихідний струм джерела не залежав від вхідного імпедансу чотириелектродного давача. Цей імпеданс дорівнює сумі трьох імпедансів Z_1 , Z_x і Z_2 . Метод багатоконтурних КМВК заснований на компенсації падіння напруги на кожній складовій вхідного імпедансу. Тому в кондуктометричну КМВК вводять три додаткових контури зрівноваження. Два контури мають однакову функціональну схему. Вони являють собою векторну схему для компенсації (ВСК1 і ВСК2) падіння напруги відповідно на імпедансах Z_1 і Z_2 . Третій контур призначений для компенсації падіння напруги на вимірюваному імпедансі Z_x . Він представлений обмоткою m_6 ,

що за числом витків рівна обмотці m_5 . Решта складових додаткового контура збігається з основним контуром.

Принцип роботи багатоконтурного КМВК полягає в наступному. У вхідній гілці ЧКД протікає струм I_X , який у загальному випадку в незрівноваженому ланцюзі може залежати не тільки від ЕРС обмоток m_1 , m_2 і мір R_0 , C_0 , але і від імпедансів Z_1 , Z_X , Z_2 . Цей струм через трансформатор струму Т2 надходить на вхід перетворювача струм\напруга, реалізованого на підсилювачі А1. Напруга, пропорційна робочому струму, подається на схеми компенсації ВСК1 і ВСК2. Вхідним каскадом ВСК1 є трансформатор Т4. Його вторинні обмотки m_3 і m_4 , а також квадратурний фазообертач на підсилювачі А2 створюють на первинній обмотці трансформатора напруги Т3 напругу, амплітуда і фаза якої може регулюватися за допомогою зміни числа витків обмоток m_3 і m_4 . Таким чином вторинна обмотка трансформатора Т3 є регульованим джерелом напруги РГН (Z_1), яка служить для компенсації падіння напруги, викликаного довільним струмом I_X , на неінформативному параметрі давача - імпедансі Z_1 . Напруга на вході детектора рівноваги ДР2 буде визначатися таким виразом:

$$U_{D2} = I_X \left(R_{S1} + \frac{1}{j\omega C_{S1}} \right) - \left[I_X R_{02} \left(\frac{m_3}{m_{01}} + \frac{m_4}{m_{01}} \frac{1}{j\omega R_{01} C_{01}} \right) \right]. \quad (4.57)$$

При зрівноваженні контура ВСК1 напруга на вході детектора ДР2 дорівнюватиме нулю. Зрівноваження здійснюється окремо за квадратурними складовими імпедансу Z_1 . Складові не є інформативними параметрами, але можуть бути визначені з умови рівноваги, виходячи з наступних рівнянь:

$$R_{S1} = R_{02} m_3 / m_{01}; \quad (4.58)$$

$$C_{S1} = C_{01} R_{01} m_{01} / R_{02} m_4. \quad (4.59)$$

Аналогічним чином компенсується падіння напруги на імпедансі Z_2 за допомогою контура ВСК2, що виконує функцію регульованого джерела напруги РГН (Z_2).

Компенсація падіння напруги на імпедансі Z_X здійснюється за допомогою формування ЕРС на обмотці m_6 . Точна компенсація досягається за умови, що основний контур повністю зрівноважений. Далі цей процес представлено більш докладно.

У теорії вимірювання пасивних величин існують дві форми подання імітанса: імпедансна і адмітансна [10], пов'язані між собою обернено пропорційною залежністю. Виходячи з найпростішої векторної діаграми, в імпедансній моделі підсумовуються дві ортогональні складові, що мають розмірність опору, а в адмітансній моделі підсумовуються дві ортогональні складові, що мають розмірність провідності. В ЧКД з паралельною схемою заміщення імпедансу Z_X , щоб уникнути похибки (2.14), доцільно застосовувати адмітансну модель:

$$Y_X = 1/Z_X = G_X + j\omega C_X. \quad (4.60)$$

На вході детектора ДР1 буде діяти така напруга:

$$U_{D1} = U_0 \left\{ \left[\left(\frac{m_1}{m_0} + \frac{m_6}{m_0} \right) \frac{1}{(R_0 + 1/G_X)} + j \left(\frac{m_2}{m_0} + \frac{m_6}{m_0} \right) \frac{\omega C_0}{(1 + C_0/C_X)} \right] \frac{1}{Y_X} - \frac{m_5}{m_0} \right\}. \quad (4.61)$$

Шляхом зміни числа витків обмоток m_1 і m_2 напругу U_{D1} приводять до нуля. Рівновага в основному контурі і повна компенсація падіння напруги на імпедансі Z_X досягаються синхронно за такої умови:

$$\begin{cases} G_X = m_1/R_0 m_5 \\ C_X = C_0 m_2/m_5 \\ m_5 = m_6 \end{cases} \quad (4.62)$$

Спільна дія трьох додаткових контурів зрівноваження створює в точці А (низькопотенціальна частина мір R_0 і C_0) напругу, близьку до нуля. Отже, квадратурні струми, створювані мірами R_0 і C_0 , не залежатимуть від параметрів навантаження. Це еквівалентно тому, що вихідний опір такого джерела струму близький до нескінченності.

Схему КМВК, представлену на рис. 4.30, можна спростити, якщо використовувати апріорну інформацію про структуру і властивості імпедансів Z_1 і Z_2 . Кожен з цих імпедансів складається з послідовно включених імпедансів: електрохімічного і об'ємного. Електрохімічний імпеданс діє в тонкому шарі на межі електрод / розчин. Його дійсна частина на робочій частоті 1 кГц прямує до нуля (розділ 2). Об'ємний імпеданс Z_{B1} і Z_{B2} визначає опір стовпів рідини бічних трубок, рис. 3.12. Їх еквівалентна схема представлена паралельною ємнісною схемою заміщення і збігається зі схемою заміщення вимірюваного імпедансу Z_X .

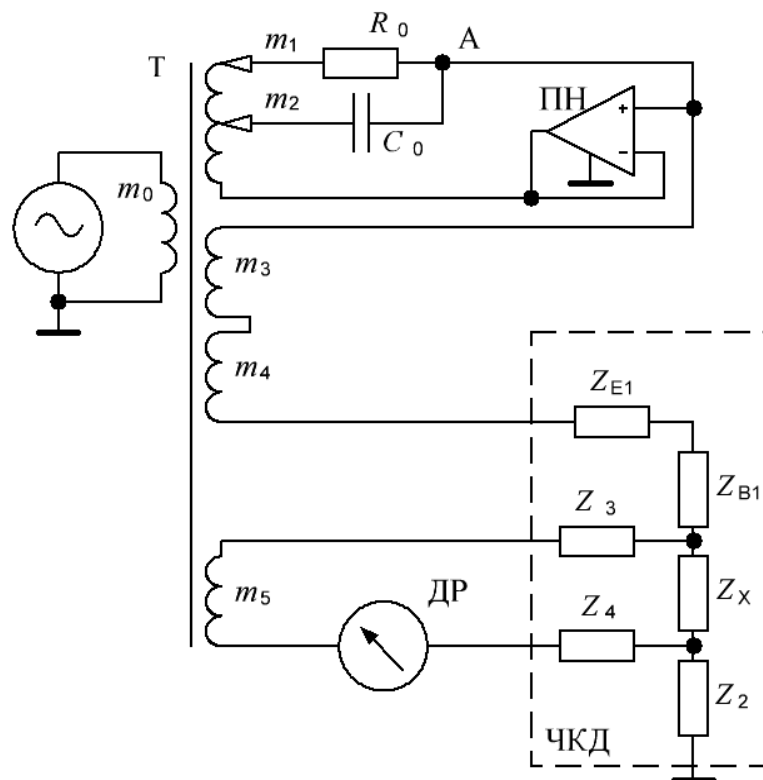


Рис. 4.31. Схема багатоконтурного кондуктометричного трансформаторного КМВК для давачів з подавленими ($Z_E \approx 0$) електрохімічними імпедансами

Виходячи з цього, додаткові контури зрівноваження ВСК1 і ВСК2 (див. рис. 4.30) можна спростити, замінивши регульовані джерела напруги РГН на нерегульовані джерела. Роль останніх можуть виконувати дві додаткові обмотки m_3 та m_4 на трансформаторі Т1 (див. рис. 4.30), що включаються послідовно з мірами R_0 і C_0 . Спрощена схема такого кондуктометричного багатоконтурного КМВК зображена на рис.4.31. Припустимо, що довжина центральної та бокових трубок комірки (на рис. 3.12 вони відповідно зображені як L і l) буде однаковою.

Нехай число витків обмоток m_3 та m_4 буде відповідати умові

$$m_3 + m_4 = m_5 \left(1 + \frac{Z_{B1} + Z_{B2}}{Z_X} \right)^{Z_{B1}=Z_{B2}} = m_5 \left(1 + \frac{2l}{L} \right)^{l=L} = 3m_5. \quad (4.63)$$

Тоді ЕРС обмоток m_3 та m_4 буде компенсувати падіння напруги на імпедансах Z_{B1} , Z_{B2} і Z_X . За однакового характеру і модуля імпедансів Z_{B1} , Z_{B2} і Z_X обидві обмотки можна поєднати в одну з відповідною умовою (4.63). Залишкове падіння напруги на імпедансах Z_{E1} і Z_{E2} (на рис.4.31 не показане) через повторювач напруги ПН буде підсумовуватися з напругою на обмотках m_1 , m_2 . У результаті напруга в точці А буде практично дорівнювати потенціалу загального проводу. Напругу на вході детектора ДР можна оцінити за такою формулою:

$$U_D = U_0 \left[\left(\frac{m_1}{m_0} \frac{1}{R_0} + j\omega C_0 \frac{m_2}{m_0} \right) \frac{1}{(G_X + j\omega C_X)} - \frac{m_5}{m_0} \right] \quad (4.64)$$

У стані рівноваги кола ($U_D = 0$) отримаємо вирази для параметрів G_X і C_X . При дотриманні умов (4.63) вони повністю збігаються з першими двома рівняннями системи (4.62).

Незважаючи на гадану простоту (у порівнянні із схемою на рис.4.30), схема на рис. 4.31 має два додаткових контури компенсації падіння напруги. Перший контур – це обмотка m_6 , напруга якої в стані рівноваги основного контура дорів-

нює падінню напруги на розрахункових параметрах об'ємних імпедансів Z_{B1} , Z_{B2} і Z_X . Другий контур – це коло позитивного зворотного зв'язку, який за допомогою повторювача напруги на ОП, дає змогу залишкове падіння напруги на імпедансах Z_{E1} і Z_{E2} підсумувати з напругою основного контура з регульованими обмотками m_1 і m_2 . Такі кола в [178] названі зрівноваженими системами із статичним регулюванням. Обидва додаткових контура дають можливість сформувати струм через міри R_0 і C_0 незалежно від вхідного опору ЧКД (тобто забезпечити вихідний опір ДСКН, близький до нескінченності).

4.4.3 Коаксіальні подвійноекрановані кондуктометричні трансформаторні КМБК

У прецизійних кондуктометричних вимірюваннях практично завжди з високою точністю стабілізують температуру рідини, що вимірюється. Для цього кондуктометричний давач поміщають в термостат. Корпус термостата може виконувати функцію екрана від електричних і магнітних наводок. Однак з міркувань безпеки корпус повинен бути заземлений. Через корпус можуть замикатися струми конденсаторів мережевого фільтра.

З цієї причини недоцільно використовувати корпус термостата в якості оболонки для чотирипарного включення. В якості такої оболонки можна застосувати ділянку металевої фольги або сітки, закріпленої відразу за захисною кварцовою трубкою ЧКД, рис. 4.19. У цьому випадку фольга також опиниться в термостаті. Тому через неї не можна пропускати зворотний робочий струм. Але її можна використовувати як екранну оболонку для захисту від наводок. Схема такого еквіпотенціального захисту прецизійного ЧКД показана на рис. 4.32. У ній реалізована конфігурація підключення 4×2 , тобто чотири порти по два затикачі. Ця конфігурація кардинально відрізняється від відомого чотирипарного підключення тим, що кожен з екранів має свій окремий потенціал, близький (в ідеалі рівний) потенціалу центрального проводу.

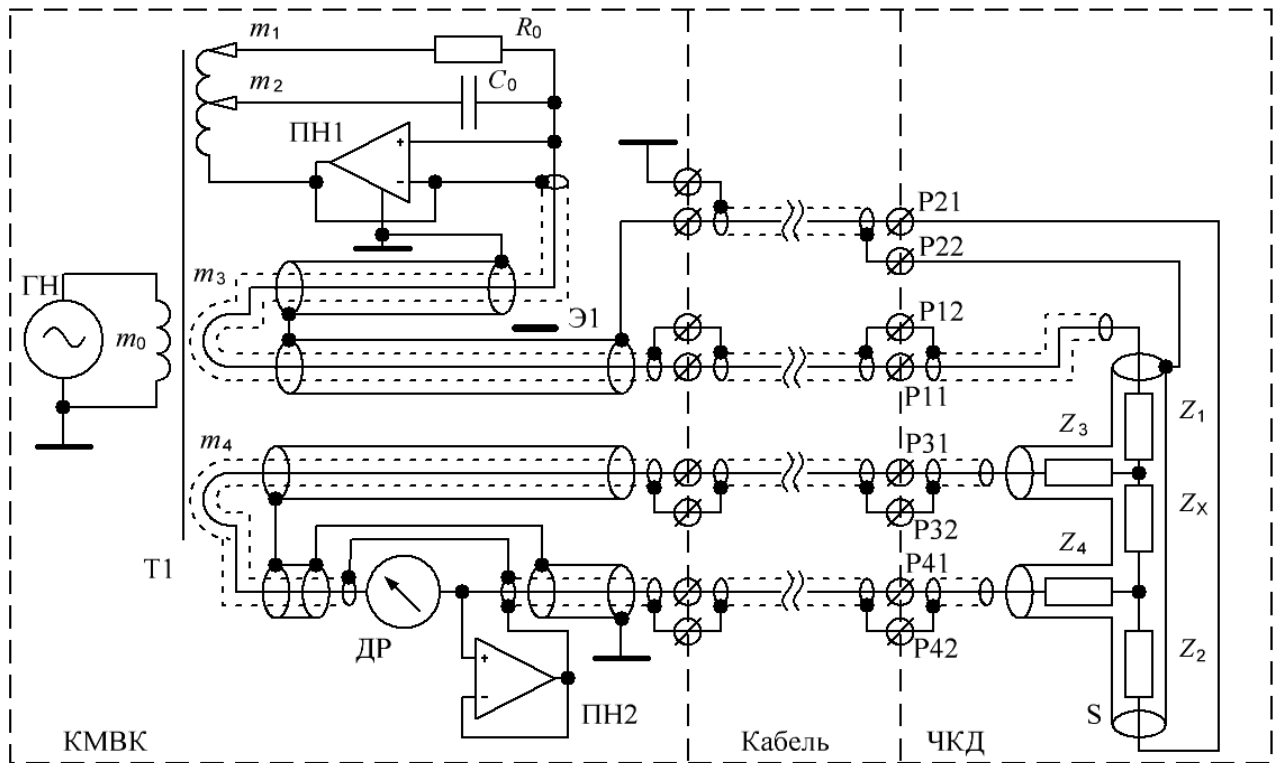


Рис. 4.32. Коаксіальний подвійноекраниваний кондуктометричний міст

Таке підключення дає змогу забезпечити повний екіпотенціальний захист, включаючи захист всередині давача, аж до чутливого елемента. У той же час всередині приладу можна реалізувати коаксіальне подвійноекраниване підключення з конфігурацією 3×3 , тобто три порти по три затискачі. Це дозволить зменшити до мінімуму площу струмових і потенціальних контурів, а значить, знизити рівень наводки (включаючи синфазну), яка обумовлена магнітними зв'язками всередині приладу.

4.5 КМВК для перетворення інформативних параметрів диференціальних ДКД

Імпедансні методи вимірювання в біосенсоріці слід віднести до прецизійних кондуктометричних вимірювань. Причина не тільки у розмірі та складності визначення поправок до невилученої систематичної похибки давача, зумовленої багатoelementною електричною моделлю та розбіжністю між параметрами дифе-

ренціального ДКД, що зазначені в розділі 3. Важливо відзначити, що вимоги до основних метрологічних характеристик: стабільності, абсолютної чутливості, лінійності функції перетворення для біосенсорних приладів, такі ж самі, як і до прецизійних кондуктометричних приладів. Дійсно, для зниження впливу електродних процесів рекомендується прикладати до диференціальних ДКД змінну напругу амплітудою не більше 10 мВ. Якщо динамічний діапазон приладів при вимірюванні інформативного параметра прийняти 60 дБ (3 декади), то (з урахуванням, що сам інформативний параметр становить кілька відсотків від активної складової імпедансу селективного давача) одиниці молодшого розряду буде відповідати напруга 100 нВ. Ця величина спів мірна з граничною абсолютною чутливістю, що визначається щільністю розподілу напруги теплових шумів. Тому для ДКД, що використовуються в біосенсориці, необхідний вимірювальний перетворювач з динамічним діапазоном 100 дБ на робочій частоті 40-100 кГц. Він повинен забезпечувати виділення корисного сигналу на тлі шумів, неінформативних параметрів, дестабілізуючих факторів. Ці завдання в першу чергу стосуються ефективності диференціального методу вимірювання.

4.5.1 Аналіз проблем чотириплечих мостових вимірювальних кіл змінного струму з диференціальними ДКД

Найбільш простий і широко вживаний спосіб реалізації диференціального методу пов'язаний з включенням диференціальних ДКД в гілки чотириплечого моста (ЧПМ). Таке рішення широко використовується в практиці біосенсорних вимірювань. Про це свідчать сучасні наукові публікації [188] і патенти [189].

На даний час в вимірювальних перетворювачах використовуються в основному незрівноважені ЧПМ. Наприклад: для розробки комплексних вимірювальних перетворювачів, в яких канали перетворення активної та реактивної складових можна використовувати для вимірювання двох різних фізичних величин [191]; при створенні тензометричних давачів; для зміщення початкової точки шкали вимірювання [192].

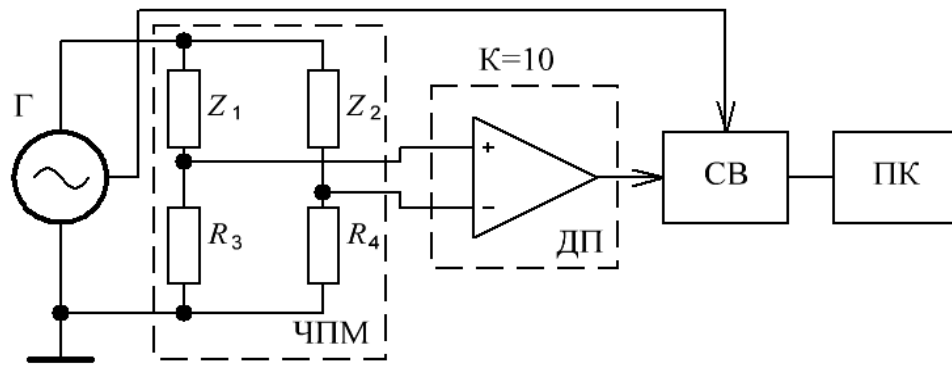


Рис. 4.33. Схема установки для дослідження чутливості ЧПМ [189, 190]

Розглянемо схему вимірювальної установки на рис. 4.33, в основі якої знаходиться ЧПМ. Її основні метрологічні властивості розглянуті в [193]. З низькочастотного генератора сигналів змінна напруга частотою $f = 10 - 100$ кГц прикладається до гребінчастих електродів активного Z_2 і пасивного (референтного) Z_1 кондуктометричного давача, що знаходяться в склянці з буферним розчином. З діагоналі моста вихідний сигнал надходить через диференціальний підсилювач (ДП) на селективний вольтметр (СВ). Після вольтметра сигнал нерівноваги подається на пристрій відображення (самописець або монітор ПК). Як правило, навантажувальні опори для імпедансів ДКД вибирають однаковими ($R_3 = R_4 = R$). Тоді коефіцієнт передачі ЧПМ як векторна величина буде визначатися виразом

$$K_U = \frac{U_{out}}{U_0} = \frac{(Z_2 - Z_1)R}{(Z_1 + R)(Z_2 - R)}. \quad (4.65)$$

Якщо з метою спрощення перетворень прийняти складові імпедансів ДКД рівними ($R_1 = R_2 = R_0$ і $X_1 = X_2 = X_0$), інформативний параметр позначити ΔR та при цьому знехтувати нелінійністю перетворення, що не перевищує 10-20%, то дійсна частина коефіцієнта перетворення ЧПМ буде мати вигляд

$$\operatorname{Re}(K_U) = \frac{R\Delta R \left[(R_0 + R)^2 - X_0^2 \right]}{\left[(R_0 + R)^2 + X_0^2 \right]^2}. \quad (4.66)$$

Однією з найважливіших характеристик вимірювальної схеми ЧПМ є чутливість S_U до інформативного параметра. Виділимо в ній складову S_H , яка залежить від частоти $S_H = f(\omega)$:

$$S_H = \frac{\partial \operatorname{Re}(K_U)}{\partial (\Delta R)} = \frac{R}{(R_0 + R)^2} S_H, \quad (4.67)$$

де:

$$S_H = \frac{1 - [X_0 / (R_0 + R)]^2}{1 + [X_0 / (R_0 + R)]^2}.$$

Частотні властивості функції $S_H(\omega)$ представлені на рис. 4.34.

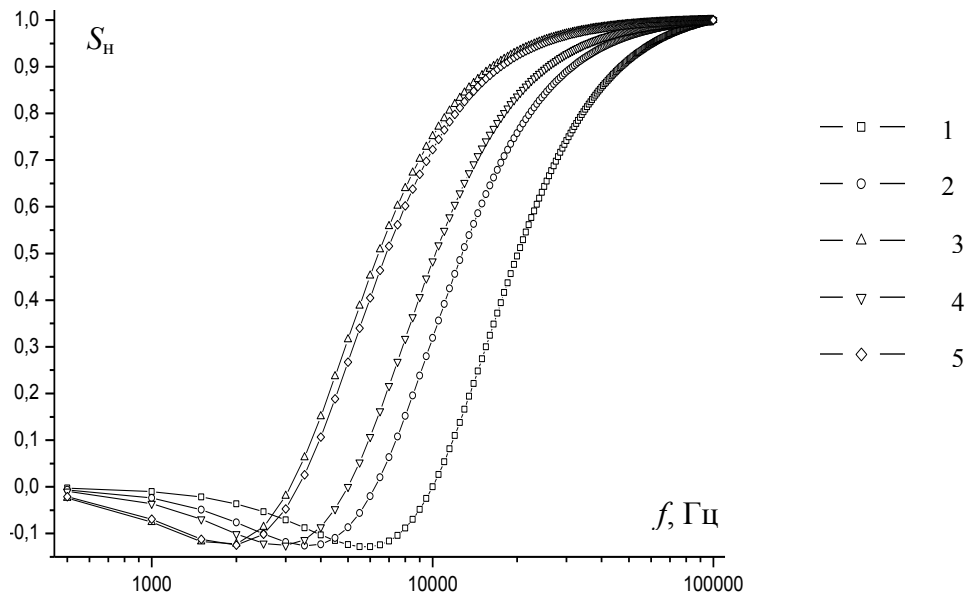


Рис. 4.34. Залежність чутливості ЧПМ з диференціальними ДКД від частоти

Низці графіків відповідають наступні умови: 1 – $R = R_0 = 1$ кОм, $C_0 = 50$ пФ; 2 – $R = R_0 = 1$ кОм, $C_0 = 80$ пФ; 3 – $R = 1$ кОм, $R_0 = 3$ кОм, $C_0 = 50$ пФ; 4 – $R = 1$ кОм, $R_0 = 3$ кОм, $C_0 = 80$ пФ; 5 – $R = R_0 = 3$ кОм, $C_0 = 50$ пФ. Як впливає з рисунка, постійну чутливість ЧПМ має при робочих частотах вище 40-50 кГц. Нижче 20-30 кГц спостерігається зниження на порядок чутливості перетворення. При досягненні умови $R_0 + R = X_0$ певною незрівноваженою ЧПМ відбувається повна втрата чутливості.

Уявімо складову чутливості S_H як функцію від параметра R_0 - активної складової імпедансу ДКД. Графіки зображені на рис. 4.35. Номерам графіків відповідають наступні умови: 1 – $R = X_0 = 100$ Ом, 2 – $R = X_0 = 500$ Ом, 3 – $R = X_0 = 1$ кОм, 4 – $R = X_0 = 2$ кОм, 5 – $R = X_0 = 3$ кОм, 6 – $R = X_0 = 4$ кОм, 7 – $R = X_0 = 5$ кОм, 8 – $R \gg X_0$, 9 – $R \ll X_0$.

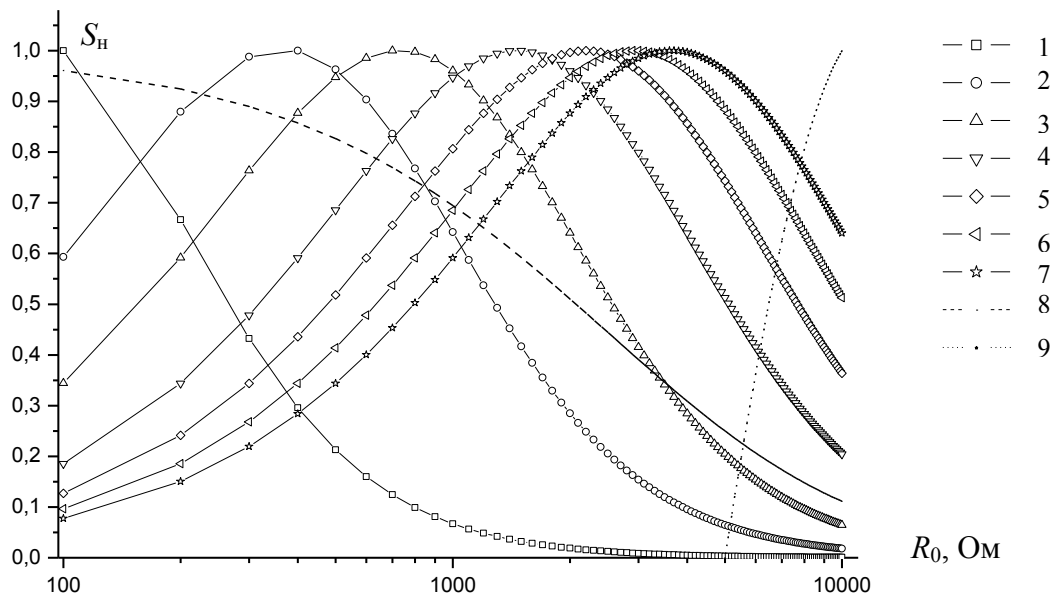


Рис. 4.35. Залежність чутливості ЧПМ з диференціальними ДКД від R_0

Складова чутливості S_H має яскраво виражений екстремум. Максимальне значення чутливості спостерігається, коли тангенс фазового кута наближається до одиниці. При зміні активного опору ДКД на 20-30% чутливість знижується в два рази. Положення екстремумів зміщується вправо синхронно зі збільшенням навантажувального опору R . Це означає, що для роботи з максимальним значен-

ням чутливості необхідно переходити до нового класу складніших перетворювачів, в яких буде постійно підлаштовуватися значення параметра R під значення параметра R_0 . В іншому випадку, в процесі досліджень, зміни електролітичної провідності буферного розчину або геометрії гребінчастих електродів викликать зниження чутливості.

Очевидно, створення сучасних високочутливих, але відносно простих дешевих біосенсорних вимірювальних систем пов'язано з розробкою технології виготовлення нових типів кондуктометричних перетворювачів, зокрема, з вибором: оптимальної геометрії електродної системи і мембрани; типу металу електродної системи; рН буферного розчину для найкращого режиму роботи мембрани та ін. Всі ці дослідження будуть супроводжуватися зміною в широких межах параметрів R_0 і C_0 та впливати на чутливість

Крім того схема, зображена на рис. 4.33, являє собою вимірювальну установку, в якій генератор, диференціальний підсилювач, селективний нановольтметр і пристрій відображення - окремі електронні пристрої. Недоліками такого рішення є значні вагогабаритні показники і вартість. Тоді значне збільшення досліджень складних хімічних сполук широкого спектру буде практично неможливе за економічними показниками.

4.5.2 Нові методи перетворення імпедансів диференціальних ДКД

Сучасні методи перетворення імпедансів диференціальних ДКД ґрунтуються на використанні зрівноважених КМВК [190, 196-199]. Розглянемо нові методи та їх основні метрологічні властивості.

Електричною моделлю диференціального імпедансного давача є два в загальному випадку гальванічно не пов'язані імпеданси Z_1 і Z_2 . Обидва імпеданси мають однакову двоелементну ємнісну послідовну схему заміщення, рис. 4.36а). Корисний сигнал знаходить відображення в моделі імпедансу Z_1 у вигляді активної складової провідності G_X .

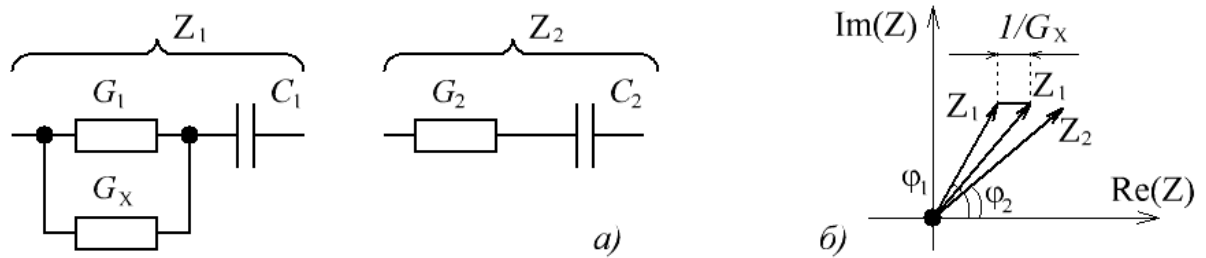


Рис. 4.36. Імпедансні моделі диференціальних ДКД

Труднощі виділення корисного сигналу полягають в тому, що: а) інформативний параметр G_X на два порядки менше неінформативного параметра G_1 ; б) модулі й фази імпедансів Z_1 і Z_2 можуть відрізнятися на десятки відсотків; в) тангенс фазового кута імпедансів Z_1 і Z_2 близький до одиниці, і на етапі вибору типу металу електродів може змінюватися в широких межах. Положення векторів імпедансів на комплексній площині наведено на рис. 4.36б). Основне завдання вимірювального кола полягає у виділенні інформативного параметра G_X і виключення впливу неінформативних параметрів. Для реалізації останньої вимоги вимірювальне коло повинно мати нульовий сигнал при відсутності інформативного параметра G_X . Відомий диференціальний метод, який дає хороші результати при перетворенні скалярних фізичних величин, для векторних величин з перерахованими властивостями втрачає свою ефективність. Для усунення цієї проблеми пропонуються два методи перетворення імпедансів Z_1 і Z_2 : метод колінеарності векторів (або метод зміни фази векторів до збігу з дійсною віссю) [196] і метод попереднього функціонального перетворення [194].

Метод колінеарності векторів (КВ). Для опису методу розглянемо комплексну площину Z в ортонормованому базисі $\text{Re}(Z)$ і $\text{Im}(Z)$, рис. 4.37. На площині представлені два вектори Z_1 і Z_2 . Метод колінеарності заснований на перетворенні векторів Z_1 і Z_2 в квазівектори Z_1^* і Z_2^* , тобто в такі вектори, у яких відсутня уявна складова. Метод складається з кількох етапів перетворення [196]. Спочатку змінюють фазу вектора Z_1 до збігу його з дійсною віссю. Потім змінюють фазу вектора Z_2 до тих пір, поки він не стане колінеарним і протилежним за знаком вектора Z_1 . Далі порівнюють перетворені вектори Z_1^* і Z_2^* , а сигнал, пропорційний різ-

ницевого вектору ΔZ , який лежить на дійсній осі, зрівноважують як скалярну величину.

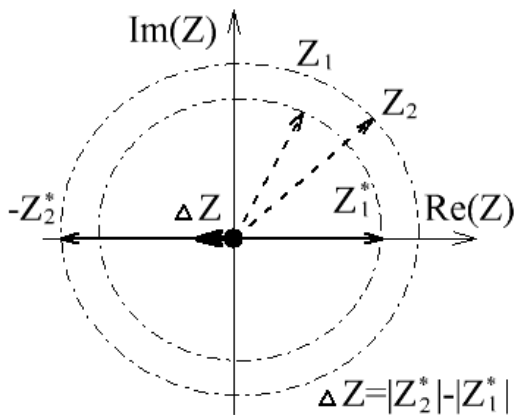


Рис. 4.37. Діаграма методу КВ

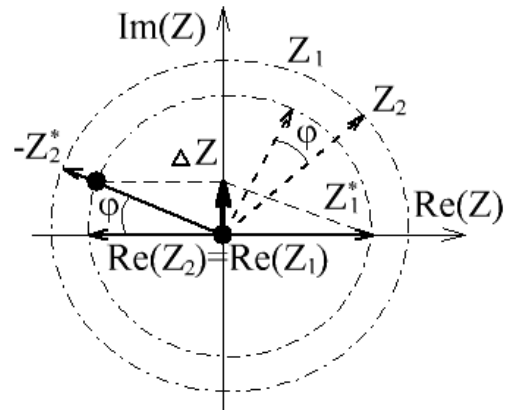


Рис. 4.38. Діаграма спрощеного методу КВ

Розглянутий метод можна модифікувати для випадку, коли вектори Z_1 і Z_2 мають однаковий фазовий кут ($\varphi_1 = \varphi_2$, див. рис. 4.36б)). Модифікований метод полягає в наступному. Одночасно повертають фазу обох векторів Z_1 і Z_2 до збігу з дійсною віссю вектора Z_1 . Потім вектор Z_2^* інвертують і масштабують, прирівнюючи до нуля дійсні частини векторів Z_1^* і Z_2^* . Векторна діаграма методу зображена на рис. 4.37. Однак при нерівності фазових кутів векторів діаграма методу зміниться, рис. 4.38. Якщо $\varphi_1 - \varphi_2 = \varphi$, то навіть при повній компенсації дійсних частин векторів з'являється різницевий вектор ΔZ , який має тільки уявну складову. Модуль цього вектора в декілька раз перевищує вектор інформативного параметра. Це відповідно вимагає збільшення динамічного діапазону засобу вимірювання інформативного параметра.

Метод функціонального перетворення (ФП). Метод функціонального перетворення заснований на попередньому аналоговому перетворенні двох векторів з подальшим зрівноваженням залишкового сигналу. Одним з кращих за стабільністю чутливості є перетворювач з функцією перетворення пропорційній різниці імпедансів [195]. На рис. 4.39 зображена векторна діаграма, яка пояснює принцип роботи запропонованого методу.

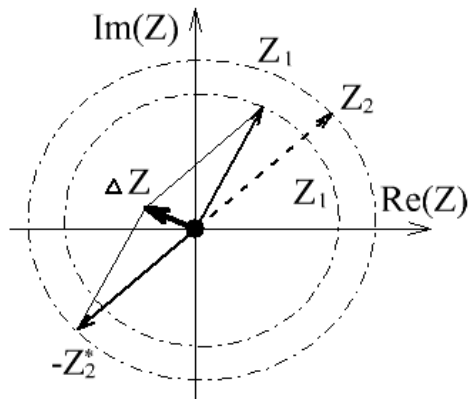


Рис. 4.39. Діаграма методу функціонального перетворення

Метод полягає у формуванні на виході аналогового функціонального перетворювача сигналу, пропорційного різниці векторів Z_1 і Z_2 . Цей різницевий сигнал ΔZ на порядок менший неінформативних параметрів модулів векторів Z_1 і Z_2 , але на порядок більший інформативного параметра $1/G_X$. Далі вихідний сигнал функціонального перетворювача призводять до нуля за допомогою системи автоматичного зрівноважування. Метод з функціональним перетворенням простіше попереднього (рис. 4.37), бо має тільки один цикл зрівноваження. Але для його реалізації необхідно пам'ятати, що фаза вектора ΔZ може набувати значення в діапазоні $(0 - 2\pi)$.

Виконувати перетворення безпосередньо над пасивними величинами (імпедансами) практично неможливо. Як правило, імпеданси давача включаються в електричне коло з генераторами струму, напруги, операційними підсилювачами. Тож перетворення сигналів здійснюється над активними величинами: струмами або напругами. Нижче наводяться можливі варіанти реалізації розглянутих методів перетворення імпедансів диференціальних кондуктометричних давачів.

4.5.3 Зрівноважені КМВК «аномального Y-типу» із компенсацією реактивної складової імпедансу давача

На рис. 4.40 зображена функціональна схема одного з варіантів реалізації методу перетворення, представленого на рис. 4.37. Схема являє собою КМВК з

трьома автоматично зрівноваженими контурами [196]. Вони призначені для отримання нульового сигналу в відсутності корисного сигналу. Кожен з контурів послідовно підключається до АЦП за допомогою ключів SW1 - SW3.

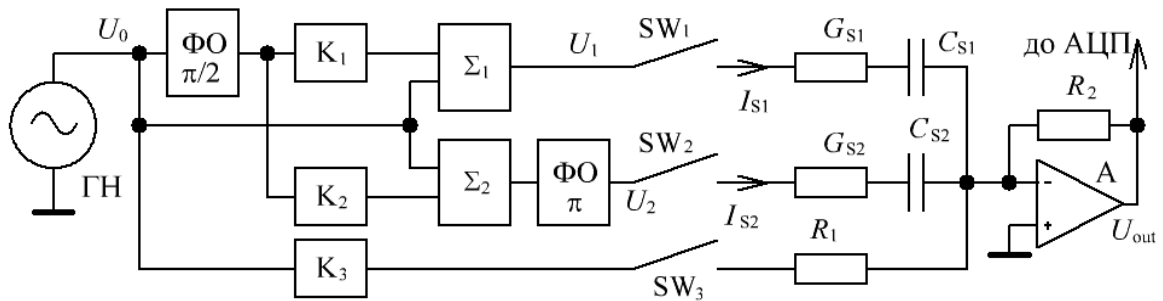


Рис. 4.40. КМВК «аномального Y-типу» з компенсацією реактивної складової імпедансу давача

АЦП змінного струму виконує функцію детектора рівноваги для контурів зрівноваження і векторного вольтметра для корисного сигналу, що виникає після появи корисного сигналу. Фазообертовий (ФО) пристрій у вигляді інтегруючого кола з постійною часу τ забезпечує зсув фази на $\pi/2$. Разом з масштабним перетворювачем K_1 і сумматором Σ_1 вони утворюють перший контур, призначений для компенсації уявної складової струму через давач, тобто для розвороту вектора Z_1 уздовж дійсної осі. ФО, масштабний перетворювач K_2 і суматор Σ_2 утворюють другий контур, призначений для компенсації реактивної складової вектора Z_2 . Третій контур представлений масштабним перетворювачем K_3 і призначений для компенсації залишкового сигналу вектора ΔZ , рис. 4.37. Вирази для струмів, що протікають через кожен імпеданс ДКД, мають вигляд

$$I_{S1} = \frac{U_1}{\left(\frac{1}{G_{S1}} + \frac{1}{j\omega C_{S1}} \right)} = \frac{U_0 \left(1 - j \frac{1}{\omega\tau} K_1 \right) G_{S1}}{\left(1 - j \frac{G_{S1}}{\omega C_{S1}} \right)}; \quad (4.68)$$

$$I_{S2} = \frac{U_2}{\left(\frac{1}{G_{S2}} + \frac{1}{j\omega C_{S2}}\right)} = \frac{U_0 \left(1 - j\frac{1}{\omega\tau} K_2\right) G_{S2}}{\left(1 - j\frac{G_{S2}}{\omega C_{S2}}\right)}, \quad (4.69)$$

де $\tau = RC$ постійна часу інтегратора ФО пристрою; K_1 та K_2 – коефіцієнти передачі масштабних перетворювачів.

Змінюючи значення K_1 і K_2 таким чином, щоб скоротилися вирази в круглих дужках (4.68) та (4.69), можна забезпечити роздільну компенсацію впливу ємнісних складових для кожного елемента кондуктомеричного перетворювача. В результаті залишиться різниця активних провідностей:

$$\Delta G = G_{S2} - G_{S1}. \quad (4.70)$$

Вона компенсується за допомогою масштабного перетворювача K_3 . Таким чином, за допомогою трьох регулювань може бути виконане повне зрівноваження КМВК при будь-яких значеннях параметрів елементів диференціального кондуктомеричного перетворювача.

У разі однакових тангенсів фазового кута або постійних часу диференціальних давачів $R_{S1}C_{S1} = R_{S2}C_{S2}$, кількість контурів зрівноваження можна зменшити до двох.

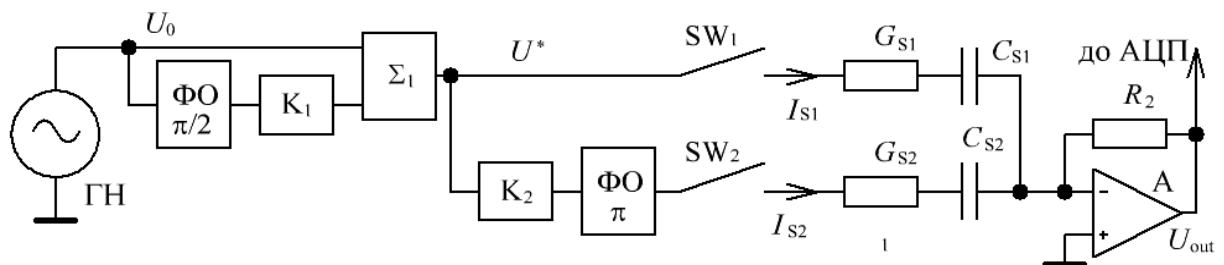


Рис. 4.41. КМВК з підстроюванням фази для диференціальних ДКД з однаковим тангенсом фазового кута

Один з варіантів функціональної схеми, що реалізує цей метод, представлений на рис. 4.41 [196]. Схема містить джерело напруги U_0 , квадратурний фазообертач (ФО $\pi/2$), суматор (Σ), масштабні перетворювачі з регульованими коефіцієнтами передачі (K_1 і K_2), аналоговий інвертор (ФО π), диференціальний ДКД, один елемент якого характеризується параметрами R_{S1} , C_{S1} , а другий - відповідно R_{S2} , C_{S2} , перетворювач струм-напруга (підсилювач А та резистор R_2). При замиканні ключа SW1 струм I_{S1} , що протікає через елемент кондуктометричного перетворювача R_{S1} , C_{S1} , буде визначатися таким виразом:

$$I_{S1} = \frac{U^*}{\left(\frac{1}{G_{S1}} + \frac{1}{j\omega C_{S1}}\right)} = \frac{U_0 \left(1 - j \frac{K_1}{\omega\tau}\right) G_{S1}}{\left(1 - j \frac{G_{S1}}{\omega C_{S1}}\right)}. \quad (4.71)$$

Вибираючи параметри ФО, а також регулюючи K_1 , можна забезпечити нульовий фазовий зсув струму I_{S1} по відношенню до генератора за рахунок компенсації (зрівноваження) падіння напруги на реактивній складовій C_{S1} імпедансу перетворювача. При замиканні ключа SW2 струм I_{S2} , що протікає через другий елемент кондуктометричного перетворювача, буде визначатися наступним виразом:

$$I_{S2} = - \frac{U_0 \left(1 - j \frac{K_1}{\omega\tau}\right) K_2 G_{S2}}{\left(1 - j \frac{1}{\omega C_{S2} R_{S2}}\right)}. \quad (4.72)$$

Мостовий вимірювальний коло буде повністю зрівноваженим, якщо струми I_{S1} і I_{S2} будуть рівними. Завдяки виконаній раніше компенсації падіння напруги на реактивних елементах перетворювача, фази струмів в гілках моста збігаються з фазою напруги генератора. Тому, контролюючи синфазну по відношенню до напруги U_0

складову U_{out} і регулюючи за допомогою K_2 модуль струму I_{S2} , можна домогтися виконання умови рівноваги, з якого випливає:

$$K_2 G_{S2} = G_{S1}. \quad (4.73)$$

При появі корисного сигналу G_X активна складова імпедансу одного з давачів зміниться на кілька відсотків. Тому різницевий струм гілок мостового кола отримує деяке пропорційне збільшення $\Delta I_S = U_0 G_X$. Це приріст забезпечує відповідну зміну вихідного сигналу моста U_{out} , який не залежить від реактивної складової імпедансу перетворювача. Таким чином, описана схема дає змогу отримати прямий відлік за інформативним параметром диференціального ДКД з постійною чутливістю.

Все зазначене справедливо в разі рівності фазових кутів векторів. Насправді фазові кути векторів різні. Основними причинами є: неточність виготовлення і різна ступінь «забруднення» електродної системи, відмінності в електричних характеристиках, пористості і адгезії до електродів селективної і неселективної мембрани. Другим недоліком схем на рис.4.40 і 4.41 є те, що вимірювальне коло з диференціальним кондуктометричним перетворювачем належить до так званих аномальних схем, чутливість яких залежить від величини вимірюваного параметра [176]. З одного боку, двоелементна еквівалентна схема кожного з елементів кондуктометричного перетворювача є послідовною ємнісною, тобто характеризується сумою активного і реактивного опорів, рис. 4.36б. А з іншого боку, диференціальний метод перетворення заснований на порівнянні двох струмів, рівняння (4.71), (4.72). Причому вхідний параметр кондуктометричних систем - це концентрація. Вона пропорційна провідності, тобто пов'язана з опором обернено пропорційною залежністю. У цих умовах необхідно вирішити суперечливе завдання: взаємно зрівноважити активні та реактивні опори з послідовною схемою з'єднання в плечах моста з порівнянням струмів і визначити інформативний параметр паралельної схеми заміщення у вигляді збільшення активної провідності.

Розглянемо більш докладно коефіцієнт перетворення КМВК на рис.4.41 і його основні метрологічні властивості. Задамо фазові відношення імпедансів ДКД у вигляді тангенсів фазового кута:

$$\operatorname{tg} \varphi_1 = \frac{G_1}{\omega \cdot C_1}; \quad (4.74)$$

$$\operatorname{tg} \varphi_2 = \frac{G_2}{\omega \cdot C_2}. \quad (4.75)$$

Відповідно вирази для провідності мають вигляд:

$$Y_1 = \frac{(G_1 + G_x) \cdot j \cdot \omega \cdot C_1}{G_1 + G_x + j \cdot \omega \cdot C_1} = \frac{G_1 (1 + G_x / G_1)}{1 - j \cdot \operatorname{tg} \varphi_1 \cdot (1 + G_x / G_1)}; \quad (4.76)$$

$$Y_2 = \frac{G_2 \cdot j \cdot \omega \cdot C_2}{G_2 + j \cdot \omega \cdot C_2} = \frac{G_2}{1 - j \cdot \operatorname{tg} \varphi_2}. \quad (4.77)$$

Давач можна включити у вимірювальний перетворювач двома способами: в коло прямого і зворотного зв'язку операційного підсилювача. При включенні КД в коло прямого зв'язку, напруга на виході вимірювального перетворювача прямо пропорційно адмітансу. З цієї причини схеми на рис. 4.40 і 4.41 можна назвати як КМВК з перетворенням Y-типу. Відзначимо, що в схемі на рис.4.41 є два варіанти включення давача з селективною мембраною:

- 1) селективний давач з опором Y_1 включається до ключа SW_2 в плече з інвертором, а опорний давач з опором Y_2 - до ключа SW_1 в неінверсне плече;
- 2) селективний давач з опором Y_1 включається до ключа SW_1 в плече без інвертора, а опорний давач з опором Y_2 - до ключа SW_2 в інверсне плече.

З метою спрощення подальших обчислень скористаємося коефіцієнтом перетворення КМВК у вигляді розмірної величини:

$$W = \frac{U_{\text{out}}}{U_0 R_2} = \frac{(I_{S1} + I_{S2})}{U_0}. \quad (4.78)$$

Варіант 1. Розглянемо випадок, коли селективний давач включається в інверсне плече диференціального Y-перетворювача. Методика проведення вимірювань передбачає попереднє балансування схеми перед додаванням в буферний розчин досліджуваної речовини, тобто при $G_X = 0$. Умови рівноваги наведені в [196, 197]. Після завершення процесу балансування в буферний розчин додається аналіт, і з'являється приріст провідності $G_X \neq 0$. Вираз коефіцієнта передачі набуває такого вигляду:

$$W_1 = G_2 - \frac{(1 + j \cdot K_1) \cdot K_2 \cdot G_1 (1 + G_X / G_1)}{1 - j \cdot \operatorname{tg} \varphi_1 \cdot (1 + G_X / G_1)}. \quad (4.79)$$

Підставивши в останнє рівняння рівноважні значення для K_1 і K_2 і помноживши на комплексно пов'язаний знаменник, отримаємо

$$\operatorname{Re}(W_1) = \frac{G_2 \cdot G_X}{G_1} \cdot \frac{[\operatorname{tg} \varphi_1 \cdot (\operatorname{tg} \varphi_2 - \operatorname{tg} \varphi_1) \cdot (1 + G_X / G_1) + 1 + \operatorname{tg} \varphi_1 \cdot \operatorname{tg} \varphi_2]}{[1 + \operatorname{tg} \varphi_1 \cdot \operatorname{tg} \varphi_2] \cdot [1 + \operatorname{tg}^2 \varphi_1 \cdot (1 + G_X / G_1)^2]}; \quad (4.80)$$

$$\operatorname{Im}(W_1) = \frac{G_2 \cdot (1 + G_X / G_1) \cdot (1 + \operatorname{tg}^2 \varphi_1) [\operatorname{tg} \varphi_2 - \operatorname{tg} \varphi_1 \cdot (1 + G_X / G_1)]}{(1 + \operatorname{tg} \varphi_1 \cdot \operatorname{tg} \varphi_2) \cdot [1 + \operatorname{tg}^2 \varphi_1 \cdot (1 + G_X / G_1)^2]}. \quad (4.81)$$

Такі ж вирази можна отримати для другого варіанту включення:

$$\operatorname{Re}(W_2) = \frac{G_X}{1 + \operatorname{tg}^2 \varphi_1 \cdot (1 + G_X / G_1)^2}; \quad (4.82)$$

$$\operatorname{Im}(W_2) = G_1 \cdot \frac{\operatorname{tg} \varphi_1 - \operatorname{tg} \varphi_2}{1 + \operatorname{tg} \varphi_1 \cdot \operatorname{tg} \varphi_2} - \frac{\operatorname{tg} \varphi_1 \cdot (1 + G_X / G_1) \cdot G_X}{1 + \operatorname{tg}^2 \varphi_1 \cdot (1 + G_X / G_1)^2}. \quad (4.83)$$

Для зручності подальших розрахунків введемо параметр n , що характеризує нерівність тангенсів двох давачів:

$$n = \operatorname{tg} \varphi_2 / \operatorname{tg} \varphi_1. \quad (4.84)$$

Для оцінки метрологічних властивостей КМВК, що зображений на рис.4.41 використовуємо такі характеристики:

- крутизна перетворення, що задана як:

$$S = \partial \operatorname{Re}(W) / \partial G_x; \quad (4.85)$$

- похибка лінійності, яка за визначенням дорівнює:

$$\delta = \frac{\operatorname{Re}(W) - S_0 \cdot G_x}{S_0 \cdot G_x} = \frac{A - B}{1 + B}; \quad (4.86)$$

- параметр α , який характеризує співвідношення діапазонів перетворення по реактивній і активній складовим вихідного сигналу КМВК:

$$\alpha = \operatorname{Im}(W) / \operatorname{Re}(W). \quad (4.87)$$

У [197] представлено виведення загальних рівнянь для цих метрологічних характеристик. Але з огляду на, що $G_x/G_1 \leq 0.01$, то з похибкою, близькою до 1%, вирази для S , δ і α можна спростити. Нижче наведені ці вирази для двох варіантів включення:

$$S_1 = \frac{G_2}{G_1} \cdot \frac{\operatorname{tg}^2 \varphi_1 \cdot (1 - 2 \cdot n) - 1}{(1 + n \cdot \operatorname{tg}^2 \varphi_1) \cdot (1 + \operatorname{tg}^2 \varphi_1)}; \quad (4.88)$$

$$S_2 = \frac{1}{1 + \operatorname{tg}^2 \varphi_1}; \quad (4.89)$$

$$\delta_1 = \frac{\operatorname{tg}^2 \varphi_1 \cdot (n - 2) - n \cdot \operatorname{tg}^4 \varphi_1}{(1 + n \cdot \operatorname{tg}^2 \varphi_1) \cdot (1 + \operatorname{tg}^2 \varphi_1)}; \quad (4.90)$$

$$\delta_2 = \frac{-tg^2 \varphi_1}{1 + tg^2 \varphi_1}; \quad (4.91)$$

$$\alpha_1 = \frac{G_1}{G_x} \cdot \frac{(1 + tg^2 \varphi_1) \cdot tg \varphi_1 \cdot (1 + G_x/G_1 - n)}{tg^2 \varphi_1 \cdot (2 \cdot n - 1) + 1}; \quad (4.92)$$

$$\alpha_2 = tg \varphi_1 - \frac{G_1}{G_x} \cdot \frac{tg \varphi_1 \cdot (n - 1) \cdot (1 + tg^2 \varphi_1)}{1 + n \cdot tg^2 \varphi_1}. \quad (4.93)$$

Рівняння (4.89) збігається з виразом, отриманим в [198] для окремого випадку, коли $tg \varphi_1 = tg \varphi_2$, що підтверджує спадкоємність досліджень і правильність оцінки основних метрологічних характеристик. Задамо співвідношення $G_1 = G_2$ і $G_x/G_1 = 0,01$ та побудуємо сімейства графіків абсолютних значень S , δ і α , варіюючи значення параметрів давачів.

Нижче зображено групи графіків залежності α від параметрів диференційного кондуктометричного ДКД. Як видно з рис. 4.42 і 4.43, при нерівності тангенсів адмітансів диференціального ДКД рівень некомпенсованої квадратурної складової різко збільшується. Для $tg \varphi_1 = 0,8$ і $tg \varphi_2 = 0,32$ ($n = 0.4$) квадратурна складова коефіцієнта передачі в 90 разів перевищує його синфазну складову, що пропорційна корисному сигналу.

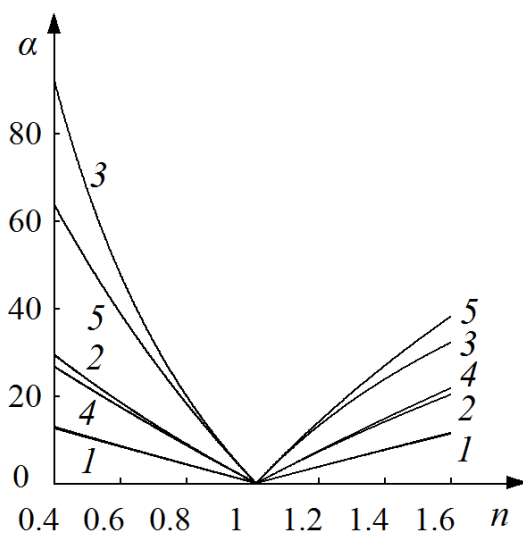
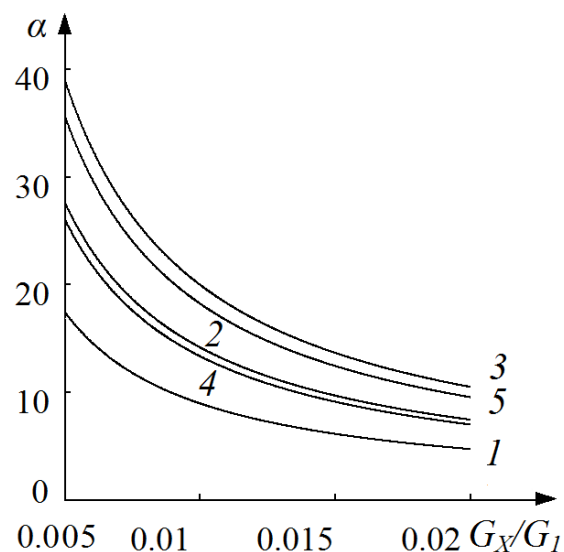
Рис. 4.42. Залежність α від n Рис. 4.43. Залежність α від G_x/G_1

Рис. 4.42 – це залежність модуля α від n для першого варіанту підключення ДКД при $\operatorname{tg}\varphi_1 = 0,2$ (крива 1), $\operatorname{tg}\varphi_1 = 0,4$ (крива 2) і $\operatorname{tg}\varphi_1 = 0,8$ (крива 3), а також для другого варіанту підключення при $\operatorname{tg}\varphi_1 = 0,2$ (крива 1), $\operatorname{tg}\varphi_1 = 0,4$ (крива 4) і $\operatorname{tg}\varphi_1 = 0,8$ (крива 5), ліворуч від перегину (мінімуму) значення α – позитивні, праворуч – негативні.

Рис. 4.43 – це залежність α від G_x/G_1 , для фіксованого співвідношення $n = 0,8$, для першого варіанта підключення ДКД при $\operatorname{tg}\varphi_1 = 0,4$ (крива 1), $\operatorname{tg}\varphi_1 = 0,6$ (крива 2) і $\operatorname{tg}\varphi_1 = 0,8$ (крива 3), а також для другого варіанта при $\operatorname{tg}\varphi_1 = 0,2$ (крива 1), $\operatorname{tg}\varphi_1 = 0,4$ (крива 4) і $\operatorname{tg}\varphi_1 = 0,8$ (крива 5).

Щоб пропустити повний сигнал нерівноваги, динамічний діапазон АЦП необхідно збільшувати на шість-сім двійкових розрядів. Очевидно, це призведе до погіршення співвідношення корисний сигнал\завада. Збільшення параметра G_x/G_1 з 0,5 до 2% призводить до зниження рівня квадратурної складової коефіцієнта передачі в три – чотири рази. Однак, наприклад, для біосенсорних ДКД збільшення параметра G_x/G_1 може бути пов'язано зі збільшенням товщини селективної мембрани. При товщині мембрани більш 0,1 мм різко зростає динамічна похибка внаслідок збільшення інерційності. Тому можливості такого підходу – обмежені.

Графік залежності крутизни S від $\operatorname{tg}\varphi_1$ зображений на рис. 4.44 для першого варіанта підключення диференціального ДКД при $n = 0,8$ (крива 1), $n = 1$ (крива 2) і $n = 1,2$ (крива 3), а також для другого варіанта підключення при будь-яких значеннях n (крива 2), що співпадає з відповідною кривою для першого варіанта.

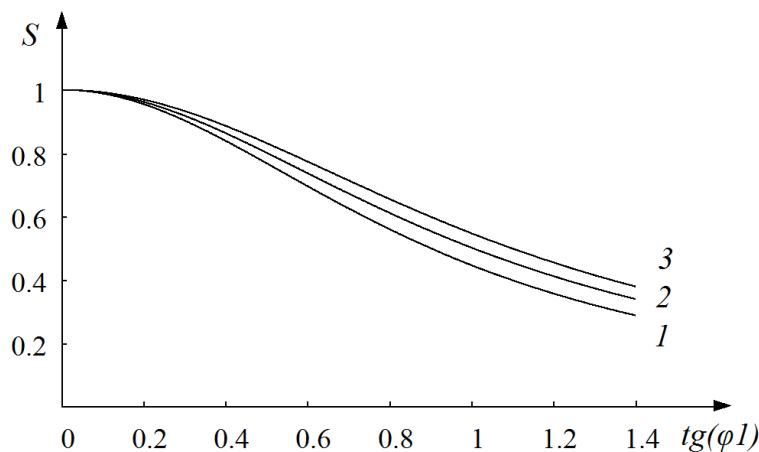


Рис. 4.44. Залежність крутизни перетворення від $\operatorname{tg}\varphi_1$

Як видно з графіків, зображених на рис. 4.44, при зміні тангенсів адмітансів давачів диференціального ДКД від 0,1 до 1, навіть при повній їх ідентичності, тобто при $n = 1$, крутизна перетворення зменшується в два рази. Тангенс фазового кута адмітанса диференціального ДКД помітно впливає на крутизну перетворення тільки при величинах, більших за 0,3.

Графік залежності похибки лінійності δ від $\operatorname{tg}\varphi_1$ зображений на рис. 4.45 для першого варіанта підключення диференціального ДКД при $n = 0.8$ (крива 1), $n = 1$ (крива 2) і $n = 1.2$ (крива 3), а також для другого варіанта підключення при будь-яких значеннях n (крива 2).

Як видно з графіків, зображених на рис. 4.45, похибка лінійності мало залежить від розбіжності тангенсів адмітансів диференціального ДКД. Однак навіть при настільки малих (для біосенсорних ДКД) значеннях тангенсів адмітансів, як 0,3 – 0,5, похибка лінійності складає 10 – 20%, а при значеннях тангенсів, близьких до одиниці, може досягати 50%.

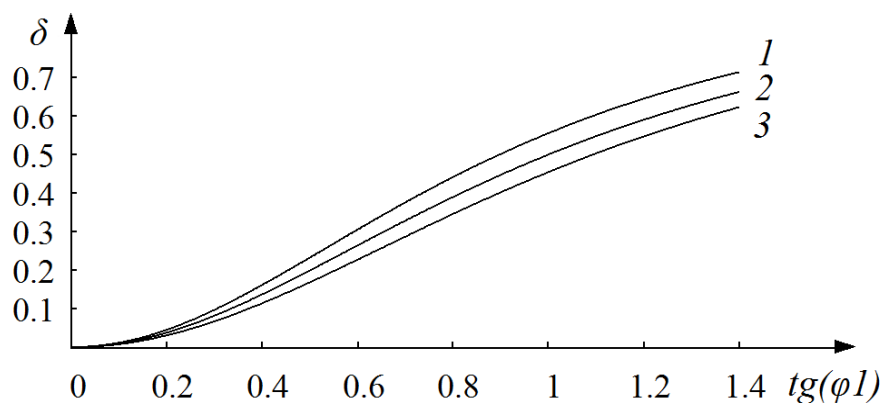


Рис. 4.45. Залежність похибки лінійності від $\operatorname{tg}\varphi_1$

Всі наведені негативні метрологічні властивості розглянутої КМВК є наслідком того, що в схемах на рис. 4.40 і 4.41 використовуються аномальні схеми порівняння [176], коли для двоелементної послідовної схеми заміщення об'єкта вимірювання використовується схема порівняння струмів. Усунути цей недолік

можна в КМВК, де сигнал диференціального ДКД пропорційний різниці імпедансів, а не адмітансів.

4.5.4 Зрівноважені КМВК «нормального Z-типу» із попереднім аналоговим перетворювачем, що має функцію перетворення пропорційну різниці імпедансів

Поява корисного інформативного сигналу в ДКД можна інтерпретувати як зростання провідності в паралельній схемі заміщення на рис.4.36а) або як зниження опору в послідовній схемі на рис.4.46.

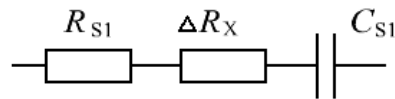


Рис. 4.46. Модель корисного сигналу в послідовній схемі заміщення

Обидві схеми можуть використовуватися для аналізу властивостей КМВК. Перерахунок параметрів з однієї схеми в іншу можна виконувати відповідно до рівняння

$$G_x = \frac{1}{R_x} = \frac{\Delta R_x}{R_{s1}(R_{s1} - \Delta R_x)}. \quad (4.94)$$

Для методу колінеарності векторів (методу зміни фази векторів до збігу з дійсною віссю), що наведений на рис. 4.37 та 4.38, можна використовувати обидві схеми. Для методу попереднього функціонального перетворення краще використовувати модель на рис. 4.46. Структурна схема КМВК, що заснована на методі з застосуванням операції аналогового віднімання імпедансів, вперше розглянута в роботі [199]. На рис.4.47 показано функціональну схему вимірювального кола.

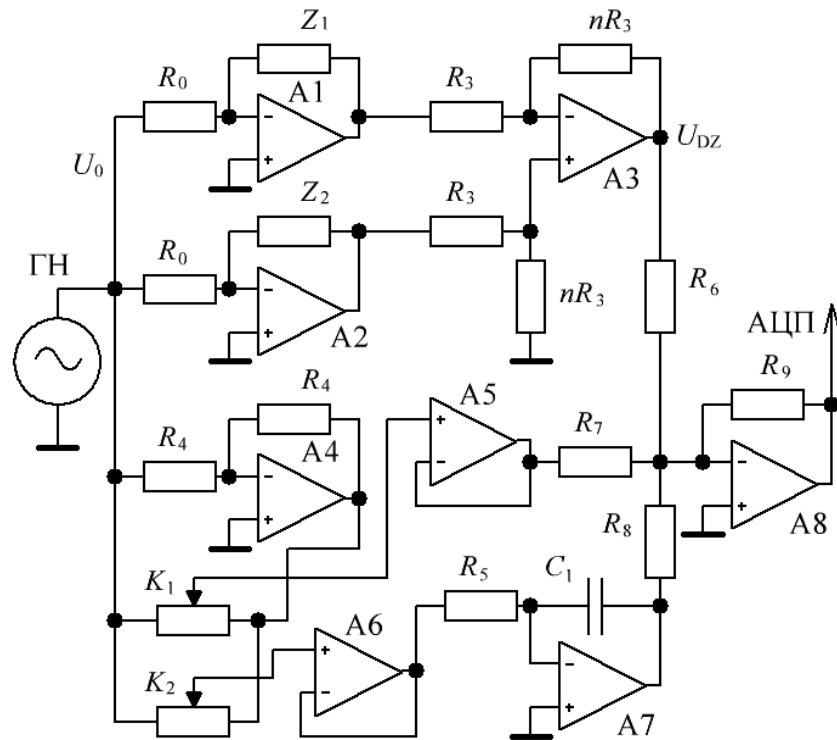


Рис. 4.47. Функціональна схема КМВК нормального Z-типу

Виведення рівнянь перетворення і повний аналіз наведено в [194]. Нижче коротко представимо принцип роботи і основні співвідношення. Давачі з селективною (імпеданс Z_1) і неселективною (імпеданс Z_2) мембранами включаються в коло зворотного зв'язку операційних підсилювачів A1 і A2. Тому напруги на виходах операційних підсилювачів будуть пропорційні імпедансам давачів. Напруга на виході диференціального підсилювача, реалізованого на ОП A3, з коефіцієнтом посилення n буде пропорційною різниці імпедансів Z_1 і Z_2 . Тож, перетворювач на ОП A1 - A3 виконує функцію пристрою «віднімання імпедансів» (ПВІ). Очевидно, вихідний сигнал ПВІ містить неінформативні складові диференціального ДКД. Для їх компенсації служать гілки зрівноваження для активної складової (дільник K_1 , повторювач напруги ОП A5) і реактивної складової (дільник K_2 , повторювач напруги ОП A6 і квадратурний фазообертач A7). Дільники напруги K_1 і K_2 керуються цифровим кодом. Вони представляють собою резистивні матриці (наприклад, AD 5282), підключені до аналогового інвертора на ОП A4. Повний вираз для вихідної напруги всього перетворювача буде виглядати наступним чином:

$$U_{A8} = U_0 R_9 \left(\frac{Z_1 - Z_2}{R_0} \frac{n}{R_6} - \frac{K_1}{R_7} - j \frac{K_2}{\omega C_1 R_5 R_8} \right). \quad (4.95)$$

Процес вимірювання відбувається в два етапи. Спочатку диференціальний біосенсорний ДКД занурюється в буферний розчин. При цьому різницевий сигнал з виходу ПВІ зрівноважується компенсаційною гілкою. Коефіцієнти передачі K_1 і K_2 регулюються таким чином, щоб $U_{A8} = 0$. Таким чином, при відсутності досліджуваної речовини запропонована схема забезпечує повну компенсацію неінформативних параметрів за допомогою двох регулювань.

На другому етапі у буферний розчин додається досліджувана речовина. На виході ПВІ напруга буде пропорційною як інформативним, так і неінформативним складовим ДКД. Однак на виході КМВК ОП А8 напруга буде пропорційною тільки інформативній складовій. Вона не містить складових, що залежать від неінформативних параметрів імпедансів давачів:

$$U_{A8} = U_0 \frac{\Delta R_x}{R_0} \cdot n \cdot \frac{R_9}{R_6}. \quad (4.96)$$

Очевидно, що чутливість такого кола буде постійною величиною:

$$S_R = \frac{\partial W_R}{\partial (\Delta R_x)} = \frac{R_9}{R_0 R_6} n. \quad (4.97)$$

Вибором параметрів схеми R_0 , R_6 , R_9 і n можна відповідно нормувати вихідний сигнал перетворювача і чутливість у досить широкому діапазоні значень.

4.6 Висновки до розділу 4

1. Спираючись на принцип інваріантності у вимірювальній техніці, для класифікації прецизійних імпедансних приладів запропоновано ввести критерій наяв-

вності двох або більше вимірювальних каналів. Це дозволить: створити цілісну класифікацію, в яку вбудовуються відомі прецизійні прилади, такі як мости і логометричні АЦП; отримати узагальнені рівняння рівноваги для мостів різного призначення; сформулювати вимоги до додаткових вимірювальних і масштабних перетворювачів для отримання лінійної характеристики перетворення моста.

2. Завдяки використанню багатоконтурних вимірювальних кіл забезпечена інваріантність результату вимірювання до опорів під'єднання, через які протікає робочий струм термо- або кондуктометричного давача та взірцевої міри, за умов, коли величина цих опорів співмірна або перевищує інформативний параметр. Таким чином апаратними методами повністю вирішується "yoke problem".

3. Додаткова ємність (кабель плюс вихідна ємність індуктивного дільника напруги) величиною 1-3 nF може призвести до зміни електричної моделі. Двоелементна схема заміщення термоперетворювачів опору може відповідати не послідовній індуктивній схемі, а паралельній ємнісній схемі. Це характерно як для прецизійних давачів СПТО, так і для давачів промислового призначення. Зміна схеми заміщення ускладнює калібрування внутрішніх вузлів моста, погіршує метрологію, ускладнює автоматизацію. Еквіпотенціальний захист струмового і потенціального контурів ці недоліки усуває. У розглянутих термометричних мостах завдяки структурній надмірності знижено взаємний вплив електричних і магнітних полів вимірювального кола. Реалізація методу заснована на застосуванні додаткового трансформатора. Вторинні обмотки трансформатора виконані екранованим проводом. Переваги коаксіальних зрівноважених мостів і кіл з еквіпотенціальним захистом в схемі об'єднані. Трансформаторні мости, в яких реалізується цей метод, пропонується назвати коаксіальними подвійно екранованими мостами.

4. Запропонований комбінований метод вимірювання імпедансу заснований на варіаційному методі оцінки нерівноваги моста. Він дає змогу істотно спростити процедуру зрівноваження. При наявності апіорної інформації про тангенс фазового кута СПТО він дає можливість обмежитися зрівноваженням вимірювального кола термометричного моста тільки за інформативним параметром (активною складовою імпедансу СПТО). Міст змінного струму спрощується, оскільки

відносно індуктивного дільника напруги перетворюється з векторного перетворювача в перетворювач скалярний. При цьому лінійність і чутливість залишається такою ж, як і у повністю збалансованих мостів. Також цей метод дає можливість використовувати трансформатори відношення або індуктивні дільники з розрядністю, меншою, ніж розрядність результату вимірювання. При цьому буде зберігатися висока роздільна здатність вимірювань за рахунок оцінки залишкової нерівноваги моста. Висока точність вимірювань цим методом забезпечується використанням варіаційного методу зрівноваження мостів. Він заснований на логотричному перетворенні сигналів і забезпечує інваріантність до фазових зсувів у генераторі, підсилювачі та інших модулях моста.

5. Аналіз характеристик перетворення чотириплечих мостових кіл з диференціальними кондуктометричними сенсорами показує, що функція перетворення має сильну залежність від співвідношення активної і реактивної складових їх імпедансу, а при деяких співвідношеннях між ними наближається до нульових значень.

6. За результатами аналізу метрологічних характеристик можна зробити висновок про те, що схема Y-перетворювача має різні властивості (коефіцієнти перетворення, чутливість, нелінійність) при різних варіантах підключення ДКД. Ця різниця зберігається навіть при дотриманні умови рівності тангенса фазового кута імпедансів селективного і референсного ДКД. Після зрівноваження різницевого сигналу за допомогою двох незалежних регулювань, залишається неінформативний квадратурний сигнал, що за значної різниці тангенсів фазового кута майже на два порядки перевищує величину корисного сигналу. Це призводить до погіршення співвідношення сигнал/перешкода, тому що потрібно збільшити динамічний діапазон АЦП на шість - сім двійкових розрядів.

Похибка лінійності такого Y-перетворювача залежить від тангенса фазового кута імпедансів ДКД і досягає 70%. Крутизна перетворення істотно залежить від тангенса фазового кута імпедансів ДКД і може змінюватися в два рази. Це ускладнює створення універсального дослідницького приладу, для якого тип металу

електрода, матеріал і товщина мембрани чи геометрія електродної системи буде змінюватися в широких межах.

7. Подальше поліпшення метрологічних характеристик вимірювальних кіл диференціальних імпедансних давачів пов'язано з переходом до нового типу Z -перетворювачів, в яких ДКД включається в коло зворотного зв'язку операційного підсилювача. Одним з варіантів вирішення є схема, що використовує пристрій «віднімання імпедансів». Вона має такі переваги: стабільну чутливість перетворення; можливість повної компенсації неінформативних складових; малу кількість регулювань; зручність нормування та калібрування.

Перелік джерел із загального списку використаних джерел, на які є посилання у розділі 4: [2], [6], [10], [11], [14], [34], [39], [40], [42], [80], [109], [126], [127], [129], [163] – [199].

РОЗДІЛ 5

МЕТРОЛОГІЧНЕ ЗАБЕЗПЕЧЕННЯ РОЗРОБЛЕНИХ ТК ПРИЛАДІВ

5.1 Нові методи контролю основних метрологічних характеристик термометричних мостів

Нормована функція перетворення моста як ідеального засобу вимірювання виглядає як пряма лінія з тангенсом кута нахилу, рівним одиниці. У реальності характеристика моста буде представлена деякою функцією $y = f(x)$. Вона буде містити адитивну, мультиплікативну похибки і похибку лінійності або нелінійність. Розклавши цю функцію в ряд Маклорена, запишемо її у вигляді степеневого полінома $y = \sum_{i=0}^n a_i x^i$ і представимо у такому вигляді:

$$y = x(1 + \delta_m)(1 + \delta_l) + \Delta_a, \quad (5.1)$$

де $\Delta_a = a_0$ – адитивна похибка; $\delta_m = (a_1 - 1)$ – мультиплікативна похибка;

$\delta_l = \frac{1}{a_1} \sum_{i=2}^n a_i x^{i-1}$ – похибка лінійності.

Для прецизійних термометричних мостів мультиплікативну складову похибки вимірювання опору СПТО, як правило, не нормують. Пов'язано це зі специфікою алгоритму МТШ 90, яка полягає в тому, що температура є певною функцією не опору СПТО, а відносного параметра W_{90} . Цей параметр дорівнює відношенню результатів вимірювання опору термометра при поточній температурі y і опору термометра в потрібній точці води y_V [119]. З урахуванням (5.1) запишемо вираз для параметра W_{90} :

$$W_{90} = \frac{y}{y_V} = \frac{x(1 + \delta_m)(1 + \delta_l) + \Delta_a}{x_V(1 + \delta_m)(1 + \delta_{lV}) + \Delta_a}. \quad (5.2)$$

Із останнього рівняння можна зробити два висновки. По-перше, при обчисленні параметра W_{90} мультиплікативна складова похибки вимірювання скорочується тільки за умови, що адитивна складова похибки дорівнює нулю $\Delta_a = 0$. У реальному пристрої можливі два варіанти. Або адитивна похибка повинна бути меншою за 0,5 одиниці молодшого розряду, або її необхідно спочатку виміряти. А потім враховувати в подальших результатах вимірювання як поправку. Якщо наявність адитивної похибки не враховувати, то значення контрольованої нелінійності спотвориться. По-друге, після обліку адитивної похибки розкладання знаменника формули (5.2) в ряд і відкидання значень більш високого порядку малості отримаємо:

$$W_{90} = \frac{x(1 + \delta_l)}{x_v(1 + \delta_{lv})} \approx x/x_v (1 + \delta_l - \delta_{lv}). \quad (5.3)$$

Очевидно, при визначенні температури згідно з МТШ 90 метрологічною характеристикою є не сама нелінійність, а різниця нелінійності, яку міст має при поточній температурі і при температурі в потрібній точці води.

Виходячи з останніх рівнянь, вимірювання адитивної похибки і нелінійності є однаково важливим завданням для підтвердження високих метрологічних характеристик термометричних мостів [200].

5.1.1 Електрична модель міри нульового опору. Метод вимірювання адитивної складової похибки термометричних мостів

Для визначення адитивної складової похибки термометричного моста можна запропонувати два основні методи. Перший метод – метод початкових еталонів (молодших розрядів). Суть методу полягає в послідовному підключенні до моста набору еталонів (мір) опору 1, 2-го розрядів, номінальний опір яких на 4-5 порядків менше максимального значення опору, що вимірюється на обраному фіксова-

ному діапазоні. Наприклад, діапазон виміру моста становить - 100 Ом. Якщо в якості об'єкта вимірювання підключаються еталони з номінальним опором 1, 10 і 100 мОм, то однакове зміщення (на рис. 5.1 зміщення дорівнює b) результатів вимірювання по відношенню до дійсних значень еталонів в діапазоні $x(\text{opt})$ свідчить за визначенням про наявність адитивної похибки.

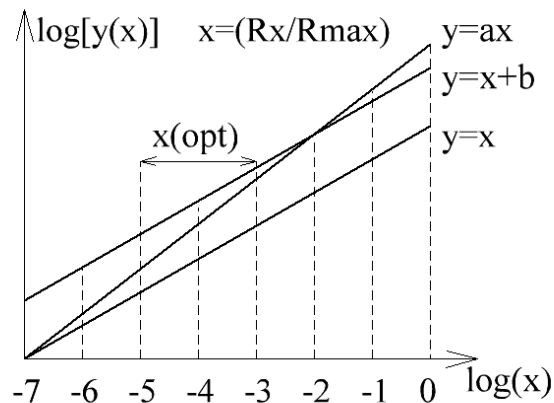


Рис. 5.1. Метод молодших розрядів для визначення адитивної похибки

Для реалізації цього методу необхідно мати три еталона опору, тричі провести вимірювання і обробку результатів. Це істотно здорожує та ускладнює застосування методу. На практиці частіше використовують методи нульового опору (метод "зеро"). Їх аналіз проведено в розділі 1. Однак при проведенні державних приймальних випробувань виникає питання про верифікацію та метрологічне забезпечення методу. Перш за все, необхідно розуміти, з якою точністю можна відтворювати нульовий опір.

Розглянемо електричну модель методу (рис. 5.2) на прикладі еквівалента нульового опору, підключеного до вимірювача імпедансу [201-204]. У моделі параметр, що характеризує замикання струмових та потенціальних затискачів представлено перемичкою з опором відповідно $r_1 + r_2$ і $r_3 + r_4$. Третя перемичка з опором R_0 з'єднує середні частини перших двох перемичок. У моделі також представлені вхідний опір детектора рівноваги R_D і опір R_L , що призначений для врахування ефектів просочування паразитних струмів на загальний провід.

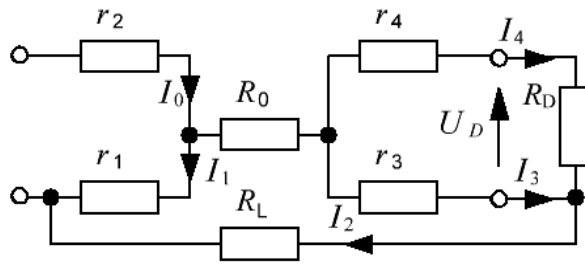


Рис. 5.2. Електрична модель для розрахунку ефективного опору міри нульового опору

Результат вимірювання об'єкта, що зображений на рис. 5.2 за визначенням дорівнює відношенню різниці напруг на потенціальних виводах до струму, що протікає через струмові виводи $R_X = U_D / I_0$. Використовуючи очевидні співвідношення $I_0 = I_1 + I_2$, $I_2 = I_3 + I_4$, $I_3 r_3 = I_4 (R_D + r_4)$, неважко показати, що

$$R_X = \frac{r_1 r_3}{\left[R_0 + R_L + r_1 + \frac{r_3 (1 + r_4 / R_D)}{1 + (r_3 + r_4) / R_D} \right] \left[1 + \frac{r_3}{(R_D + r_4)} \right]}. \quad (5.4)$$

Останнє рівняння можна спростити, вважаючи, що опори підвідних провідників однакові і рівні r . З врахуванням того, що $r \ll R_D$ і $r \ll R_0$, отримаємо:

$$R_X \approx \frac{r^2}{(R_0 + R_L)}. \quad (5.5)$$

Замість невідомого шунтуючого опору R_L можна використовувати параметр, який практично завжди наводиться в технічних умовах на прилад, а саме опір ізоляції R_i . За вимогами електричної безпеки шунтуючий опір не може перевищувати опір ізоляції $R_i \leq R_L$. Причому за величиною опір ізоляції має бути не менше 100 МΩ. Підставляючи в останній вираз їх реальні значення $R_i > 100 \text{ МΩ}$ і $r < 0,1 \text{ Ω}$, от-

римаємо, що розрахункове значення еквівалентного опору R_X міри нульового опору не буде перевищувати $10^{-10} \Omega$. Ця величина на чотири порядки менше, ніж одиниця молодшого розряду самого чутливого термометричного моста моделі F900. Тому метод "zero" дає змогу реалізувати практично нульовий опір для чотиризаписного підключення.

На основі схеми включення, представленої на рис.5.2, можна представити новий варіант реалізації методу вимірювання адитивної похибки [205]. Суть його полягає в тому, що мірою нульового опору може виступати практично будь-який чотиризаписний еталон опору. Відмінність у тому, що при новому включенні дійсний опір еталону виступає не в якості інформативного параметра, а в якості перемички, що з'єднує потенціальний і струмовий контури. Якщо в схемі з класичним включенням об'єкта робочий струм моста протікає через дійсний опір еталону, то в новому рішенні ми пропонуємо підключити чотиризаписний об'єкт по-новому так, як показано на рис.5.3. При цьому робочий струм буде протікати тільки через опори дротів підведення r_1 і r_2 .

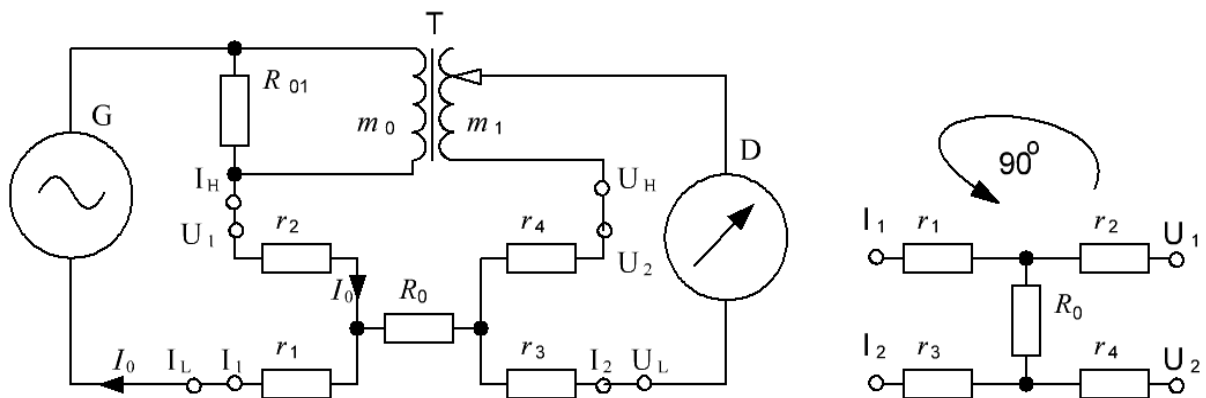


Рис. 5.3. Схема включення чотиризаписного об'єкта в якості міри нульового опору

Новий метод перевірений експериментально, рис. 5.4. Як засіб вимірювання використовувався термометричний міст змінного струму СА300. До мосту, згідно

зі схемою на рис. 5.3, підключалися еталони опору типів МС 3020, Р3030, Р3031 номінальним опором від 0,1 Ом до 1 МОм. Вимірювання проводилися в режимі обчислення середнього. Кількість вимірювань у вибірці дорівнювала десяти, що відповідало шумовій смузі – 0,1 Гц.

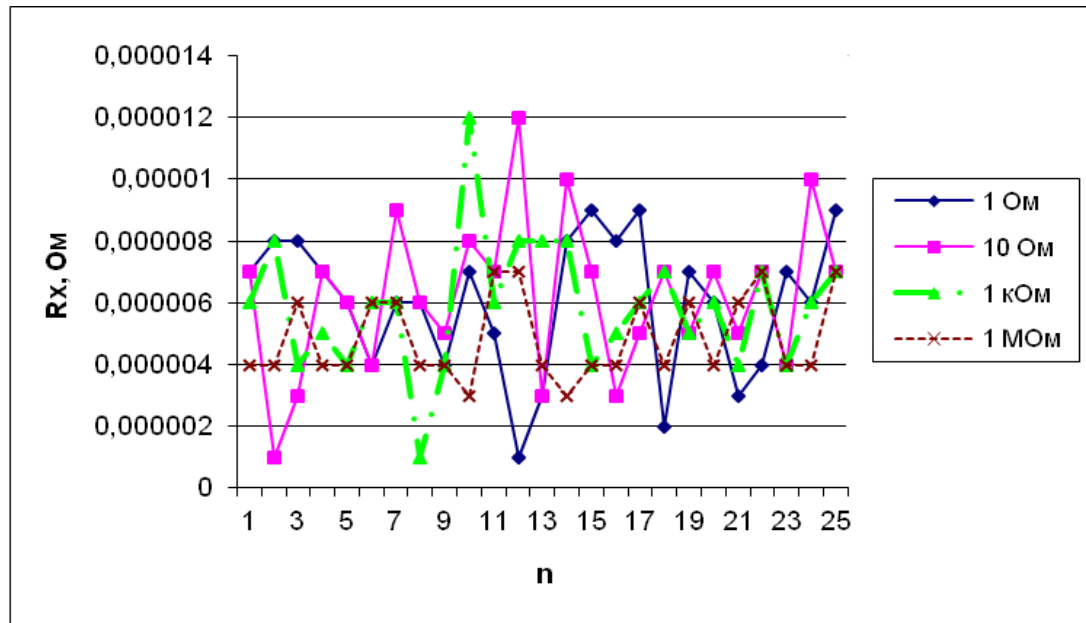


Рис. 5.4. Результати вимірювань чотирьох еталонів з номінальними опороми 1 Ом, 10 Ом, 1 кОм, 1 МОм у режимі нульового опору

З рис. 5.4 випливає, що кожна серія, яка налічує приблизно 25 вимірювань, має практично однакове математичне очікування 5,5 мкОм. Це значення відповідає половині одиниці молодшого розряду моста і є його адитивною похибкою. Звідси алгоритм підключення стандартного зразка опору, описаний вище, дозволяє просто, швидко і ефективно визначати одну з головних метрологічних характеристик прецизійних термометричних мостів – адитивну похибку. Той факт, що величина адитивної похибки моста не залежить від номінального значення опору міри, яке змінювалося в широкому діапазоні від 0,1 Ом до 1 МОм, свідчить про правильність обраної розрахункової моделі.

5.1.2 Методи і засоби контролю похибки лінійності термометричних мостів. Рівноінтервальний метод і метод дихотомії

Диференціальна та інтегральна нелінійність мостів має різну природу і джерела виникнення. Диференціальна нелінійність проявляється як нерівномірне квантування або розриви монотонності. Вона обумовлена нерівністю ЕРС на секціях обмотки з однаковим числом витків, розбіжностями між декадами та ін. Відомі методи вимірювання диференціальної нелінійності застосовують до індуктивного дільника як окремого приладу. Зазвичай це відбувається при проведенні акредитації метрологічних лабораторій або ключових міжнародних звіреннях. Для дільника, вбудованого в міст, диференціальну нелінійність вимірюють з метою атестації технології виготовлення обмоток з тісним індуктивним зв'язком. Роблять це на спеціальному стенді підприємства виробника моста. Як правило, рівень цієї похибки не перевищує (0,1-0,5) ОМР. Зовнішніми пристроями здійснити цю процедуру в мостах практично неможливо.

Інтегральна нелінійність є монотонною функцією. Вона проявляється у всьому діапазоні вимірювання. Нелінійність обумовлена кінцевим вхідним і вихідним опором каскадів індуктивного дільника та шунтуючими провідностями. Зазвичай її величина знаходиться в межах (1-3) ОМР, тобто на порядок вища від диференціальної нелінійності. Для вимірювання інтегральної нелінійності мостів можна використовувати зовнішні пристрої. Для вирішення завдання вимірювання інтегральної нелінійності важливо визначитись із дефініціями. Припустимо, що $f(x)$ – це функція перетворення моста. Одна із головних властивостей лінійної функції може бути записана наступним чном:

$$f(x_1) + f(x_2) \stackrel{def}{=} f(x_1 + x_2). \quad (5.6)$$

Якщо функція перетворення моста $f(x)$ – є нелінійною функцією, то рівність (5.6) порушується. Різниця між правою і лівою частинами рівняння характеризує

нелінійність. На основі рівняння (5.6), як аксіоми, можна дати визначення параметру моста – інтегральній нелінійності. Інтегральна нелінійність моста це різниця між її реальною (нелінійною) характеристикою та ідеальною прямою лінією, яка може бути отримана з використанням експериментальних результатів.

Реально існуючі мости мають нелінійну функцію перетворення $f(x)$. Вид цієї функції визначається конструкцією індуктивного дільника. Найчастіше вона представляється поліномом другого або третього ступеня. Нелінійність квадратичного характеру являє собою монотонну опуклу функцію. Причини її виникнення пояснюється електричною моделлю на рис. 5.5. Вихідний опір r_{out} обмотки з регульованим числом витків m_1 і вхідний опір R_{in} трансформатора наступного каскаду утворюють дільник напруги. Для сучасних матеріалів з магнітною проникністю $(1-2) \cdot 10^5$ значення вхідного опору двоступеневого трансформатора може бути $(10-20)$ МОм. Вихідний опір є змінною величиною. Він залежить від рівноважного значення числа витків $f(m_1)$. Опір може змінюватися від 0 до $(1-1,5)$ Ом. У результаті може виникнути нелінійність, більша за 0,1 ppm.

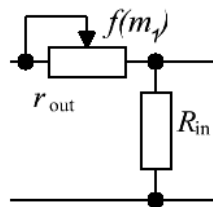


Рис. 5.5. Модель каскадного включення трансформаторів КМВК

Нелінійність кубічного характеру являє собою монотонну функцію з перегином і має S-подібний зовнішній вигляд. Її електрична модель буде більш складною. Вона розглянута як модель індуктивного дільника напруги із врахуванням індуктивностей розсіювання в [206], та з врахуванням додатково міжвиткових ємностей в [47].

Методична складова визначення інтегральної нелінійності спирається на формування певного алгоритму вимірювань і обробки результатів. Алгоритм по-

винен забезпечити різницю між парами даних, розташованих на реальній нелінійній характеристиці моста і на ідеалізованій прямій лінії. Проблема полягає в тому, що координати точок на прямій невідомі. Вони мають бути отримані так само в результаті обробки первинних вимірювань того ж приладу, лінійність якого визначається.

Основи імітації об'єкту вимірювання у вигляді кола змінного опору із розрахунковим значенням описані в [55, 214]. Для термометричних задач ланцюжок представлений в [217].

Метод рівноінтервальних значень. Для визначення інтегральної нелінійності термометричного моста в діапазоні (0 – 125) Ом була використана одна із перехідних мір (11 резисторів по 10 Ом). Комплект таких мір був розроблений і створений Сурду М.Н. та Могілевським В.М. Кожна із перехідних мір складається із 11-ти послідовно з'єднаних прецизійних чотирививідних резисторів однакового номіналу. Щоб забезпечити передачу розміру одиниці опору від одного значення еталона на весь повний десятковий діапазон, номінальні значення резисторів перехідних мір відрізнялись на порядок [207].

Розглянемо нелінійну характеристику моста $Y = f(X)$, що представлена на рис. 5.6. Алгоритм методу складається з трьох етапів [208]. На першому етапі проводиться вимірювання кожного окремого опору ланцюжка $x_1, x_2, \dots, x_i$ ($i = 1 \dots n$), номінальне значення якого відповідає початковій (першій) числовій позначці діапазону вимірювання. Отримуємо n результатів вимірювання $Y_i = f(x_i)$:

$$\begin{cases} Y_1 = f(x_1) \\ Y_2 = f(x_2) \\ \dots\dots\dots \\ Y_i = f(x_i) \\ \dots\dots\dots \\ Y_n = f(x_n) \end{cases} \quad (5.7)$$

На другому етапі, використовуючи результати вимірювань (5.7) і властивість адитивності лінійної функції (5.6), проводять алгебраїчне підсумовування за

наступним алгоритмом: для знаходження суми A_2 використовують перші два результати вимірювання з системи (5.7); для знаходження суми A_3 використовують перші три результати вимірювання з системи (5.7) і т.д. Алгоритм представлений системою рівнянь (5.8):

$$\left\{ \begin{array}{l} A_1 = Y_1 \\ A_2 = Y_1 + Y_2 \\ A_3 = Y_1 + Y_2 + Y_3 \\ \dots\dots\dots \\ A_k = Y_1 + Y_2 + \dots + Y_k \\ \dots\dots\dots \\ A_n = Y_1 + \dots + Y_n \end{array} \right. \quad (5.8)$$

Алгебраїчне підсумовування (5.8) відповідає принципу адитивності за визначенням, тому результати обчислень $A_k = \sum_{i=1}^k Y_i$ лежать на одній прямій

$A = \sum_{i=1}^k f(x_i) = f(\sum_{i=1}^k x_i) = f_s(X_k)$ (рис. 5.6) і представляють ідеалізовану характеристику засобу вимірювання.

На третьому етапі проводять вимірювання опору сумарних резисторів X_k , отриманих послідовним включенням двох (X_2), трьох (X_3) і т.д. до n резисторів ланцюжка. Отримуємо n результатів вимірів $Y_k = f(X_k)$:

$$\left\{ \begin{array}{l} Y_1 = f(X_1) = f(x_1) \\ Y_2 = f(X_2) = f(x_1 + x_2) \\ \dots\dots\dots \\ Y_k = f(X_k) = f(x_1 + \dots + x_k) \\ \dots\dots\dots \\ Y_n = f(X_n) = f(x_1 + x_2 + \dots + x_n) \end{array} \right. \quad (5.9)$$

Таким чином, всі результати вимірювань, наведені в системі (5.9), знаходяться на реальній за визначенням нелінійній характеристиці засобу вимірювання $Y = f(X_k)$ згідно з рис. 5.6.

Нелінійність реальної функції перетворення $Y = f(X_k)$ засобу вимірювання відносно прямої, що представляє ідеалізовану характеристику $A = f_s(X_k)$, як відносна похибка, знаходиться за формулою:

$$\delta_k = (A_k - Y_k) / A_k = \frac{\sum_{i=1}^k f(x_i) - f(\sum_{i=1}^k x_i)}{\sum_{i=1}^k f(x_i)}. \quad (5.10)$$

Як впливає з рис. 5.6, в якості базової прямої лінії виступає лінія A_1A_8 . Тому значення похибки (5.10) будуть наростати по мірі руху до кінця діапазону вимірювання. Це є недоліком методу рівнономіальних значень.

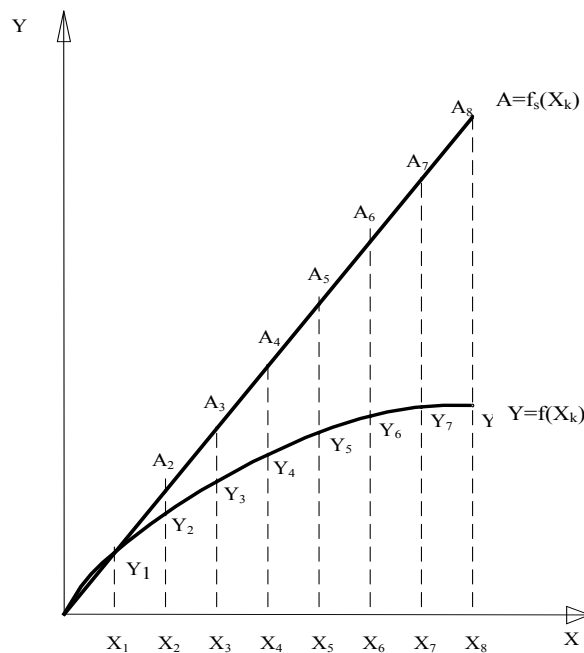
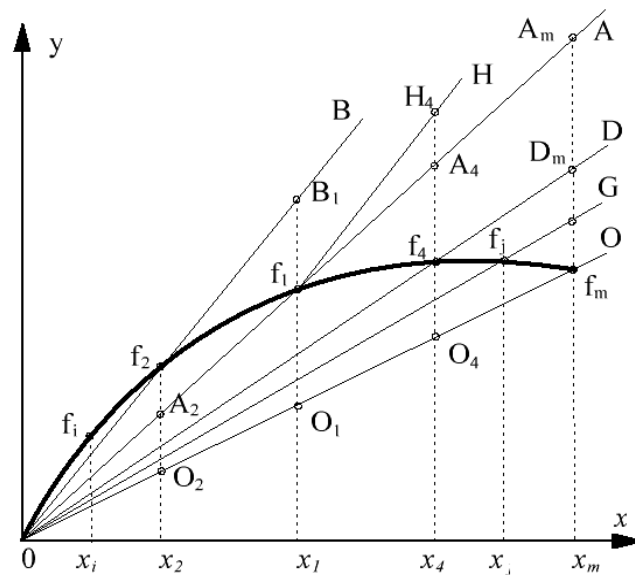


Рис. 5.6. Геометрична інтерпретація методу рівнономіальних значень

По відношенню до іншої базової прямої, наприклад відрізка, що з'єднує початок і кінець дуги, розглянутий на рис. 5.6 метод буде давати завищені значення похибки. Нижче пропонується новий метод, який позбавлений цього недоліку.

Бісекційний метод. Цей метод призначений для визначення також тільки інтегральної нелінійності в дискретних точках діапазону вимірювання, рис. 5.7. Вибір цих точок здійснюється за наступним алгоритмом. Спочатку діапазон вимі-

рювання x_m умовно ділять навпіл і знаходять похибку $\delta_1(x_1)$ в точці x_1 . Нижню частину діапазону ділять знову навпіл і знаходять похибку $\delta_2(x_2)$ в точці x_2 . І так далі кожную частину діапазону знизу ділять навпіл, визначаючи похибку $\delta_i(x_i)$ в точці x_i . Верхню частину діапазону від точки, що відповідає максимуму діапазону, ділять так само навпіл і знаходять похибку $\delta_1(x_4)$ в точці x_4 . Далі аналогічно кожную частину діапазону зверху ділять навпіл, визначаючи похибку $\delta_j(x_j)$ в точці x_j . У пропонуваному методі нелінійністю є різниця між парою ординат на реальній характеристиці моста (точки на кривій $0f_2f_1f_4f_m$) і на прямій лінії, яка з'єднує початок і кінець реальної характеристики (точки на прямій $0O_2O_1O_4f_m$). Спочатку метод був запропонований тільки для нижньої частини діапазону вимірювання і отримав назву методу половинних перетинів (дихотомії) [209-212].



5.7. Геометрична інтерпретація бісекційного методу

Апаратне забезпечення методу дихотомії ґрунтується на використанні трьох парних мір опору. Міри побудовані за однаковою схемою, що є спощеним варіантом ланцюжка, запропонованого Сурду та Могілевським в [207]. Якщо два опори будуть приблизно однакові, то їх математична сума буде знаходитися практично на одній лінії. Для середини діапазону це лінії $0f_1$ та f_1A_m . Точність підгонки резисторів визначає відхилення від прямої лінії. Вона є похибкою обчислення неліній-

ності. Очевидно, це величина другого порядку малості (похибка від похибки). На практиці досить підігнати резистори з похибкою (0,1 -1)%. Алгоритм обчислення нелінійності в дискретних точках діапазону вимірювання починається з визначення базової похибки $\delta_1(x_1)$ в середині діапазону.

З метою спрощення геометричної інтерпретації методу припустимо, що для знаходження нелінійності в середині діапазону використані дві міри з однаковим опором. Тоді результати вимірювання окремих мір опору $R_1(x_1)$ і $R_2(x_1)$ будуть визначатися ординатою точки f_1 . Тут і далі під параметром $R_1(x_1)$ і $R_2(x_1)$ і $R_C(x_i)$ будемо розуміти результат вимірювання відношення $x_i \equiv R_{i,N}/R_S$ в поточній точці x_i (рис. 5.7). Припустимо, існує прилад, в якому опір підсумовується ідеально. Причини неідеальності будуть розглянуті пізніше. Тоді результат вимірювання фізичної суми $R_C(x_1)$ буде визначатися ординатою точки f_m . З властивості адитивності (5.1) математична сума $R_1(x_1)$ і $R_2(x_1)$ буде визначатися ординатою точки A_m на прямій $0f_1A_m$. За визначенням довжина відрізка f_1O_1 є нелінійністю моста. З подібності трикутників $0A_mf_m$ і $0f_1O_1$ витікає, що довжина відрізка f_1O_1 в два рази менша відрізка A_mf_m . Тоді в точці, що відповідає середині діапазону, значення нелінійності можна отримати з наступного виразу:

$$\delta_1(x_1) = \frac{R_C(x_1) - [R_1(x_1) + R_2(x_1)]}{2R_{\max}} \quad (5.11)$$

Тут і далі під нелінійністю будемо розуміти значення систематичної похибки, зведеної до кінця діапазону вимірювань $R_{\max}$.

Нелінійність у точці, що відповідає чверті діапазону, чисельно дорівнює відрізку f_2O_2 . Він у свою чергу складається з двох відрізків f_2A_2 і A_2O_2 . З подібності відповідних трикутників випливає, що ці відрізки рівні відповідно половині відрізків B_3f_3 і f_3O_3 . Оскільки ордината точки f_2 визначається опорами $R_1(x_2)$ або $R_2(x_2)$, а ордината точки B_1 – їх сумою, то похибка в точці діапазону x_2 буде дорівнювати сумі двох зазначених відрізків. Похибка в точці діапазону x_3 буде дорівнювати сумі трьох відрізків. У загальному випадку для i -тої точки першого діапа-

зону формула для обчислення нелінійності має вигляд

$$\delta_1(x_i) = \sum_{i=1}^k \frac{R_C(x_i) - [R_1(x_i) + R_2(x_i)]}{2^{k-i+1} R_{\max}}, \quad (5.12)$$

де i – номер точки вимірювання в першій половині діапазону;

k – кількість точок вимірювання в першій половині діапазону.

У верхній частині діапазону кожен наступний ділянку вимірювання так само ділять навпіл. Ділянка складається з попередньої (базової) для фіксації поточної точки x_j . Наприклад, половина плюс чверть, або три чверті плюс одна восьма. Цим обумовлений інший алгоритм обчислення нелінійності в верхньому діапазоні вимірювання. Розглянемо докладніше цю процедуру. Похибка $\delta_1(x_1)$ в $1/2$ діапазону вимірювання визначена відповідно до (5.11). Для визначення похибки в точці $3/4$ діапазону ми повинні переміститися вздовж реальної характеристики моста з точки f_1 у точку f_4 . Її положення визначається двома складовими ($0,5 x_m + 0,25 x_m$).

Розглянемо геометричну інтерпретацію визначення нелінійності. Для обчислення похибки $\delta_1(x_4)$ в точці x_4 у верхній частині діапазону ми з точки f_1 (точка базової похибки) проводимо промінь H , паралельний променю B . На перетині з абсцисою x_4 отримаємо точку H_4 . Із порівняння трикутників Of_2A_2 і $f_1H_4A_4$ витікає, що їх кути і сторони рівні. Отже, відрізок H_4f_4 чисельно дорівнює різниці двох відрізків. Вони визначають результати вимірювання суми двох опорів $R_C(x_4)$ і математичної суми результатів вимірювання двох окремих опорів $R_1(x_4)$ і $R_2(x_4)$ у точці x_4 . Нелінійність у цій точці за визначенням дорівнює відрізку f_4O_4 . Наступні співвідношення між відрізками є очевидними

$$f_4O_4 = A_4O_4 + H_4A_4 - H_4f_4, \quad H_4A_4 = f_2A_2 = f_2O_2 - A_2O_2. \quad (5.13)$$

З урахуванням прийнятих позначень відповідні відрізки будуть представляти такі похибки

$$A_4O_4 = 1,5\delta_1(x_1), f_2O_2 = \delta_1(x_2), A_2O_2 = 0,5\delta_1(x_1). \quad (5.14)$$

Тоді нескладно показати, що нелінійність у першій точці x_4 верхнього діапазону буде визначатися формулою

$$\delta_2(x_4) = \delta_1(x_1) + \delta_1(x_2) - \frac{R_C(x_4) - [R_1(x_4) + R_2(x_4)]}{R_{\max}}. \quad (5.15)$$

Для довільної j - ї точки верхнього діапазону рекурентна формула обчислення має наступний вигляд

$$\delta_2(x_j) = \delta_2(x_{j-1}) + \delta_1(x_{j+1}) - \frac{R_C(x_j) - [R_1(x_j) + R_2(x_j)]}{R_{\max}}. \quad (5.16)$$

Отже, алгоритм обчислення, наведений у рівняннях (5.12), (5.16), дає змогу визначати різницю між реальною характеристикою моста (крива $0f_2f_1f_4f_m$) і прямою лінією $0O_2O_1O_4f_m$ у дискретних точках всього діапазону вимірювання. Він отримав назву бісекційний метод [213].

Для апаратної реалізації методу високоточного сумування опорів використовуються ланцюги Хамона [214]. Основні метрологічні властивості послідовного або паралельного з'єднання чотирививідних мір опору наведені в [55]. З цієї публікації витікає, що схема для послідовного підключення чотирививідних мір опору (рис. 5.9) є більш простою, ніж схема для паралельного з'єднання. По-перше, не треба застосовувати складні процедури симетрування опорів проводів під'єднання [55, 214]. По-друге, не треба вирішувати проблему, пов'язану з тим, що точка підключення підвідних проводів є сама по собі чотиризатискним опором [215]. На рис. 5.8 ці точки позначені A_2, A_3 і так далі. Як об'єкти дослідження для теорії поля вони є триполюсниками з фіксованою геометрією силових ліній струму. Проблема загострюється при паралельному підключенні чотиризатискачних мір і може бути практично нівельована при послідовному підключенні.

Для послідовного підключення мір опору можна виділити три фактори, які впливають на точність підсумовування опорів. По-перше, це стабільність у часі мір опору на інтервалі проведення експерименту ($\approx 1-2$ години). Для сучасних еталонних мір опору цей параметр може бути менше $0,01$ ppm. По-друге, це кінцеве значення температурного коефіцієнта опору підвідних проводів r_{14} , r_{21} , r_{24} , r_{31} і далі, що входять до результатів вимірювання. Похибка не буде перевищувати $0,04$ ppm, якщо опори підвідних проводів будуть малими (≈ 10 мОм), буде використаний зовнішній термостат з нестабільністю температур $0,01^\circ\text{C}$) або підігрівання мір за on-chip технологією [216]. По-третє, це незмінна форма силових ліній струму в області зняття попотенціалу (точки A_2 , A_3 ... на рис. 5.8). При правильному конструюванні цим фактором можна знехтувати. Довжина провідників з опором r_{14} і r_{21} , які з'єднують два струмових затискачі мір R_{01} і R_{02} , має бути в $5-10$ разів більша діаметру провідника.

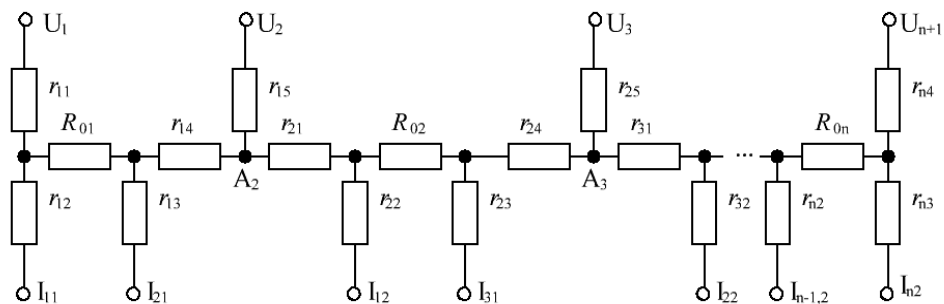


Рис. 5.8. Схема ланцюжка резисторів для контролю нелінійності мостів.

Необхідно також враховувати, що деякі резистори мають великий опір підвідних проводів. Так, для резистора USR 4-1220 фірми Powertron $r_{11} = r_{14} = 150$ мОм, $r_{12} = r_{13} = 1,27$ Ом. Резистори типу MP3000 (ЗІП, Краснодар, Росія) або S102C, VNP 4 фірми Vishay є кращими. Вони мають однакові опори підвідних проводів, що не перевищують $5-10$ мОм.

Ланцюжок на рис. 5.8 за структурою та властивостями відповідає ланцюжку, що представлений в [207]. Новими є наступні вимоги. Опори в ланцюжку R_{01} , R_{02} ... R_{0n} мають бути однаковими. Їх номінали повинні відповідати таким умовам:

$$x_i = x_m / 2^i, \quad \sum_{i=2}^N x_i \approx x_m \quad (5.17)$$

Для діапазону вимірювання термометричного моста $x_m = 125 \, \Omega$ був виготовлений ланцюжок з восьми мір з опором $x_1 = 15,5 \, \Omega$.

Експериментальна перевірка методу проводилася під час вимірювання нелінійності декількох екземплярів термометричного моста [201, 202, 212]. Різні модифікації моста мали одну з трьох робочих частот: 975, 325 або 125 Гц. У моделі на рис. 5.5 вхідний опір двоступеневого трансформатора визначається виразом $R_{in} = (\omega L)^2 / r$, де L і r відповідно індуктивність і опір первинної обмотки трансформатора. Таким чином, вхідний опір, як функція частоти в квадраті, змінювався в 60 разів. У стільки ж разів змінювалося розрахункове значення інтегральної нелінійності. Експериментальні значення похибки практично збіглися з розрахунковими значеннями. Для робочої частоти 125 Гц експериментальні значення нелінійності знаходилися в межах (0,17-0,21) ppm. СКВ результатів вимірювання не перевищувала 0,03 ppm у шумовий смузі 0,05 Гц [212]. Збіг експериментальних і розрахункових даних підтверджує можливість використання запропонованого методу для вимірювання нелінійності термометричних мостів на рівні 0,1 ppm і менше.

5.2 Державний еталон одиниці ЕП

5.2.1 Структурна схема державного еталона одиниці ЕП

Принцип роботи і характеристики еталона одиниці ЕП наведені в [218]. Його структура налічує декілька систем [219], склад і взаємодія між якими представлені на рис. 5.9.

Система для відтворення електролітичної провідності (ВЕП) призначена для вимірювання провідності і відтворення ЕП абсолютним методом з використанням

розрахункового значення константи кондуктометричного давача. Система складається з комплексу ЧКД, в еталоні вони отримали назву чотириелектродних кондуктометричних комірок 1, і моста 2 змінного струму типу КМ-4Е.

Система передачі розміру електролітичної провідності (ПЕП) призначена для розширення діапазону вимірювань в області концентрованих розчинів і кислот (там, де небажано використовувати комірку з розрахунковою константою) або в області дистильованої води і органічних розчинників (там, де комірка з розрахунковою константою може мати істотну похибку). Система складається з комплексу двоелектродних кондуктометричних комірок 3, константи яких калібруються за допомогою системи ВЭП, і моста 4 змінного струму типу КМ-2Е.

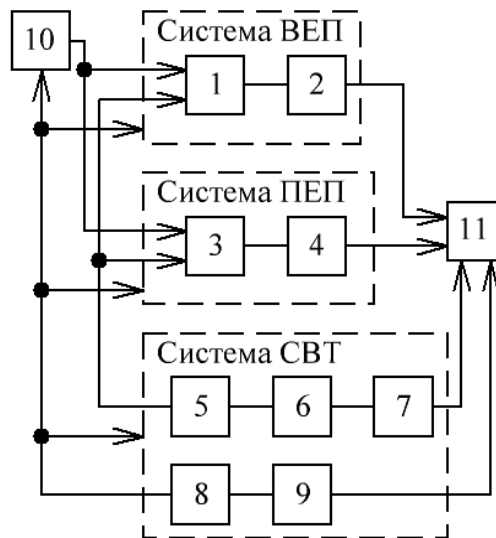


Рис. 5.9. Структурна схема еталона одиниці ЕП

Система стабілізації та вимірювання температури (СВТ) призначена для стабілізації температури розчинів у комірках і температури навколишнього повітря, введення температурних поправок до виміряного значення провідності, зменшення температурної похибки мостів. Система складається з двох незалежних підсистем. До складу першої підсистеми входять: модернізований до трьох контурів регулювання температури водяний термостат 5 типу ТВП-6М, всередину якого поміщають комірки (ЧКД і ДКД), еталонний платиновий термоперетворювач опору 6 (СПТО) 1-го розряду типу ТСПН-5 і прецизійний вимірювач 7 темпера-

тури типу БИТС. Друга підсистема являє собою ізольоване від прямих сонячних променів і огорожене шлюзовими просторами приміщення, в якому за допомогою повітряного кондиціонера 8 і системи управління 9 підтримується постійна температура навколишнього середовища.

В склад еталону також входить система підготовки розчинів 10, яка призначена для очищення компонентів розчину (дистильованої води і хлористого калію) і приготування однорідних за концентрацією і стабільних в часі водних розчинів.

Результати вимірювань від відповідних систем надходять у персональний комп'ютер 11, який виконує функції системи збору і первинної обробки інформації.

5.2.2 Метрологічна модель державного еталона одиниці ЕП та шляхи мінімізації невизначеності

Еталон відтворює одиницю ЕП відповідно до загального вимірювального рівняння [220]:

$$\sigma = G_x K (1 + \alpha \Delta t_{25}), \quad (5.18)$$

Де K – константа кмірки (розрахункова величина), м^{-1} ;

Δt_{25} – відхилення температури розчину від 25°C – стандартної температури стабілізації, прийнятої при вимірюванні ЕП, $^\circ\text{C}$;

α – температурний коефіцієнт розчину електроліту, $1/^\circ\text{C}$.

Одна з головних метрологічних характеристик еталона – це невизначеність відтворення одиниці ЕП (тут і далі мається на увазі стандартна невизначеність типу В). При відсутності кореляції між параметрами вимірювального рівняння (5.18) стандартна невизначеність відповідно до [221] обчислюється як

$$u_{\sigma} = \sqrt{\left(\frac{\partial \sigma}{\partial G} u_G\right)^2 + \left(\frac{\partial \sigma}{\partial K} u_K\right)^2 + \left(\frac{\partial \sigma}{\partial t} u_t\right)^2}, \quad (5.19)$$

де: u_G , u_t і u_K – стандартна невизначеність вимірювання провідності, температури і обчислення константи відповідно.

Часткові похідні для рівняння (5.18) є коефіцієнтами впливу під час оцінювання невизначеності (5.19). Вони будуть мати вигляд

$$\frac{\partial \sigma}{\partial G} = K(1 + \alpha t_{25}), \quad \frac{\partial \sigma}{\partial K} = G(1 + \alpha t_{25}), \quad \frac{\partial \sigma}{\partial t} = GK\alpha. \quad (5.20)$$

Кожен раз обчислювати коефіцієнти (5.20), для того щоб оцінити невизначеність (5.19), складно і незручно. Зауважимо, що рівняння (5.18) є лінійною функцією щодо аргументів G , K і t . Тому відносне значення невизначеності у вигляді рівняння (5.21), як покажуть подальші викладення, дасть змогу спростити подальший аналіз:

$$u_{\sigma}^* = \frac{u_{\sigma}}{\sigma}. \quad (5.21)$$

Підставим рівняння (5.19) і (5.20) в останнє рівняння і отримаємо:

$$u_{\sigma}^* = \sqrt{\left(\frac{u_G}{G}\right)^2 + \left(\frac{u_K}{K}\right)^2 + \left(\frac{u_t \alpha}{1 + \alpha t_{25}}\right)^2} \quad (5.22)$$

Як правило, розрядність обчислення функції (5.22) обмежена двома значущими цифрами. Тому можна вважати, що $(1 + \alpha \Delta t_{25}) \approx 1$.

Очевидно невизначеності u_G , u_K і u_t будуть залежати від багатьох похибок. Тут і далі під похибками будемо розуміти їх граничні значення. До основних фак-

торів $\lambda \in \{\lambda_i, \lambda_j, \lambda_n\}$, що впливає на ці похибки, належать: метрологічні характеристики вимірювальних приладів, похибки еталонів для калібрування, методичні похибки розрахункових моделей, точність виготовлення розрахункових елементів, кліматичні умови, параметри електроживлення та ін. Для оцінки невизначеностей використовують такі формули [221]:

$$\left. \begin{aligned} u_G &= \sqrt{\sum_{i=1}^N \left[C_i \frac{\partial G(\lambda_i)}{\partial \lambda_i} \Delta G(\lambda_i) \right]^2} = \sqrt{\sum_{i=1}^N [A_{iG} \Delta G(\lambda_i)]^2} \\ u_K &= \sqrt{\sum_{j=1}^M \left[C_j \frac{\partial K(\lambda_j)}{\partial \lambda_j} \Delta K(\lambda_j) \right]^2} = \sqrt{\sum_{j=1}^M [A_{jK} \Delta K(\lambda_j)]^2} \\ u_t &= \sqrt{\sum_{n=1}^H \left[C_n \frac{\partial t(\lambda_n)}{\partial \lambda_n} \Delta t(\lambda_n) \right]^2} = \sqrt{\sum_{n=1}^H [A_{nt} \Delta t(\lambda_n)]^2} \end{aligned} \right\}, \quad (5.23)$$

де C_i , C_j і C_n - коефіцієнти, які визначаються законами розподілу відповідних похибок; A_{iG} , A_{jK} и A_{nt} – модифіковані коефіцієнти впливу з урахуванням коефіцієнтів C_i , C_j і C_n .

Підставим останні рівняння в (5.22) і отримаємо

$$u_\sigma^* = \sqrt{\sum_{i=1}^N (A_{iG} \delta_{iG})^2 + \sum_{j=1}^M (A_{jK} \delta_{jK})^2 + \sum_{n=1}^H (A_{nt} \delta_{nt})^2}, \quad (5.24)$$

де $\delta_{iG} = \Delta G_i / G$, $\delta_{jK} = \Delta K_j / K$, $\delta_{nt} = \Delta t / t$ є відповідними відносними похибками.

У загальному вигляді вираз (5.24) є функціоналом виду $u_\sigma^* = \Phi[A(\lambda), \delta(\lambda)]$, де $\lambda \in \{\lambda_i, \lambda_j, \lambda_n\}$ – безліч факторів, що викликають похибки. Використання відносних величин дає змогу порівнювати між собою складові похибки, оцінювати рівень їх суттєвості. Основне метрологічне завдання полягає в оптимізації масивів N , M і H та приведенні до мінімуму функціоналу (5.24). Вирішувати це завдання строго науково, розглядаючи функціонал як цільову функцію, дуже складно. Тому, ми розбили цю задачу на кілька незалежних стратегій.

Перша – пов'язана з мінімізацією функції $\Phi[A(\lambda)]$ шляхом вибору таких рішень, які при обчисленні функції перетворення мають коефіцієнти впливу, близькі до нуля $A(\lambda) \rightarrow 0$.

Друга – пов'язана з мінімізацією цільової функції $\Phi[\delta(\lambda)]$ шляхом мінімізації кожної зі складових похибки $\delta(\lambda) \rightarrow \min$.

Третя стратегія пов'язана з оцінкою похибки у вигляді деякої константи $\delta(\lambda) = \delta_m(\text{const})$, де $m \in \{i \rightarrow N, j \rightarrow M, n \rightarrow H\}$ та її врахування як поправки. Похибка δ_m може бути отримана експериментально шляхом калібрування по зовнішньому еталону або в результаті теоретичного розрахунку реальної фізичної моделі вимірювального перетворювача. Реалізація третьої стратегії полягає у встановленні максимального числа m і тим самим мінімізації як аргументу, так і всієї цільової функції виду $\Phi[\delta(\lambda) - \delta_m]$. Перераховані стратегії можна об'єднати в одну задачу такого вигляду:

$$u_{\sigma}^* = \min_{A(\lambda) \rightarrow 0} \left\{ \min_{\delta(\lambda) \rightarrow \min} \left\{ \min_{m \rightarrow N \wedge M \wedge H} \left\{ \Phi[A(\lambda), \delta(\lambda) - \delta_m] \right\} \right\} \right\} \quad (5.25)$$

Для реалізації першої стратегії на початковому етапі розробки було обрано таку структуру еталона, принципи побудови вимірювальних перетворювачів, методики виконання вимірювань, калібрування і обробки результатів перетворення, для яких більшість коефіцієнтів впливу A_{iG}, A_{jK} і A_m знаходяться нижче порога чутливості. Наприклад, при створенні вимірювальної комірки в якості матеріалу вибрано кварцове скло. Матеріал добре опрацьований, хімічно стійкий, зі стабільними фізичними властивостями. Тому оцінки коефіцієнтів впливу A_{jK} для практично всіх кліматичних факторів, включаючи коефіцієнт температурного розширення, дозволяють ними знехтувати. Аналогічний підхід застосовується до розробки вторинних вимірювальних перетворювачів. Так, кондуктометричний міст змінного струму КМ-4Е є спеціалізованим приладом з повністю зрівноваженим вимірю-

вальним колом. Це дає можливість знехтувати коефіцієнтами A_{iG} , пов'язаними з параметрами (амплітуда і частота) напруги мережі і генератора, що живить вимірювальне коло. Вимірювальне коло моста побудоване на основі трансформаторів з тісним індуктивним зв'язком. Тому результат перетворення не залежить від практично будь-яких (крім температури) параметрів навколишнього середовища.

Властивості, аналогічні мостам змінного струму, має вимірювач температури. Це пов'язано з тим, що принцип побудови його вимірювального кола заснований на логотричному перетворенні двох змінних напруг за допомогою сигма/дельта АЦП. Вимірювання температури на змінному струмі додатково дозволяє знехтувати коефіцієнтом, пов'язаним з термоЕРС.

На виборі елементів структури еталона істотно позначився тільки один кліматичний параметр - це температура навколишнього повітря. Цей параметр впливає на результат відтворення двояко. По-перше, він впливає на опір розчину всередині комірки. Температурний коефіцієнт більшості розчинів знаходиться в діапазоні $(1,5 - 3) \cdot 10^{-2} \text{ } 1/^{\circ}\text{C}$, що досить істотно при відтворенні одиниці ЕП. Відповідно виникає потреба в стабілізації температури комірки. Тому в структуру еталона входить вдосконалений (з додатковим третім контуром охолодження і поліпшеною чутливістю системи автоматичного регулювання) водяний термостат ВТ типу ТВП-6М. Він забезпечує стабільність підтримки температури протягом 8 год не гірше $\pm 0,002 \text{ } ^{\circ}\text{C}$. По-друге, температура впливає на опорні міри опору всередині вторинних перетворювачів. Їх температурні коефіцієнти знаходяться в діапазоні $(2 - 10) \text{ ppm на } 1 \text{ } ^{\circ}\text{C}$. Тому температуру всередині приміщення необхідно підтримувати на рівні $(20 \pm 1) \text{ } ^{\circ}\text{C}$. Ці вимоги забезпечуються системою кондиціонування ВК і пристроєм приміщення у вигляді пасивного термостата. Приміщення відокремлено шлюзами від віконних і дверних отворів.

Для реалізації другої і третьої стратегій в першу чергу необхідно сформулювати бюджет похибок і обмежити розмір множин $\{N\}, \{M\}, \{H\}$ у рівняннях (5.23) – (5.25). Введення обмежень пов'язане з вибором експертної оцінки значення похибки δ_e , нижче якого всі похибки будуть нами рахуватися несуттєвими і в ро-

зрахунках не враховуватися. Спираючись на багаторічний досвід прецизійних вимірювань, нами прийнято таке значення: $\delta_e = 5 \text{ ppm}$. Це в 20 разів менше, ніж невилучена систематична похибка (100 ppm), яка записана в технічних вимогах на еталон. Подальша реалізація вибраних стратегій полягає у використанні таких процедур, як калібрування засобів вимірювальної техніки та облік систематичної похибки в якості розрахункової величини у вигляді поправки. Нижче наведено короткий аналіз основних складових невизначеності.

5.2.3 Аналіз бюджету похибок державного еталона одиниці ЕП

В оцінці розширеної невизначеності застосовується комбінація невизначеності типу А і В. Більш істотний внесок має невизначеність типу В. Цей тип невизначеності практично повністю залежить від систематичних похибок. Тому повний набір або бюджет систематичних похибок еталона ЕП є важливим для оцінки його якості.

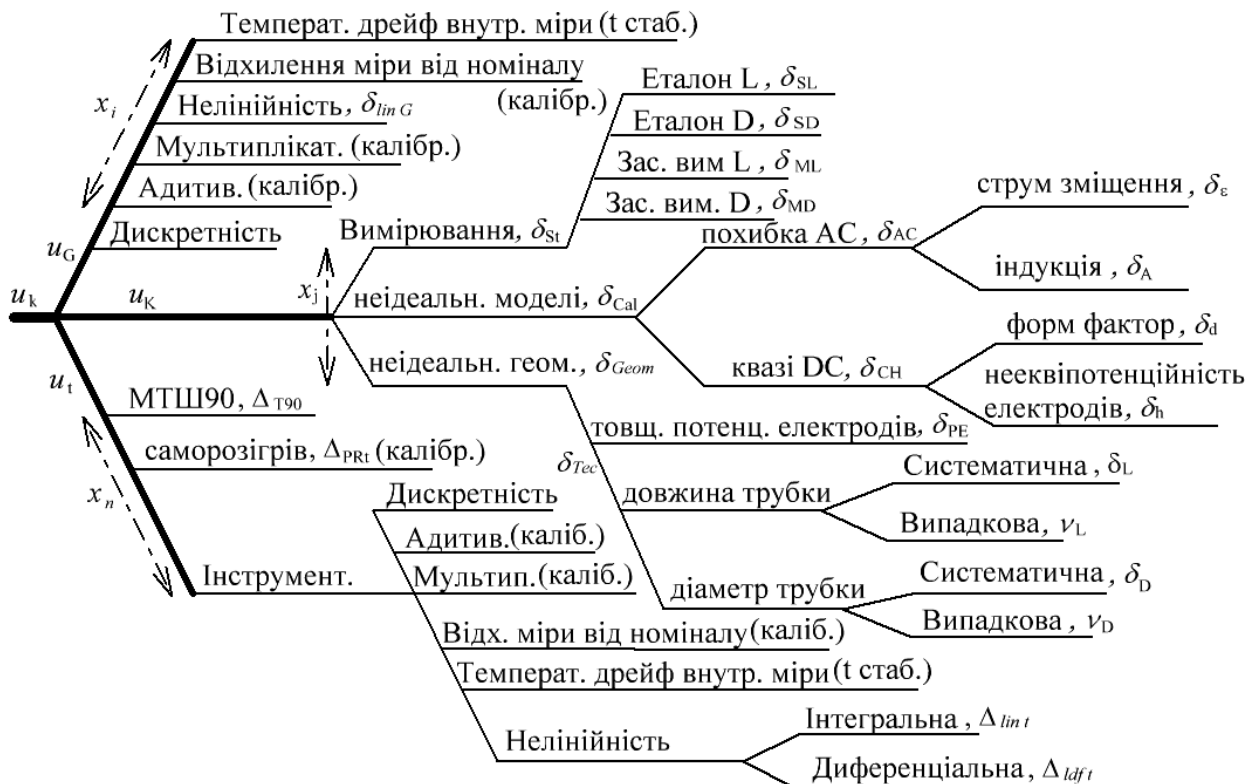


Рис. 5.10. Бюджет похибок еталона ЕП.

Відповідно до (5.18) при відтворенні одиниці ЕП використовують три параметри. Два з них: провідність і температуру вимірюють безпосередньо. Третій параметр – константу комірки – обчислюють на основі результатів вимірювання геометричних розмірів. Після реалізації першої стратегії бюджет похибок містить 28 складових, що наведені на рис. 5.10 [136, 222].

Бюджет похибок при вимірюванні провідності мостом КМ-4Е. Кондуктометричний міст КМ-4Е забезпечує вимірювання провідності на трьох десятичних діапазонах у межах (10^{-8} - 0,2) См. Він має одиницю молодшого розряду (LSB), приведену до кінця піддіапазона, 5×10^{-6} . Систематичну похибку моста можна представити у вигляді масива:

$$\delta_{SG} \in \{\delta_{AdG}, \delta_{multG}, \delta_{linG}, \delta_{RG}, \delta_{RtG}, \delta_{dsrG}\}, \quad (5.26)$$

де: δ_{AdG} – адитивна похибка моста; δ_{multG} – мультиплікативна похибка моста; δ_{linG} – похибка лінійності моста; δ_{RG} – похибка корекції внутрішньої міри моста; δ_{RtG} – похибка, обумовлена температурною нестабільністю внутрішньої міри моста; δ_{dsrG} – похибка від кінцевої дискретності відліку (змінюється від 5 ppm у кінці піддіапазону до 50 ppm на початку піддіапазону).

Завадостійкість моста така, що при використанні замість комірки її еквівалентів він забезпечує практичну відсутність випадкової складової похибки. У той же час при вимірюванні опору стовпа рідини через значний температурний коефіцієнт і нестабільність температури всередині термостата матиме місце випадкова похибка. Тому тут і далі випадкові складові похибки моста і цифрового вимірювача температури не виділяються окремо, а враховуються як невизначеність типу А у вигляді СКВ результатів вимірювання електролітичної провідності. На етапі калібрування моста адитивна складова похибки може бути зведена до половини одиниці молодшого розряду. Для моста КМ-4Е це 2,5 ppm. З такою ж похибкою може бути усунена мультиплікативна складова при калібруванні за

зовнішніми еталонами опору. При використанні в якості внутрішніх мір моста еталонних резисторів з температурним коефіцієнтом менше 5 ppm 1/°C і стабілізації температури навколишнього середовища на рівні $\pm 1^\circ\text{C}$ похибка, обумовлена температурною нестабільністю внутрішньої міри, буде менше 5 ppm. Таким чином основною складовою інструментальної похибки моста є похибка лінійності і похибка дискретності. Границі (максимальне значення) нелінійності нормуються на рівні (2 - 4) ppm залежно від піддіапазону вимірювання.

Бюджет похибок при вимірюванні температури вимірником БИТС. Цифровий вимірювач температури являє собою логометричний АЦП змінного струму з дельта/сигма перетворенням. В якості первинного перетворювача температури використаний 100-омний платиновий термоперетворювач опору першого розряду з річною нестабільністю 0,001°C. Діапазон вимірювання приладу складає $\pm 100^\circ\text{C}$, одиниця молодшого розряду – 0,0001°C. Абсолютна похибка вимірювача температури визначається інструментальними складовими систематичної похибки Δ_{St} та методичними складовими – похибкою апроксимації шкали МТШ90 Δ_{T90} і похибкою від саморозігрівання термоперетворювача опору Δ_{PrT} . У свою чергу інструментальна похибка Δ_{St} може бути представлена у вигляді:

$$\Delta_{St} \in \{\Delta_{Adt}, \Delta_{multt}, \Delta_{lin}, \Delta_{ldf}, \Delta_{dsrt}, \Delta_{Rt}, \Delta_{Rtt}\}, \quad (5.27)$$

де Δ_{Adt} – адитивна похибка вимірювача температури; Δ_{multt} – мультиплікативна похибка вимірювача температури; Δ_{lin} – інтегральна похибка лінійності вимірювача температури; Δ_{ldf} – диференційна похибка лінійності вимірювача температури; Δ_{dsrt} – похибка дискретності вимірювача температури; Δ_{Rt} – похибка підгонки внутрішньої міри вимірювача температури; Δ_{Rtt} – похибка, обумовлена температурною нестабільністю внутрішньої міри вимірювача температури.

Похибка корекції внутрішньої міри опору усувається шляхом системного калібрування вимірювача за зовнішнім еталоном опору $\Delta_{Rt} = 0$. Похибка від саморозігрівання усувається завдяки поправці, отриманій у результаті двох вимірю-

вань температури: при номінальній і подвоєній потужності розсіювання на СПТО. Тоді $\Delta_{PRt} = 0$. У вимірювачі задіяні внутрішні калібрування адитивного (по двох каналах) і логометричного зміщення, мультиплікативної корекції посилення АЦП $\Delta_{Adt} = \Delta_{multt} = 0$. Тому з врахованих інструментальних похибок АЦП залишається тільки диференціальна й інтегральна нелінійності. Зведені до кінця діапазону вимірювання вони становлять менше $\Delta_{lin} = \Delta_{ldf} \approx 0,001$ °C. Похибка дискретності складає $\Delta_{dsrt} = 0,00005$ °C. При коливанні температури повітря ± 1 °C температурна нестабільність внутрішньої міри опору викликає похибку $\Delta_{Rt} \approx 0,0005$ °C. Похибка апроксимації шкали МТШ90 становить $\Delta_{T90} = 0,00013$ °C. Після всіх калібрувань основними джерелами невизначеності вимірювання температури залишаються річна нестабільність СПТО, нелінійність і температурний дрейф міри.

Бюджет похибок при обчисленні константи комірки. Бюджет невизначеності обчислення константи чотириелектродної комірки визначається трьома складовими методичних відносних систематичних похибок: δ_{St} – похибка, обумовлена неточністю еталонів і засобів вимірювань при визначенні довжини і діаметру трубки; δ_{Geom} – похибка, обумовлена неідеальністю геометричного профілю трубки; δ_{Cal} – похибка, обумовлена відхиленням розрахункової моделі константи комірки в реальних умовах від ідеалізованої моделі [135]. Кожна з наведених похибок, в свою чергу, складається з декількох складових.

Похибка δ_{Cal} обумовлена неідеальністю моделей для обчислення опору стовпа рідини. Аналіз складових цієї похибки становить найбільший науковий інтерес. Він пов'язаний з розробкою фізичних, математичних і електричних моделей і вирішенням завдань, відображених у розділах 2 і 3:

$$\delta_{Cal} \in \{ \delta_{AC}(\delta_A, \delta_\varepsilon), \delta_{CH}(\delta_h, \delta_d) \}. \quad (5.28)$$

Нами виділено дві складові δ_{Cal} : це похибка, обумовлена змінним характером робочого струму δ_{AC} , і похибка δ_{CH} , обумовлена порушенням однорідності електричного поля в комірці через її кінцеві розміри і конструктивні

особливості. У свою чергу, похибка δ_{AC} буде визначатися наявністю явищ електромагнітної індукції (ефекти витіснення і близькості в стовпі електроліту, наведення ЕРС в потенціальних вимірювальних проводах), що призведе до появи похибки δ_A , і наявністю струмів зміщення. Останнє явище при використанні імпедансної моделі призведе до виникнення похибки δ_ϵ . У похибці δ_{CH} також можна виділити дві складові: похибку δ_h , яка обумовлена нееквіпотенціальністю поверхні електродів при точковому підключенні джерела живлення і детектора рівноваги, і похибку δ_d , яка обумовлена реальною конфігурацією електродної системи.

Аналіз похибки δ_A (розділ 2) показав, що для розчинів електролітів як слабо провідних середовищ ($\sigma \leq 10^2 \text{ См} \cdot \text{м}^{-1}$) значення похибки на частоті 1 кГц становить менше 10^{-10} . Отже, для розчинів електролітів у всьому діапазоні ЕП поверхневим ефектом і ефектом близькості можна знехтувати. Похибки δ_ϵ і δ_h були досліджені в розділі 2. Встановлено, що значення похибки навіть для дуже тонких струмових електродів товщиною 0,3 мкм може бути зведене до δ_h рівня 5 ppm шляхом зміни відстані між струмовими і потенціальними електродами. Необхідність її обліку практично повністю знімається в результаті використання технології, що допускає застосування металевої основи струмових електродів. Значення похибки δ_ϵ визначається квадратом тангенса фазового кута двоелементної паралельної схеми заміщення. Однак така похибка носить методичний характер. Вона повністю усувається при вимірюванні адмітанса за двоелементною паралельною схемою заміщення, розділ 4.

Наявність отворів у центрі електрода і конусних поглиблень (рис.3.12) призводить до порушення однорідності електричного поля всередині комірки і відповідно похибки δ_d . Основні результати відображені в розділі 3. Основним параметром комірки, за допомогою якого можна в широких межах змінювати похибку δ_d , є відношення довжини секцій: бічної і центральної. За умови, що довжина бокової секції буде більшою, ніж довжина центральної секції, розглянута похибка буде менше 5 ppm. Отже, нею можна знехтувати.

Похибка еталонів δ_{St} визначається масивом:

$$\delta_{St} \in \{\delta_{ML}, \delta_{MD}\}, \quad (5.29)$$

де δ_{ML} – похибка вимірювання довжини цетральної частини трубки; δ_{MD} – похибка вимірювання діаметра цетральної частини трубки.

При незначному відхиленні розмірів цетральної трубки комірки від дійсних значень відповідних еталонів похибкою засобів вимірювання можна знехтувати з точністю до половини одиниці молодшого розряду. У нашому випадку це 0,05 мкм. Для типових розмірів трубки $L = 25$ мм, $D = 10$ мм відносні похибки складуть $\delta_{ML} = 2$ ppm, $\delta_{MD} = 5$ ppm. Тому ними можна знехтувати.

Похибка δ_{Geom} має дві складові: δ_{Tec} і δ_{PE} . Перша – δ_{Tec} обумовлена обмеженнями сучасної технології і неможливістю виготовити внутрішню поверхню трубки ідеальною. Друга – δ_{PE} обумовлена кінцевою товщиною потенціального електрода. В результаті довжина цетральної трубки комірки (згідно з довжиною силових ліній струму) збільшується на два відрізки, що рівні половині товщини кожного потенціального електрода:

$$\delta_{Geom} \in \{\delta_{PE}, \delta_{Tec}(\delta_L, \nu_L, \delta_D, \nu_D)\}. \quad (5.30)$$

При товщині електрода 4 (рис. 3.12) $h = 0,3$ мкм, відносна похибка дорівнює $\delta_{PE} = 12$ ppm. Однак ця похибка може бути заздалегідь визначена шляхом вимірювання довжини цетральної трубки комірки до і після нанесення потенціальних електродів. Отже ця складова може бути врахована в якості поправки.

Похибка, обумовлена технологією виготовлення секцій трубки і їх складання δ_{Tec} , також залежить від двох складових: δ_L - похибка вимірювання довжини трубки і δ_D - похибка вимірювання діаметра трубки. Похибки визначаються профілем цетральної секції трубки і, в першу чергу, залежать від технології виготовлення. Технологія виготовлення трубок для комірки (рис.3.12) така, що похибки (систематична – δ_L і випадкова – ν_L) складають менше кількох ppm. Тому їх мож-

на виключити з бюджету. При виготовленні всіх трьох трубок окремо через процесію свердла спостерігається детермінована складова похибки δ_D , обумовлена відхиленням профілю трубки від прямокутника та кола. Методи кусково-лінійної інтерполяції і еквівалентних трикутників, що розглянуті в розділі 3, дають можливість обчислити поправки, перерахувати константу комірки і звести до нуля систематичну похибку δ_D , а так само істотно зменшити випадкову похибку ν_D .

Як показують результати досліджень в розділі 3, випадкові похибки нерівномірності профілю трубки ν_L та ν_D істотно (в 3-5 разів) більші, ніж похибки засобів вимірювання і калібрування δ_{St} . Таким чином основними джерелами невизначеності u_K є похибки ν_L і ν_D .

Після проведеного аналізу бюджет похибок, наведений на рис. 5.10, скорочується в чотири рази, з 28 до 7 складових. У комплект чотириелектродних кондуктометричних давачів системи ВЕП на рис. 5.9 входять три комірки з близькими константами ($\approx 300 \text{ м}^{-1}$). Але невизначеності u_K кожної з комірок різні. Залежно від номінального значення електролітичної провідності розчину, що заливається в комірку, а також дрейфів температури в термостаті і температури навколишнього середовища за час вимірювань, невизначеності u_G і u_t будуть також різні. Числова оцінка невизначеності відтворення ЕП за формулою (5.19), як правило, виконується при проведенні міжнародних звірянь. Відповідний протокол проведення ключових звірянь К36 наведено в Додатку Г. У цьому ж додатку подано результати міжнародних звірянь пілотних і ключових, в яких брали участь півтора десятка метрологічних інститутів провідних розвинених країн, а саме: США, Німеччина, Великобританія, Італія, Ізраїль та ін. З них випливає, що результати відтворення одиниці ЕП еталоном України знаходяться у трійці кращих результатів. Дані України знаходяться у безпосередній близькості від медіани, що свідчить про мінімальне значення невилученої систематичної похибки еталона. При цьому спостерігається одне з мінімальних значень невизначеності відтворення. Результати для пілотних (CCQM-P22, CCQM-P47) і ключових (CCQM-K36) звірянь були отримані в різний час з інтервалом у 3-4 роки. По одному з розчинів вони практи-

чно збіглися, що підтверджує хорошу відтворюваність і простежуваність еталона. Все в цілому дає підставу підтвердити повноту бюджету на рис. 5.10, адекватність метрологічної моделі (рівняння (5.24), (5.25)) і достатність аналізу, проведеного у цьому розділі. Результати аналізу були використані при оцінці метрологічних характеристик державного еталону ЕП та при розробці національного стандарту «Державна повірочна схема для засобів вимірювань електролітичної провідності рідин» ДСТУ 4448 [223], див. ДОДАТОК Ж.

5.3 Висновки до розділу 5

1. Запропонована метрологічна модель еталона та стратегії мінімізації невизначеності дають змогу реалізувати комплексний підхід до аналізу метрологічних характеристик, розглянути максимальну кількість джерел похибки, вибрати критерій значущості, відкинути несуттєві похибки, мінімізувати стандартну невизначеність до рівня метрологічних інститутів Німеччини та США.

2. Ряд пілотних (CCQM-P22, CCQM-P47) і ключових (CCQM-K36) міжнародних звірянь еталонів ЕП свідчить про еквівалентність державного еталона України стандартам провідних у такому виді вимірювання країн і, тим самим, є підтвердженням повноти та адекватності його метрологічної моделі. Результати звірянь для еталона України практично збігаються з медіаною, при цьому мають одну з найменших невизначеностей [13]. У кінцевому підсумку це: забезпечує автономність і незалежність єдності вимірювання ЕП в Україні; свідчить про правильність вибору структурних, функціональних схем еталона і принципів побудови засобів вимірювання; підтверджує пріоритет і високу наукоємність робіт українських вчених метрологів.

3. З аналізу електричної моделі міри нульового опору витікає, що її ефективний опір не перевищує 10^{-10} Ом. Це на (3 - 4) порядку менше за одиницю молодшого розряду найбільш чутливих термометричних мостів. Тому така міра може використовуватись для вимірювання адитивної похибки.

4. Теоретично і експериментально доведено, що будь-яка чотиризатискна міра опору (номіналом менше $100\text{ M}\Omega$), що включається за новою схемою в якості міри нульового опору може використовуватися для визначення адитивної похибки прецизійних термометричних мостів.

5. Запропоновано новий бісекційний метод вимірювання інтегральної нелінійності на основі алгоритму дихотомії. Експериментально підтверджена можливість використання наведеного методу для контролю нелінійності мостів змінного струму на рівні $0,1\text{ ppm}$ і менше.

6. Запропоновані методи вимірювання адитивної похибки й інтегральної нелінійності можуть бути відносно просто реалізовані в будь-якій метрологічній лабораторії.

Перелік джерел із загального списку використаних джерел, на які є посилання у розділі 5: [47], [55], [119], [135], [136], [200] – [223].

РОЗДІЛ 6

ВПРОВАДЖЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ДОСЛІДЖЕННЯ

Результати теоретичних і експериментальних досліджень, що наведені в розділах 2-5, були використані при розробці нових термо- і кондуктометричних засобів вимірювання. Деякі із них не мають аналогів не тільки в Україні а і в світі. Тому лозунгом до цього розділу могли би бути слова, що записані в преамбулі монографії [222]. “There is a beauty somewhat akin to a musical or artistic experience in the design of a good conductor-pair bridge arising from the completeness and inevitability of development from abstract propositions and definitions...” Умінню розробляти сучасні прилади із унікальними метрологічними характеристиками та отримувати від результату задоволення, що не поступається естетичному, цьому я зобов’язаний моєму Вчителю – доктору технічних наук, професору Сурду Михайлу Миколайовичу.

6.1 Інформаційно-вимірювальна система для національного еталона електролітичної провідності рідин

Національний стандарт ЕП призначений для відтворення, зберігання і передачі одиниці вимірювання електролітичної провідності (ЕП) розчинів електролітів еталонним засобам вимірювання першого і другого розрядів відповідно до ДСТУ4448 [223] (Див. ДОДАТОК Ж). Структурна схема державного еталона ЕП наведена на рис. 5.9 [222]. Зовнішній вигляд еталона зображений на рис. 6.1.

Основою еталона одиниці ЕП є інформаційно-вимірювальна система (ІВС), що зображена на рис. 6.2. Акт використання ІВС в складі державного еталону України наведено в Додатку Б. Основу ІВС складають міст КМ4-Е і набір первинних чотири електродних комірок з розрахунковою константою ЧКД. Для розширення діапазону вимірювання на два порядки вгору і вниз по відношенню до діапазону вимірювання, реалізованому в мості КМ4-Е, служать міст КМ2-Е і набір двоелектродних кондуктометричних комірок.



Рис.6.1. Зовнішній вигляд еталону ЕП.

Константа двоелектродної комірки калібрується за допомогою розчинів КСІ за результатами вимірювань КМ4-Е і ЧКД. Обидва мости, що входять до установки, є трансформаторними мостами змінного струму, які можуть використовуватися як у складі кондуктометричної установки, так і як автономні прилади. Вибір меж вимірювання і зрівноваження в даних мостах здійснюється автоматично. Мости КМ4-Е і КМ2-Е виготовлені на платформі моста ЦЕ 5002, що випускався серійно як покращена версія моста Р5079 на ВО "Росток" (бувний "Точелектроприлад"). Відповідно вони, як і прототип, мають три режими вимірювання: разовий, періодичний і режим стеження, а також три види запуску: ручний, автоматичний і зовнішній. Робоча частота мостів – 1 кГц. Габаритні розміри – 490х130х410 мм, вага – 12,2 кг.

Основні технічні характеристики приладів, що входять до складу системи, представлені у таблиці 6.1. У таблиці параметр А – це число, що відповідає поточному результату вимірювання моста без урахування децимальних поділок.

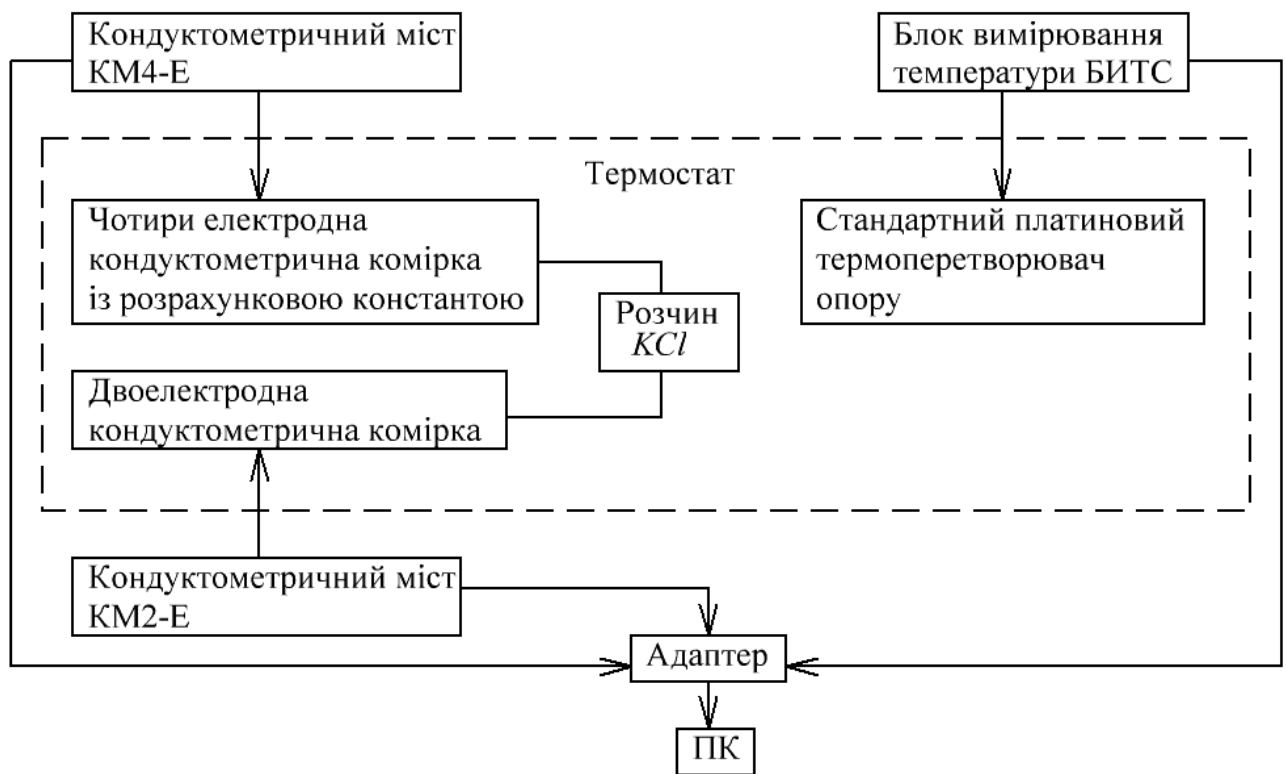


Рис.6.2. Структурна схема вимірювальної системи еталона ЕП

Зовнішній вигляд комірок і моста КМ4-Е показано відповідно на рис. 6.3 і 6.4. Функціональна схема вимірювального кола моста КМ4-Е розглянута на рис. 4.32. Чотириелектродна комірка виготовлена в двох варіантах: з відкритою та закритою конструкцією чутливого елемента [222]. На рис. 6.3 представлена закрыта (із захисною трубкою) конструкція комірки. Постійна часу закритої конструкції становить 8,3 хв. Це означає, що для зниження динамічної помилки і встановлення температури всередині комірки з похибкою $\pm 0,002\text{ }^{\circ}\text{C}$ її необхідно витримувати в термостаті 52 хв. [223]. Створення кондуктометричної комірки із розрахунковою константою не можливо уявити без унікальних робіт, виконаних Деринівським М.В. Йому належить як розробка технології обробки поверхонь кварцових трубок та нанесення платинових електродів так і виготовлення окремих вузлів та комірки в цілому.

Таблиця 6.1

Основні технічні характеристики приладів вимірювальної системи еталона ЕП

Кондуктометричний міст КМ4-Е	
Діапазон вимірювання, См	від 10^{-8} до $199,999 \cdot 10^{-3}$
Основна похибка при калібруванні: у діапазоні $(10^{-8} - 19,9999 \cdot 10^{-3})$ См, %	$\pm(0,002 + 100/A)$;
у діапазоні $(20 \cdot 10^{-3} - 199,999 \cdot 10^{-3})$ См, %	$\pm(0,004 + 300/A)$;
Кондуктометричний міст КМ2-Э	
Діапазон вимірювання	від 10^{-11} до $1,99999$ См
Основна похибка: у діапазоні $(10^{-11} - 10^{-6})$ См, %	$\pm(0,05 + 500/A)$;
у діапазоні $(10^{-6} - 10^{-3})$ См, %	$\pm 0,03$;
у діапазоні $(10^{-3} - 10^{-1})$ См, %	$\pm 0,1$;
у діапазоні $(10^{-1} - 2)$ См, %	$\pm 0,2$
Чотириелектродна комірка	
Діапазон відтворення константи комірки, м ⁻¹	від 250 до 350
СКО константи комірки, м ⁻¹	менше 0,01
Блок вимірювання температури БИТС	
Діапазон вимірювання, °С	0-100
Дискретність вимірювання, °С	0,001
Похибка вимірювання, °С	менше $(2 \cdot 10^{-3})$

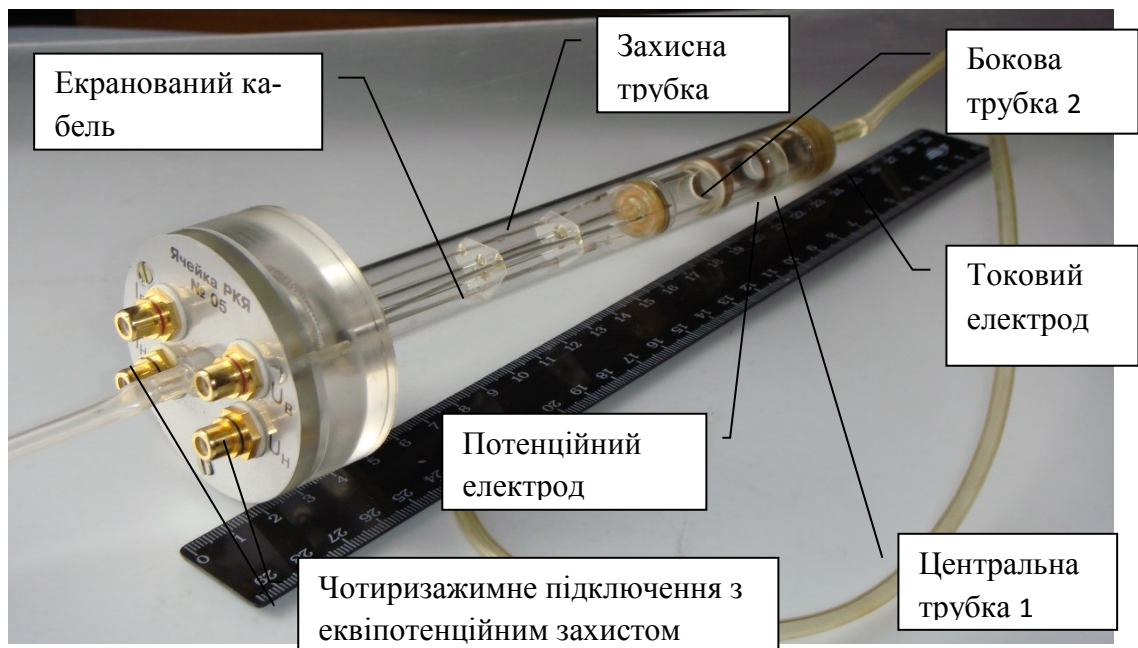


Рис. 6.3. Чотириелектродний еталонний датчик (комірка)

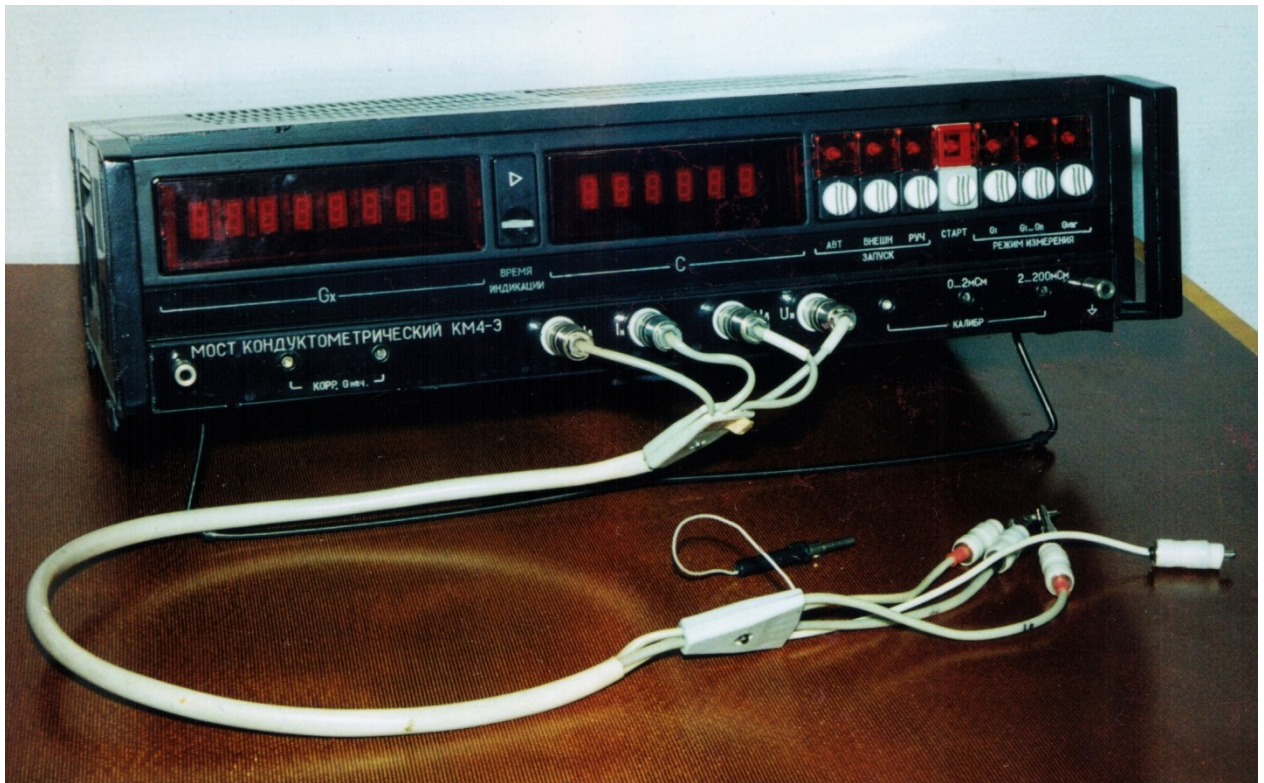


Рис. 6.4. Кондуктометричний міст КМ4-Е

Для зручності роботи з установкою було розроблено програмне забезпечення, яке виконує кілька функцій:

- візуалізацію результатів вимірювання кожного приладу;
- обробку результатів вимірювання;
- управління режимами і запуском вимірювання;
- занесення і зберігання констант, необхідних для обробки результатів вимірювання;
- спостереження за результатами вимірювань на екрані графічного плотера (моніторинг у реальному масштабі часу).

В створенні цієї програми приймали участь Карпов І.В., Лисак О.М. При запуску програми на екрані монітора ПК з'являється основне діалогове вікно, що зображено на рис. 6.5.

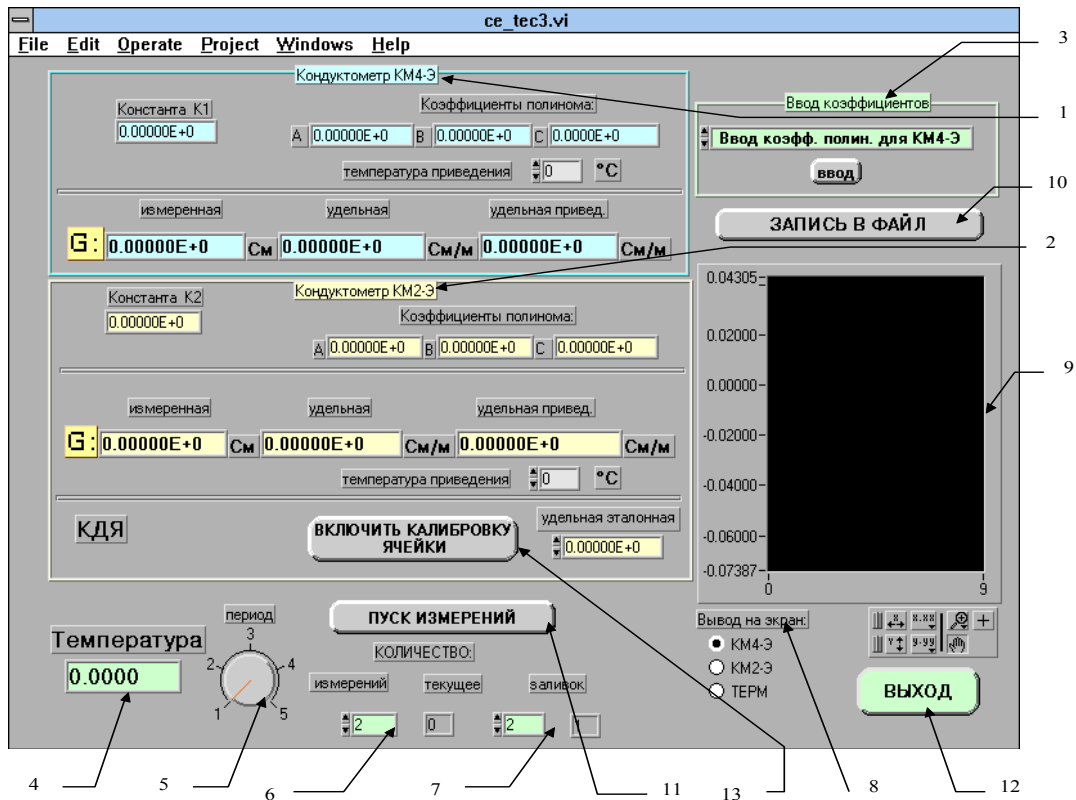


Рис. 6.5. Диалогове вікно програми верхнього рівня державного еталона ЕП

Таблиця 6.2

Основні характеристики еталонів ЕП ближнього зарубіжжя

Характеристика	Первинний еталон СРСР	Первинний еталон РФ	Первинний еталон України
Діапазон вимірювання	від $1 \cdot 10^{-1}$ до 10 См/м	від $1 \cdot 10^{-3}$ до 50 См/м	від $1 \cdot 10^{-4}$ до 60 См/м
Відносне СКВ у інтервалах діапазону, %	$3 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-3}$	від $1 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}$ См/м $1 \cdot 10^{-2}$; від $1 \cdot 10^{-2}$ до 60 См/м $5 \cdot 10^{-3}$
Відносна невилучена похибка у інтервалах діапазону, %	$8 \cdot 10^{-2}$	від $1 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-1}$ См/м $5 \cdot 10^{-2}$; від $1 \cdot 10^{-1}$ до 10 См/м $2 \cdot 10^{-2}$; від 10 до 50 См/м $5 \cdot 10^{-2}$	від $1 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-2}$ См/м $4 \cdot 10^{-2}$; від $5 \cdot 10^{-2}$ до 6 См/м $1,0 \cdot 10^{-2}$; від 6 до 30 См/м $2,0 \cdot 10^{-2}$;

Для порівняння основні метрологічні характеристики еталонів ЕП України, Російської Федерації та колишнього СРСР (територіально розташований у Грузії) зведені до таблиці 6.2. З таблиці 6.2 випливає, що в піддіапазонах, де використовуються комірка ЧКЯ і міст КМ4-Е, метрологічні характеристики еталона України в два рази кращі відповідних характеристик еталона Росії і у вісім разів перевищують показники попереднього еталона (СРСР).

6.1.1 Результати міжнародних звірянь

На етапах апробації за період з 1998 по 2006 рр. УкрЦСМ, як провідний метрологічний інститут держстандарту України, представляв вимірювальну систему (рис. 6.2) на міждержавних випробуваннях та міжнародних звіряннях. Після пілотних Р22 і Р47 та ключових звірянь К36 вимірювальна система увійшла до складу державного еталону одиниці ЕП (структурна схема на рис. 5.9). Основні результати у вигляді відхилення від медіани (середньозваженого значення ЕП, представленого усіма метрологічними інститутами) наведені на рис. 6.6, 6.7 і 6.8.

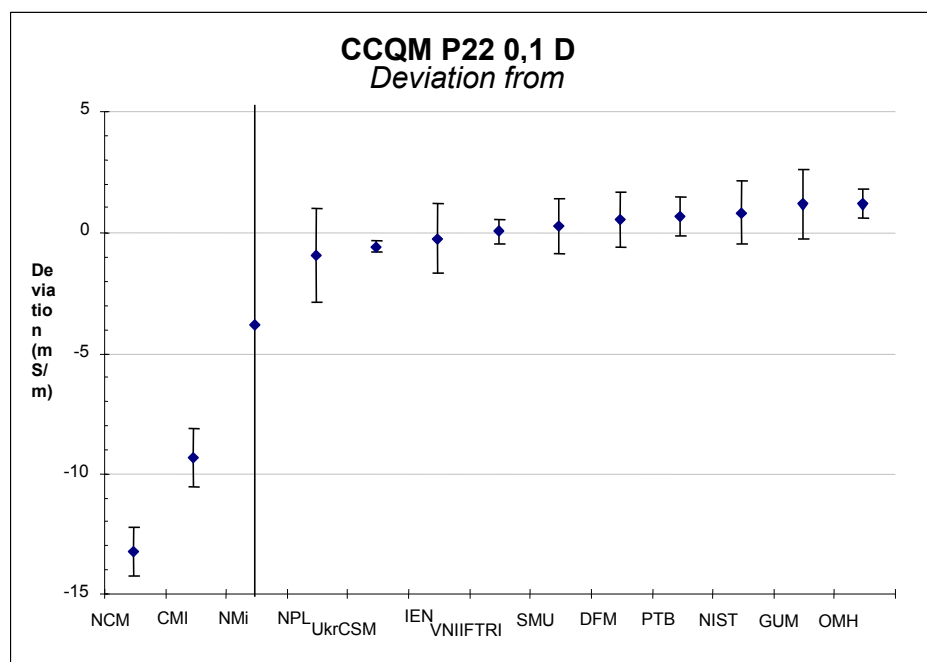


Рис. 6.6. Результати міжнародних пілотних звірянь Р22 національних еталонів провідних держав світу

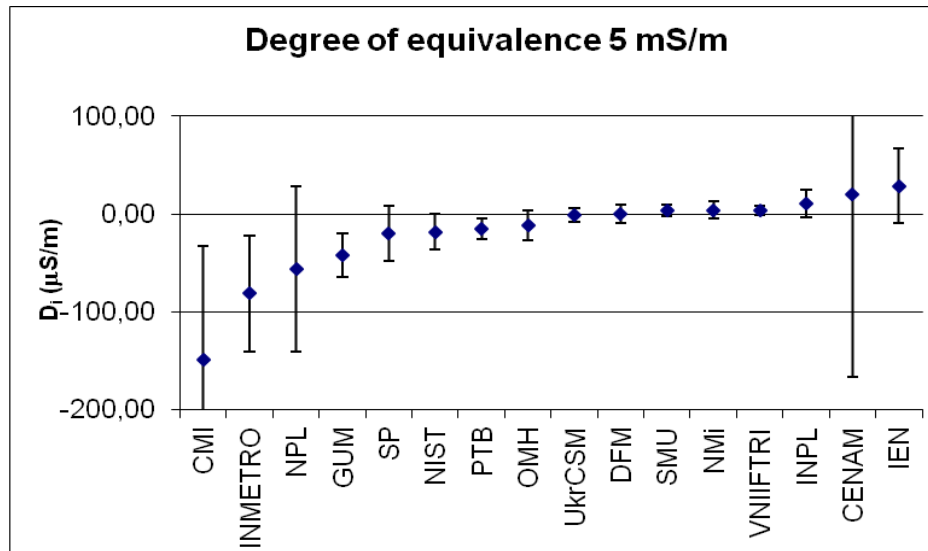


Рис. 6.7. Результати міжнародних пілотних звірянь Р47 національних еталонів провідних держав світу

На цих рисунках дані національних метрологічних інститутів позначені наступною аббревіатурою: UkrCSM - Україна, PTB - Німеччина, NIST - США, DFM - Данія, SMU - Словаччина, SP - Швеція, VNIIFTRI - Росія, CMI - Чехія, OMN - Угорщина, GUM - Польща, IEN - Італія, INMETRO - Бразилія, INPL - Ізраїль, CENAM - Мексика, NMi - Нідерланди.

З рис. 6.6-6.8 видно, що результати УкрЦСМ потрапляють у трійку - п'ятірку кращих показників. Вони практично завжди близькі до медіани, що свідчить про мале значення невиключеної систематичної похибки. При цьому невизначеність є однією з найменших. Важливо відзначити, що протягом декількох років (від звірянь Р47 до К36) на розчині однієї концентрації (наприклад, розчин з електролітичною провідністю 5 мСм/м) еталон зберігав свої високі метрологічні характеристики.

Фінальний звіт і протокол звірянь ССQM К36 наведено в ДОДАТКУ Д. З них випливає, що принцип роботи українського еталона ЕП, заснований на використанні чотириелектродної комірки змінного струму з розрахунковим значенням константи єдиний поміж всіх учасників, і тому не має аналогів серед провідних країн світу [90, 226].

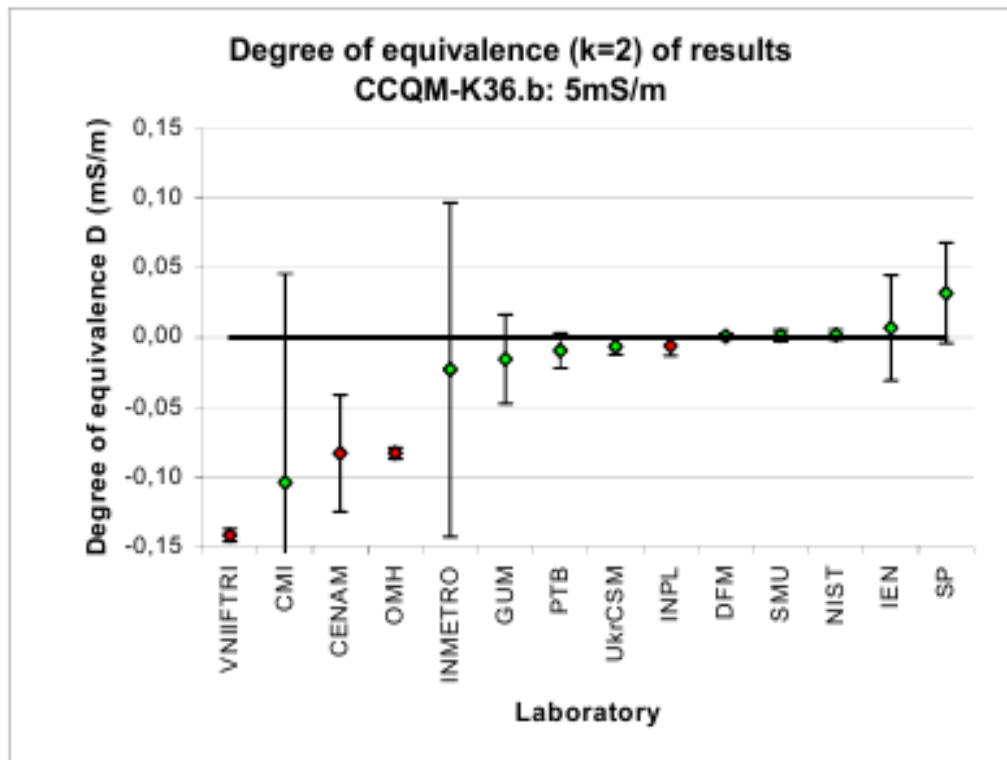


Рис. 6.8. Результати міжнародних ключових звірянь К36 національних еталонів провідних держав світу

Результати міжнародних звірень підтверджують адекватність метрологічної моделі еталона (розділ 5.2), правильність і достатність методів зниження основних складових систематичної похибки (розділи 2 і 3).

6.2 Термометричний міст СА300

Міст призначений для вимірювання опору стандартних платинових термперетворювачів опору і видачі результатів вимірювання на індикаторне табло або на екран комп'ютера. Він може застосовуватися або як автономний пристрій вимірювання, або спільно з персональним комп'ютером (ПК). Області застосування: метрологія – як пристрій-інтерполятор для передачі розміру температури між реперними точками; океанологія, наукові дослідження – як точний засіб вимірювання температури; промисловість – як високочутливий і стабільний пристрій для контролю і управління термозалежними технологічними процесами.

Основні особливості:

А. Висока точність і чутливість. В основі моста лежить багатоконтурний вимірювальний ланцюг, побудований на основі трансформаторів з тісним індуктивним зв'язком, що має високу лінійність функції перетворення і забезпечує чотирипарне, з екіпотенціальним захистом, підключення об'єкта вимірювання. Функціональна схема КМВК приведена на рис.4.26. В мості застосована напівзрівноважена (з обмеженою розрядністю індуктивного дільника) структура вимірювального ланцюга, що дає змогу істотно знизити ваго-габаритні показники моста в цілому. Її алгоритм розглянутий в розділі 4.3.3.

Б. Повний автомат. Процедура зрівноваження повністю автоматизована. Для цього використовується варіаційна система, принцип роботи якої заснований на оцінці реакції вимірювального ланцюга на калібрований тестовий сигнал. Міст має два види запуску: разовий і безперервний. У разовому – кожне нове вимірювання починається натисненням кнопки «пуск». При безперервному виді запуску міст повторно запускається автоматично, забезпечуючи тим самим режим стеження.

В. Два діапазони вимірювання. Вибір того чи іншого діапазону вимірювання здійснюється шляхом під'єднання відповідної міри ТОМ до задньої панелі моста. Кожна міра моста розміщена в своєму активному термостаті. Температурна нестабільність терморегулятора складає 5×10^{-8} при зміні температури навколишнього середовища на 1 °С.

Автор висловлює щире подяку Кромплясу Б.А. за розробку програмного забезпечення до моста СА 300. Ним була розроблена не тільки програма нижнього рівня але і зручна програма для окремої наладки всіх основних вузлів моста. Програма верхнього рівня була створена за участі Карпова І.В. та Лисак О.М.

Технічні характеристики моста

1. Діапазон вимірювання:

для ТОМ 1 (номінальне значення 1 кОм), Ом.....0...124,999999;

для ТОМ 0,1 (номинальное значение 0,1 кОм), Ом.....0...12,4999999.

2. Дискретність відліку при роботі з комп'ютером:

для ТОМ 1, Ом..... 10^{-6} ;

для ТОМ 0,1, Ом..... 10^{-7} .

3. Відносна чутливість при роботі з комп'ютером:

без усереднювання, час вимірювання 3 с 2×10^{-7} ;

з усереднюванням, час вимірювання 30 с 4×10^{-8} .

4. Час одного вимірювання, с 3.

5. Відносна похибка лінійності

функції перетворення..... 2×10^{-7} .

6. Значення робочого струму:

для ТОМ 1, мА.....1;

для ТОМ 0,1, мА.....3.

Передбачений режим, при якому струм, може бути збільшений в $\sqrt{2}$ раз.

7. Робоча частота, Гц..... 125 ± 1 або 325 ± 1 .

8. Кількість вимірювань у режимі усереднювання:

– в автономному режимі.....8;

– при роботі з комп'ютером від 2 до 49.

9. Допустиме значення тангенса фазового кута об'єкта вимірювання ... 8×10^{-4} .

10. Габаритні розміри, мм $290 \times 120 \times 320$.

11. Маса, кг.....5,5 .

12. Потужність споживання, Вт.....15

Програма верхнього рівня для моста СА300 забезпечує:

- управління режимами моста;

- можливість калібрування по зовнішній зразковій мірі опору;

- накопичення результатів вимірювання опору в текстовому файлі і

графічний моніторинг протягом часу спостереження.

Міст СА300 виготовлений у двох модифікаціях: з робочою частотою 325 Гц (зовнішній вигляд представлений на рис. 6.9) і з робочою частотою 125 Гц (рис. 6.10). Міст СА300 сертифікований. За результатами державних приймальних ви-

пробувань в 2004 році затверджено як тип засобів вимірювальної техніки, зареєстрований в Державному реєстрі під номером У 1832-04 (див. Додаток В).



Рис. 6.9. Зовнішній вигляд моста СА300



Рис. 6.10. Зовнішній вигляд моста СА300-1

Виготовлено шість екземплярів моста СА300, які експлуатуються в головних метрологічних центрах України, Росії та Казахстану. Акт використання моста СА300 в складі державного еталона одиниці температури України приведені в

Додатку Б. У таблиці 6.3 для порівняння представлені основні технічні характеристики термометричних мостів провідних фірм світу.

Таблиця 6.3

Характеристики прецизійних термометричних мостів

Фірма, країна	Tinsley GB	Measurement International Canada	GuildLine Canada	Hart Scien- tific, USA	Automatic System La- boratories ASL, GB	Спецавто- матика, Україна
Модель	5840E	6010T	6622T	1595A	F-18/ F-900	CA300
Діапазон вимірювань, Ω	0 – 350	1 - 10 000	$0.01 \Omega - 1 \times 10^5$	0 – 400	0 – 130Ω	0 – 125
Чутливість, ppm	1	0.001	0.001	0.06	0.007/0.0005	0.008
Нелінійність, ppm	5	0.01	0.01	4	0.01/0.001	0.02
Робочий струм, mA	(0.1, 0.3, 1.0, 3.0)	(0.001 - 150)	(0.02 - 150)	(0.001-20)	(0.1- 50)	1.0, 3.0
Робоча ча- стота, Гц	AC 75	DC	DC		AC 25, 75 (30, 90)	AC 125, 325
Вага, кг	15/7.5	22.7	33	7.5	46	5.5
Габарити, мм	432×153×432	266×451×306	465×440×200	432×153×432	326×527×459	290×120×320

За основними метрологічними характеристиками, такими як діапазон вимірювання, одиниця молодшого розряду (кількість декад), лінійність міст CA300 перебуває на одному рівні з однією з кращих моделей – мостом F18 фірми ASL [227], але за розрядністю і лінійністю поступається моделі F900. Тут слід зазначити кілька обставин. По-перше, макет моста CA300 був розроблений в рамках теми «Платина» в 1999 році. На той момент модель F18 була кращою, а модель F900 з'явилася пізніше. У ній були покращені в десять разів чутливість і лінійність, тому що з'явилася додаткова восьма декада. По-друге, розрядність моста CA300 можна так само збільшити на порядок відносно простими методами. Для цього можна не ускладнювати індуктивний дільник напруги, а замінити АЦП з розрядністю 12 біт на АЦП з розрядністю 16 біт. Таким чином основні характеристики моста CA300 відповідають кращим світовим зразкам. Однак вагогабаритні показники в 3-5 разів краще.

Слід так само відзначити, що з 2014 року всі права на випуск моста F900 перейшли до фірми VIKА. Відповідно змінився шифр моделі CTR9000 [37].

6.3 Кондуктометр КЦ-3С

Кондуктометр КЦ-3С призначений для автоматичного вимірювання масової частки золи 28% -х розчинів чистого цукру відповідно до ДСТУ2317-93 і 5% -х розчинів цукру-сирцю відповідно до міжнародної методики ICUMSA. Кондуктометр може використовуватися для вимірювання електролітичної провідності й температури рідин, що проводять.

Метрологічні та споживчі характеристики кондуктометра відповідають сучасним вимогам, що пред'являються до апаратури для вимірювання зольності цукру. Кондуктометр пройшов апробацію в НВО "Цукор".

Кондуктометр забезпечує:

- вимірювання масової частки золи в цукрі, електролітичної провідності, температури;
- облік електролітичної провідності дистилляту;
- режим занесення довільної константи кондуктометричного датчика в енергонезалежне ОЗУ.

Відмінні особливості:

- ударостійкий корпус датчика;
- повна промиваємість датчика;
- висока стабільність у часі.

В основі кондуктометра логометричний АЦП. Вимірювальні ланцюги побудовані для каналу провідності за схемою на рис. 4.5 і для каналу температури за схемою на рис. 4.6. Схеми живляться від джерела напруги змінного струму за формою меандр. Нижче наведені основні технічні характеристики кондуктометра.

Діапазон вимірювання:

- масової частки золи в цукрі, % 0,0018-0,9
- електролітичної провідності, мкСм/см.....0,2-3000
- температури, °С.....15-30

Похибка вимірювання:

- масової частки золи в цукрі, %..... $\pm(3,0+0,01/X_{\text{изм}})$
 - електролітичної провідності, %
 - у діапазоні (0,2-300,0) мкСм/см..... $\pm(2,0+30/G_{\text{изм}})$
 - у діапазоні (300,0-3000) мкСм/см..... ± 2
 - температури, °С..... $\pm(3 \cdot 10^{-5} t_{\text{вим}} + 0,2)$
- де $X_{\text{вим}}$, $G_{\text{вим}}$, $t_{\text{вим}}$ – виміряні значення масової частки золи в цукрі, електролітичної провідності і температури відповідно.

Дискретність відліку:

- масової частки золи в цукрі, % 0,0001
 - електролітичної провідності, мкСм/см
 - у діапазоні (0,2-300,0)мкСм/см.....0,2
 - у діапазоні (300,0-3000)мкСм/см.....2,0
 - температури, °С.....0,05
- Габарити, мм 210×100×260
- Потужність споживання, ВА.....3

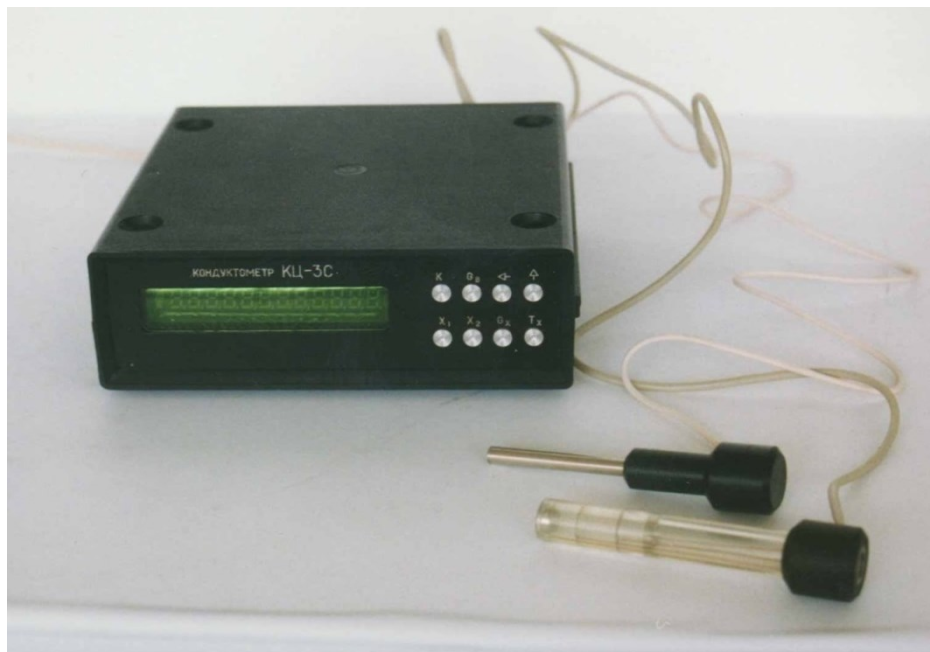


Рис. 6.11. Зовнішній вигляд кондуктометра КЦ-3С

Зовнішній вигляд вимірювача зольності цукру КЦ-3С представлений на рис. 6.11. Виготовлена експериментальна партія (півтора десятка) вимірників КЦ-3С, які експлуатуються на підприємствах цукрової промисловості. У Додатку В наведені копії актів метрологічної атестації експериментальних зразків вимірювача.

6.4 Високочутливий вимірювач температури «Delta R»

Вимірювач «Delta R» призначений для вимірювання температури за допомогою платиного термоперетворювача опору у вузькому діапазоні з високою роздільною здатністю. Як випливає з МТШ90, похибка апроксимації шкали не перевищує 0,13 мК. Однак, у таких областях вимірювальної техніки, як біосенсорика або калориметрія, потрібні термометричні засоби вимірювання з чутливістю вище на один-два порядки. Досягнення достатньої чутливості за температурою (на рівні 10^{-4} К і вище) для контролю теплових полів у розподіленому об'єкті вимірювання пов'язано з рішенням декількох складних технічних завдань. Для цього необхідно перетворити максимально можливу частину дуже малої кількості тепла, яке прикладається до термочутливого елемента вимірювальної системи. Також важливо забезпечити інваріантність вимірювань до нестабільності температури навколишнього середовища і неоднорідностей теплових полів як поза, так і всередині приладу. Зменшити до мінімуму вплив саморозігрівання і термоЕРС. І, нарешті, забезпечити високу стійкість до різних за рівнем і спектром завад. Всі ці завдання були вирішені при розробці й виготовленні вимірювача «Delta R» [225]. Вимірювальне коло приладу наведене у 4-му розділі на рис. 4.7. Зовнішній вигляд вимірювача «Delta R» та калориметр із зануреним давачем температури наведені на рис. 6.12.

При розробці вимірювача були застосовані схемотехнічні, алгоритмічні й конструктивні прийоми, такі як: поділ джерел живлення цифрових і аналогових ланцюгів і їх гальванічна розв'язка; забезпечення мінімального рівня пульсацій джерела живлення аналогових ланцюгів і потужності розсіювання всередині приладу; синхронізація або використання єдиного кварцового генератора для систем

тактування генератора змінного струму, АЦП і КМВК; рознесення частот перших гармонік мережевої завади і робочої частоти; використання вимірювального кабелю із суцільним електростатичним екраном.



Рис. 6.12. Зовнішній вигляд вимірювача «Delta R» та калориметра

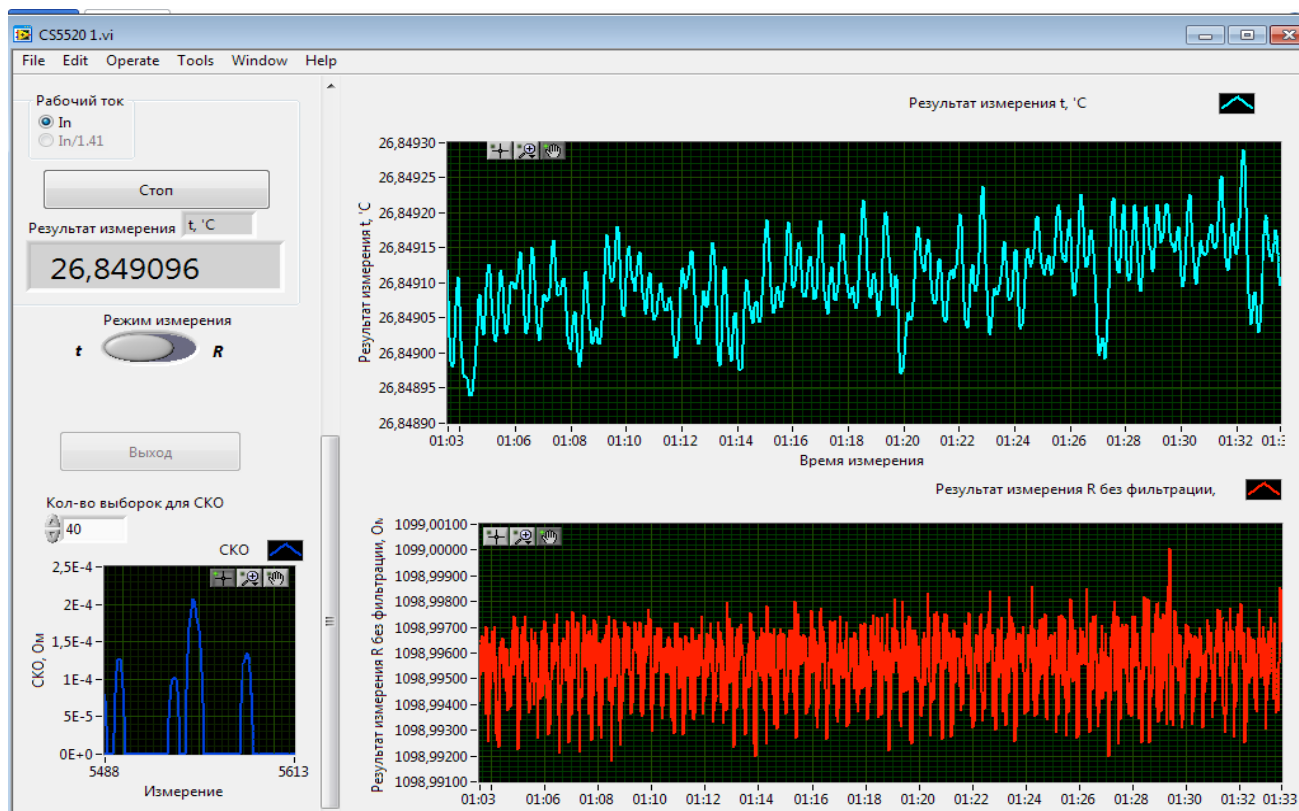


Рис. 6.13. Діалогове вікно програми верхнього рівня вимірювача «Delta R»

Проведено дослідження двох типів цифрових фільтрів з алгоритмами медіанної фільтрації та змінного середнього, обрані оптимальні апертури фільтрів. У результаті реалізації запропонованих рішень був розроблений прилад з наступними основними характеристиками:

- номінальний опір датчика при 0 °C – 1КОм;
- діапазон вимірювання приросту опору – 32 Ом, що відповідає діапазону температури (24-32) °C;
- одиниця молодшого розряду – 32 мКОм, відповідає температурі – 0,000008 °C;
- СКВ результатів спостереження – 200 мКОм, що відповідає 6 ОМР.
- робочий струм ТПС - не більше 0,7 мА.

Діалогове вікно програмного забезпечення наведено на рис. 6.13.

Прилад «Delta R» використовується в складі вимірювальної системи державного еталона одиниці енергії згорання вуглеводнів. Акт використання вимірювача представлений у Додатку Б.

6.5 Кондуктометричний міст КМ4-Е

Вимірювальний ланцюг моста КМ4-Е є багатоконтурним КМВК, спрощена функціональна схема якого була розглянута на рис. 4.31. Розгорнута структурно-функціональна схема вимірювального ланцюга приладу показана на рис. 6.14.

Зразкову гілку утворює 5,5-декадний індуктивний дільник за основним параметром (трансформатор ТН1, обмотки W2-W7), три декадний індуктивний дільник за допоміжним параметром (трансформатор ТН2, обмотки 3g-5g), блок зразкових мір R_0 і C_0 , розташованих у модулі УКТ. Гілку порівняння утворюють обмотки W9-W12 трансформатора ТН1 і компенсаційний трансформатор у модулі ПН1. Крім того, на схемі розташовані модулятор МГ і модуляційний дільник ДМГ за основним параметром і аналогічні вузли МС і ДМС за допоміжним параметром. Повторювачі напруги ПН1 і ПН2 використовуються як буферні пристрої для усунення ефекту шунтування вихідного опору декад ТН1 низьким вхідним опором трансформаторів у модулях ПН1 і ТН2. Для забезпечення високої точнос-



Для забезпечення тісного індуктивного зв'язку між обмотками трансформаторів вимірювального ланцюга намотка останніх виконується у вигляді джгутів. В якості магнітопроводів застосовані кільцеві феритові осередки з високою магнітною проникністю ($\mu = 6000 - 10000$). Різницева напруга вимірювального ланцюга через узгоджувальний трансформатор надходить на вхід селективного підсилювача УІ.

Зрівноваження ланцюга здійснюється за результатами аналізу модуляційних сигналів, які формуються вузлами MG , DMG і R_0 , що є складовими контура зрівноваження за провідністю і аналогічними вузлами MC , DMC і C_0 , що є складовими контура зрівноваження за ємністю. У мості КМ4-Е реалізовано коаксіальне подвійно екрановане підключення чотириелектродного кондуктометричного датчика з конфігурацією підключення 4×2 (див. рис. 4.32). Схема одного з варіантів вимірювального кабелю для моста наведена на рис. 6.15.

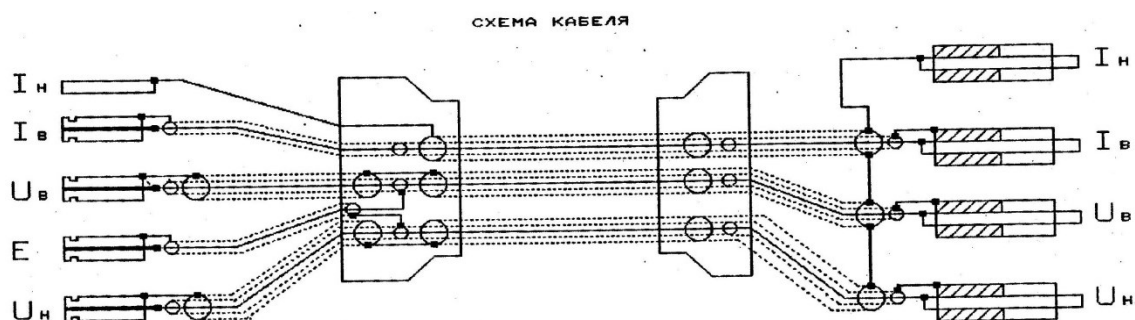


Рис. 6.15. Схема вимірювального кабелю моста ЦК002

6.6 Висновки до розділу 6

1. Принцип роботи українського еталона одиниці ЕП, заснований на використанні чотириелектродної комірки змінного струму з розрахунковим значенням константи, не має аналогів серед провідних країн світу. Інформаційно-вимірювальну систему можна тиражувати і продавати в країни Балтійського і Середземноморського басейнів. Тим самим буде підвищуватися експортний потенціал

України в галузі наукомісткої продукції, з'являться нові робочі місця, через встановлення пріоритету підніметься авторитет вітчизняної науки.

2. Основні метрологічні характеристики еталона України в два рази кращі за характеристики еталона Росії і у вісім разів перевищують показники еталона бувшого СРСР.

3. Відтворення одиниці ЕП українським еталоном знаходиться на рівні трійки - п'ятірки кращих національних метрологічних інститутів. Тим самим забезпечується незалежність метрологічного забезпечення кондуктометричних вимірювань в Україні.

4. У міжнародних звіряннях дані, представлені Україною, практично завжди близькі до медіани, що свідчить про мале значення невиключеної систематичної похибки. При цьому невизначеність є однією з найменших. Такі висновки підтверджують адекватність метрологічної моделі еталона (розділ 5), правильність і достатність методів зниження основних складових систематичної похибки.

5. Міст СА300 має метрологічні характеристики на рівні кращих закордонних зразків. В якості базового приладу в рамках поновлення апаратного парку може поставлятися в регіональні служби Держстандарту України. У той же час міст СА300 в порівнянні зі світовими аналогами має в 4-5 разів менші вагогабаритні показники. Цю властивість можна використовувати в тих напрямках досліджень, де ці показники є критичними. Наприклад, в галузі космічних або підводних досліджень.

6. Використовуючи логометричні АЦП, в першу чергу побудовані на основі сигма/дельта перетворення, можна розробляти відносно прості й дешеві термо- і кондуктометричні засоби вимірювання змінного струму з динамічним діапазоном (12-24) біт і відносною похибкою вимірювання (0,1-0,001)%.

Перелік джерел із загального списку використаних джерел, на які є посилання у розділі 6: [90], [222], [223], [224] – [227].

ЗАГАЛЬНІ ВИСНОВКИ

У дисертаційній роботі розв'язана комплексна науково-прикладна проблема подальшого розвитку теорії вимірювання іммітансу провідників першого або другого роду та створення прецизійних приладів і систем для термо-кондуктометрії з метрологічними характеристиками, що відповідають вимогам національних еталонів. Отримані такі основні науково-технічні результати.

1. Теоретично обґрунтовано, що в електричному полі провідника у вигляді стовпа розчину електроліту найбільше значення похибки, зумовленої зміною векторного магнітного потенціалу, не перевищує 0,01 ppm. Тому вихровою складовою можна знехтувати. Отже, навіть для прецизійних вимірювань поле в кондуктометричному датчачеві з розрахунковою константою можна вважати за характером безіндукційним або потенціальним. У побудові математичних моделей коло-польових задач це дає змогу використовувати більш прості моделі. В їх основі знаходяться не рівняння Максвелла, а рівняння Лапласа, Пуассона. Для обчислення функцій перетворення імпедансних давачів можуть використовуватись числові методи розрахунку або конформні перетворення на комплексній площині, що дають можливість отримувати рішення у вигляді відношення аналітичних функцій без суттєвих похибок, зумовлених змінним характером робочого струму.

2. На основі розроблених коло-польових задач для чотириелектродних кондуктометричних давачів отримані розрахункові параметри номінальних статичних характеристик перетворення, які дали змогу визначити поправки до складових невилученої систематичної похибки, що зумовлені кінцевою товщиною струмових та потенціальних електродів, наявністю отворів для заливання проби в комірку або неідеально прямокутною формою профілю циліндричної поверхні трубки комірки. Це дає можливість отримати розрахункові значення константи еталонних кондуктометричних давачів з похибками на рівні 0,1-5 ppm.

3. На основі аналізу електричних моделей стандартних платинових термоперетворювачів опору отримані вирази для обчислення поправок до невилученої систематичної похибки, що зумовлені змінним характером робочого струму,

зокрема поверхневим ефектом у платиновому дроті (в діапазоні кріогенних температур $t = (13-30) \text{ K}$) та шунтуючим ефектом кварцових елементів конструкції термоперетворювача опору (в діапазоні високих температур $t = (900-1300) \text{ K}$).

4. Розроблена топологічна модель системи планарно розташованих гребінчастих електродів, поле яких у верхньому напівпросторі описується 3D моделями, але дає змогу розраховувати функцію перетворення двоелектродного давача із використанням методів 2D аналізу, а саме теорії функцій комплексної змінної та конформних перетворень. Запропонована математична модель у вигляді суми складових, кожна з яких є відношенням еліптичних функцій, дає можливість оптимізувати геометрію електродної системи.

5. Запропоновано нове визначення об'єкта вимірювання – чотирипортовий об'єкт із коаксіальним подвійно екранованим підключенням. Від відомого чотирипортового коаксіального підключення об'єкт відрізняється наявністю третього контура. Він розміщується між першими двома, забезпечує функцію еквіпотенціального захисту та зменшує вплив на результат вимірювання поперечних (шунтуючих) адмітансів. На базі цього визначення створено новий вид вимірювальних кіл – коаксіальні подвійно екрановані трансформаторні кола, в яких зберігаються всі переваги коаксіальних мостів за наявності значної ємності індуктивного діляника напруги з тісним магнітним зв'язком та довгого вимірювального кабелю.

6. Науково обґрунтовано використання багатоконтурних зрівноважених мостових кіл для компенсації сигналів від неінформативних параметрів давачів, що дало змогу досягти повної інваріантності до неінформативних внутрішніх та зовнішніх поздовжніх опорів, які співрозмірні або перевищують інформативний параметр.

7. Запропоновано комбінаційний метод, в якому поєднуються мостові та логометричні методи перетворення. Використання в логометричному перетворенні варіаційного методу обчислення похибки нерівноваги вимірювального кола дає змогу для термоперетворювача опору з малим фазовим зсувом ($< 0,003$) забезпечити похибку вимірювання термометричних мостів з індуктивним діляником на-

пруги на рівні 0,1 ppm, але зменшити габарити, вагу та споживання приладу в 5-7 разів у порівнянні з кращими світовими аналогами.

8. Запропоновані нові методи перетворення параметрів диференційних кондуктометричних давачів. Науково доведено, що застосування попередніх функціональних перетворювачів, функція перетворення яких визначається різницею імпедансів, дає змогу забезпечити виділення корисного сигналу з постійною чутливістю в умовах, коли неінформативний параметр диференційного кондуктометричного давача на два порядки більший за інформативний.

9. Теоретично доведено на основі моделі міри нульового опору, що її еквівалентний опір складає 0,1-0,001 нОм. Тому таку міру можна використовувати для визначення адитивної похибки існуючих прецизійних термометричних мостів. Запропоновано новий метод вимірювання адитивної похибки на основі нестандартного підключення відомої чотиризажимної міри опору практично довільного номіналу в якості міри нульового опору.

10. Розроблені нові методи вимірювання нелінійності 6-8 декадних мостів змінного струму для вимірювання опору. Теоретично і експериментально доведені можливості контролювати основні метрологічні характеристики засобів вимірювання опору на рівні 1-0,1 ppm в умовах відсутності мір відповідної точності.

11. Розроблено метрологічну модель державного еталона одиниці електролітичної провідності розчинів електролітів. Проведено аналіз та мінімізацію факторів впливу на невизначеність вимірювання, що дало змогу зменшити бюджет похибок з 44 до 7 складових та науково обґрунтувати високі результати міжнародних звірянь державного еталона електролітичної провідності.

12. Запропоновано уточнити визначення основної фізичної величини в кондуктометрії – електролітичної провідності. Вона має визначатися як *дійсна частина* відношення двох *комплексних* величин – напруженості електричного поля та щільності струму. При використанні методів змінного струму це дасть змогу уникнути непорозумінь стосовно такого параметру, як робоча частота. Крім того, такий підхід дасть змогу через врахування струму зміщення створити науково-

методичні передумови для теоретичного аналізу та врахування впливу на результат вимірювання іншої фізичної величини – діелектричної проникності рідини.

13. Теоретичні дослідження дали можливість розробити відповідну конструкторську документацію для тиражування нових типів приладів та систем. Деякі з них мають унікальні метрологічні характеристики. Наприклад, вимірювальна система еталона ЕП за принципом дії не має світових аналогів. Кондуктометричні мости змінного струму типу КМ-4Э та ЦК002 дозволяють вимірювати провідність з похибкою (0,001-0,003)% за умов, що модулі імпедансів під'єднання сягають 5-10 кОм, а тангенс фазового кута – близький до одиниці. Термометричний міст СА300 на момент розробки за основними метрологічними характеристиками не поступається найкращим закордонним зразкам (міст F18), але за масогабаритними показниками та потужністю споживання в 6-7 разів кращий.

14. Результати дисертаційної роботи у вигляді засобів вимірювання використано як у складі державних еталонів, наприклад електролітичної провідності рідин Укрметртестстандарт, м.Київ; державного еталону температури, ННЦ « Інститут метрології» м.Харків; державного еталону одиниці згорання вуглеводнів ННЦ «Інститут метрології» м.Харків, так і в дрібносерійному виробництві, зокрема для випуску експериментальної партії термокондуктометра – вимірювача зольності цукру КЦ-3С, зразки якого впроваджені на цукрових заводах України.

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Величко О.М. Всесвітня історія метрології: від давнини до кінця XIX століття: монографія. Київ: Основа, 2006. 424 с.
2. Орнатский П.П. Теоретические основы информационно измерительной техники: учебник. / Київ: Вища школа, 1976. 432 с.
3. Маликов М.Ф. Основы метрологии: монографія. М.: Комерприбор, 1949. Ч.1. 478 с.
4. Основные термины в области метрологии. Словарь - справочник./ под ред. Ю.В. Тарбеева. М.: Изд-во стандартов, 1989. 113 с.
5. Дорожовець М.М. Опрацювання результатів вимірювання: навч. посіб. / Львів: НУ «Львівська політехніка», 2007. 624 с.
6. Петров Б.Н., Викторов В.А., Лункин Б.В., Совлуков А.С. Принцип инвариантности в измерительной технике: монографія. М.: Наука, 1976. 243 с.
7. Земельман М.А. Автоматическая коррекция погрешностей измерительных устройств: монографія. М.: Изд-во стандартов, 1972. 199 с.
8. Туз Ю.М. Структурные методы повышения точности измерительных устройств: монографія. К.: Вища школа. 1976. 255 с.
9. Бромберг Э.М., Куликовский К.Л. Тестовые методы повышения точности измерений: монографія. М.: Энергия, 1978. 176 с.
10. Сурду М.М., Монастирський З.Я. Варіаційні методи підвищення точності вимірювачів імітансу: монографія. К.: Ін-т електродинаміки НАН України, 2015. 385 с.
11. Hall H.P. A history of impedance measurements. 64 p. https://www.ietlabs.com/pdf/GenRad_History/A_History_of_Z_Measurement.pdf (дата звернення 19.02.18)
12. Christie S. Hunter. Experimental Determination of the Laws of Magneto-Electric Induction in Different Masses of the Same Metal, and of Its Intensity in Differ-

ent Metals. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London*. 1833. Vol. 123. Pp. 95-142. <http://www.jstor.org/stable/107990> (дата звернення 10.02.18)

13. Wheatstone Charles. An Account of Several New Instruments and Processes for Determining the Constants of a Voltaic Circuit. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London*. 1843. Vol. 133. Pp. 303-327. <http://www.jstor.org/stable/108382> (дата звернення 10.02.18)

14. Hague B., Foord B.R. Alternating current bridge methods. 6-th edition. Pitman Publishing, 1971. 603 p.

15. Карандеев К.Б. Применение неуравновешенного моста в електророметрии. *ЖТФ*. Т. III. Вып. 6. 1933.

16. Нестеренко А.Д. Новые аппараты для поверки трансформаторов тока. *Электричество*. № 12. 1934.

17. Карандеев К.Б. Мостовые методы измерений: монографія. Киев: Гос-техиздат УССР, 1953. 246 с.

18. Карандеев К.Б., Штамбергер Г. А. Обобщенная теория мостовых цепей переменного тока: монографія. Новосибирск: Сибирское отделение АН СССР, 1961. 224 с.

19. Нестеренко А.Д. Основы расчета электроизмерительных схем уравновешивания: монографія. Киев: Изд-во АН УССР, 1953. 446 с.

20. Evans J. P. Evaluation of some high-temperature platinum resistance thermometers. *Journal of Research of the National Bureau of Standards*. 1984. No 89. Pp. 384-373.

21. Berry R.J. Analysis and control of electrical insulation leakage in platinum resistance thermometers up to 1064C. *Metrologia*. 1995. № 32. Pp. 11-25.

22. Moiseeva N.P., , Improved design for 0.6-ohm HTSPRTS: reducing the leakage error and increasing the stability. Proc. TEMPMEKO 2004, Cavtat, Ed. Davor Zvizdic, Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture, Zagreb, 2005. Pp.433-438.

23. White D.R., Arai M., Bittar A., Yamazawa K. A Schottky-Diode Model of the Nonlinear Insulation Resistance Effects in SPRTs, *Proc. TEMPMEKO 2007, Int. J. Thermophys.* 2007. No 28. Pp. 1855-1881.
24. Грохольский А.Л., Соболевский К.М. Мосты переменного тока с индуктивно связанными плечевыми элементами. *Автоматрия*. 1965. №1. С. 68-75.
25. Куин Т. Температура: Пер. с англ. М.: Мир, 1985. 448 с.
26. Вепшек Я. Измерение низких температур электрическими методами: монография. М.: Энергия, 1980. 280 с.
27. Hill J.J., Miller A.P. An A.C. Double bridge with inductively coupled ratio arms for platinum resistance thermometry. *Proc. IEE*. 1963. Vol 110. № 2. Pp. 453.
28. Gibbings D.L.: An alternating current analogue of the Kelvin double bridge. *Proc. IEE*. 1962. Vol. 109C. Pp. 307.
29. Foord T.R., Langlands R.C., Binnie A.J. *Transformer-ratio bridge network with precise lead compensation*, *Proc. IEE*. 1963. Vol.110. No 9. Pp. 1693 – 1700.
30. Brooks H.B., Holtz F.C. The two-stage current transformer. *Transaction of AIEE*. Vol. 41, June, 1922. P.382.
31. Hill J.J. New NPL Inductive Ratio Standards for Low-Audio Frequencies. *ISA Transactions*. 1970. Vol. 9. №3. Pp. 169-175.
32. Fuhrmann B. Resistance Measurements at Frequencies Below 10 Hz. *IEEE Transactions on Instr. and Measur.* 1980. IM – 29. No 4. Pp. 352-355.
33. Cutkosky R.D. Active and Passive Direct Reading Ratio Set for the Comparison of Audio-Frequencies Admittances. *IEEE Transactions on Instr. and Measur.* 1964. IM–13. No 4. Pp. 243.
34. Cutkosky R.D. An automatic resistance thermometer bridge. *IEEE Transactions on Instr. and Measur.* 1980. IM – 29. No 4. Pp. 330 - 333.
35. Knight R.B. Precision bridge for resistance thermometry using a single inductive current divider. *Euromas-77. Europe conference on precise electrical measurement*, London. 1977. Pp. 132-134.

36. Wolfendale P.C.F., Yewen J.D., Daykin C.I. A new range of high precision resistance bridges for resistance thermometry. *Temperature. Its Measurement and Control in Science and Industry. Part 2*, American Institute of Physics. 1982. Pp. 729-732.
37. Primary-standard resistance thermometry bridge. Model CTR9000. https://www.wika.co.uk/products_resistance_thermometry_bridges_en_co.WIKA (дата звернення 19.02.18)
38. Соболевский К.М., Шакола Ю.А. Защита мостов переменного тока: монографія. К.: Изд-во АН УССР, 1957. 176 с.
39. Cutkosky R.D. Four-terminal pair networks as precision admittance and impedance standards. *IEEE Trans. Commun. Electron.* 1964 Vol. 80 (70).. Pp. 19-22
40. Kibble B.P., Rayner G.N. Coaxial AC Bridges. Teddington: NPL Management Ltd., 1984. 203 p.
41. Shilds J.Q. Measurement of Four-Pair Admittances with Two-Pair Bridges. *IEEE Transactions on Instr. and Measur.* 1974. IM – 23. No 4. Pp. 345 - 352.
42. Awan S., Kibble B., Schurr J. Coaxial Electrical Circuits for Interference-free Measurements. London: The Institution of Engineering and Technology, 2011. 321 p.
43. Report to the CIPM on the implications of changing the definition of the base unit kelvin. 02 May 2007. Prepared by the task group TG-SI of the CCT. J. Fisher (chairman), S. Gerasimov, K. D. Hill, et al. http://www.temperatures.ru/pdf/Kelvin_CIPM.pdf. (дата звернення 10.02.18)
44. Uncertainties in the realization of the SPRT Subranges of the ITS-90. CCT-WG3 on Uncertainties in Contact Thermometry, CCT/08-19/rev: 10 July. 2009.
45. Avramov S., Oldham N. Automatic calibration of inductive voltage dividers for the NASA Zeno experiment. *Rev. Sci. Instrum.* 1993. Vol. 64, No 9. Pp. 2676-2678.
46. Avramov S., Oldham N., Gammon R. Inductive voltage divider calibration for a NASA flight experiment. *NCSL Workshop & Symposium*. 3C. 1993. Pp. 225-232.
47. Hill J.J., Deacon T.A. Theory, design and measurement of inductive voltage divider. *Proc. Inst. Elect. Eng.* 1968. Vol. 115. No 5. Pp. 727-735.

48. Callegaro L., Bosco G.C., D'Elia V., Serasio D. Direct-Reading Absolute Calibration of AC Voltage Ratio Standards. *IEEE Trans. Instrum. Meas.* 2003. Vol. 52. No 2. Pp. 380-383.
49. Binnie A.J., Foord T.R. Leakage Inductance and Interwinding Capacitance in Toroidal Ratio Transformers. *IEEE Trans. Instrum. Meas.* 1967. IM-16, No 4. Pp. 307-314.
50. Parson D. Verifying a Shot (Zero) Connection with Kelvin Clips. *Cal.lab.* 1999, March/April. Pp. 41-42.
51. RLC метр МНС1100. Руководство по эксплуатации. АР-МА.411252.001РЭ, ДКПП33.20.43.550. Методика поверки п.8.5.5.2.1.
52. White D.R. A method for calibrating resistance thermometry. Torino, Ed. P. Marcarino, Levrotto and Bella, Torino, 1996. Pp. 129-134.
53. White D.R., Jones K., Williams J.M., Ramsey I.E. A simple resistance network for calibrating resistance bridges. *IEEE Trans. Instrum. Meas.* 1997. Vol. 46. No 5. Pp. 1068-1074.
54. Resistance bridge calibrators models RBC100M & RBC400M. User Maintenance Manual/Handbook. www.isotech.co.uk (дата звернення 10.02.18)
55. Riley J.C. The accuracy of series and parallel connections of four-terminal resistors. *IEEE Trans. Instrum. and Measurement.* 1967. IM-16. No 3. Pp. 258-268.
56. Seitz S., Spitzer P., Brown R.J.C. Consistency of practical salinity measurements traceable to primary conductivity standards. Euromet project 918. *Accred. Qual. Assur.*, No 13, 2008. Pp. 601–605.
57. Марченко Е.М., Пермяков А.Б., Семенова И.В. Метод водоподготовки для предотвращения накипи и коррозии в системах теплоснабжения промышленной энергетики. *Энергосбережение и водоподготовка.* 2011. № 4(72). С.44-48.
58. Бармин Л.Ф., Круглова Т.К., Синицын В.П. Оптимизация введения вводно-химического режима теплоносителя первого контура АЭС с ВВЭР. *Электрические станции.* Вып. 12. 2004.

59. Орехов А.А., Дорофеев Н.В. Система для экологического мониторинга водных объектов на базе метода геоэлектрического контроля. *Машиностроение и безопасность жизнедеятельности*. 2012. № 2. С. 36-38
60. Романовський І.Я. Дослідження електрофізичних властивостей продуктів харчування: монографія. Київ: Техніка, 2002. 325 с.
61. Андреев В.С. Кондуктометрические методы и приборы в биологии и медицине: монографія. М.: Медицина, 1973. 335с.
62. Богданов Г.Б. Метрология екстрасенсоріки. К.: Інформаційно-видавничий центр «Україна», 1991. 78 с.
63. Походило Е.В., Столярчук П.Г. Імітаційний контроль якості: монографія. Львів: Вид. Львівської політехніки, 2012. 164 с.
64. The international thermodynamic equation of seawater – 2010: Calculation and use of thermodynamic properties. Intergovernmental Oceanographic Commission, Manuals and Guides, No. 56, Printed by UNESCO (IOC/2010/MG/56 Rev.), 196 p.
65. Технологія цукристих речовин. Лаборатор. практикум / М.П. Купчик, Л.П. Рева, Н.І. Штангеева та ін. К.: НУХТ, 2007. 393 с.
66. Импедансная реоплейтизмография / Гуревич М.И. и др., Киев: Наукова думка, 1982. 176 с.
67. Лопатин Б.В. Кондуктометрия: монографія. Новосибирск: Сибирское отделение АН СССР, 1964. 295 с
68. Тернер Э., Карубе И., Уилсон Дж. Биосенсоры: основы и приложения / И.Г. Абидор (пер. с англ.). М.: Мир, 1992. 613 с.
69. Hall E. Biosensors. Cambridge: Open Univ. Press, 1991. 351 p.
70. Дзядевич С.В., Солдаткин О.П. Наукові та технологічні засади створення мініатюрних електрохімічних біосенсорів: монографія. К.: Наукова думка, 2006. 256 с.
71. Application of silicalite-modified electrode for the development of sucrose biosensor with improved characteristics / V.M Pyeshkova, O.Y. Dudchenko, O.O. Soldatkin, B.O. Kasap, F. Lagarde, B.A. Kurc and S.V. Dzyadevych. *Nanoscale Research Letters*. 2015. No 10. P. 149.

72. Рубанчук М.П. Імпедансометричні перетворювачі для біосенсорних систем: автореф. дис. к-та техн. наук: 05.11.05 / Ін-т електродинаміки НАН України. Київ. 2013. 22 с.
73. Грилихес М.С., Филановский Б.К. Контактная кондуктометрия: Теория и практика метода: монографія. Л.: Химия, 1980. 176 с.
74. Графов Б.М., Укше Е.А. Электрохимические цепи переменного тока: монографія. М.: Наука, 1973. 128 с.
75. Робинсон Р., Стокс Р. Растворы электролитов: монографія. М.: Издательство, 1963. 646 с.
76. Дамаскин Б.Б., Петрий О.А., Цирлина Г.А. Электрохимия / Учебник для вузов, 2-е издание. М.: Химия, КолосС, 2008. 672 с.
77. Moroń Z. Pomiarы przewodności elektrycznej cieczy przy małych częstotliwościach. Wrocław: Politechnika Wroclawska, 2003. 163 p. (in poland).
78. Хажуев В.Н., Колтик Е.Д. Методы и средства измерений пульсаций удельной электрической проводимости в водных потоках. Обзорная информация. М.: ВНИИКИ, 1982, вып.5. 60 с.
79. Плошинский А.В., Хажуев В.Н. Первичные измерительные преобразователи с гидродинамическим сглаживанием для кондуктометрических измерений в турбулентных потоках. *Измерительная техника*. 1986. № 3. С.41-42.
80. Михаль А.А. Мосты переменного тока для измерения информативных параметров четырехполюсных объектов: автореферат дис. к-та техн. наук / Ін-т електродинаміки НАН України. Київ. 1991. 19 с.
81. Хунджуа Г.Г. К теории безконтактного метода определения солёности морской воды. *Изв. АН СССР, Серия геофизическая*. 1961. Вып. 2. С. 273-279.
82. Плошинский А.В. Построение и анализ математической модели трансформаторного кондуктометрического преобразователя. Исследования в области электрических измерений. Сборник научных трудов НПО «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева». Л.: Энергоатомиздат, 1985. С. 44-49.
83. Jones G., Bollinger G.M., The measurement of the conductance of electrolytes III, The design of cells. *J. Am. Chem. Soc.* 1931, Vol. 53, Pp. 411–451.

84. Parker H.C, Parker E.W. *J. Am. Chem. Soc.* 1924. Vol. 46. P. 312.
85. Jones G., Bradshaw B. *J. Am. Chem. Soc.* 1933. Vol. 55. P. 1780.
86. ISO 31-8:1992. Quantities and units – Part 8: Physical chemistry and molecular physics.
87. Wu Y.C., Koch W.F., Pratt K.W. Proposed New Electrolytic Conductivity Primary Standards for KCl Solutions. *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.* 1991. Vol. 96. Pp. 191-201.
88. Михаль А.А., Синицкий О.П., Тимошенко О.Л. Анализ факторов влияющих на метрологические характеристики основных типов кондуктометрических ячеек в эталонах электролитической проводимости. *Вимірювальна та обчислювальна техніка в технологічних процесах*. 2008. № 2 (32). С.23-29.
89. Schreiner R.H., Pratt K.W. Primary Standards and Standard Reference Materials for Electrolytic Conductivity. NIST Special Publication 260-142, 2004 Ed., Technology Administration, U.S. Department of Commerce, May 2004. 26 p.
90. Brinkmann F., N. Ebbe Dam, Deák E., Durbiano F., Ferrara E., Fükö J., Jensen H.D., Máriássy M., Shreiner R.H., Spitzer P., Sudmeier U., Surdu M., Vyskočil L.. General paper: Primary methods for the measurement of electrolytic conductivity. *Accred Qual Assur.* 2003. No 8. Pp. 346 – 353 DOI 10.1007/s00769-003-0645-5.
91. Овчинников Ю.А., Суворов В.И., Левцов В.И. Государственный первичный эталон и государственная поверочная схема для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей. *Измерит. техника*. 2000. № 9. С.18.
92. Гриневич Ф.Б., Муджири Я.Н., Иванов Т.Н., Сурду М.Н. Государственный специальный эталон единицы удельной электрической проводимости растворов электролитов. *Измерительная техника*. 1984. № 12. С. 24-26.
93. L.J. van der Pauw, A method of measuring specific resistivity and Hall effect of discs of arbitrary shape. *Philips Research Reports*. 1958. Vol. 13. Pp. 1-9.
94. L.J. van der Pauw, A method of measuring the resistivity and Hall coefficient on lamellae of arbitrary shape, *Philips Technical Review*. 1958. Vol.20. No 8. Pp. 220-224.

95. Неаполитанский Е.А., Хажуев В.Н. Измерение удельной электрической проводимости морской воды на основе метода ван дер Пау. - Исследования в области электрических измерений. Сборник научных трудов НПО «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева». – Л.: Энергоатомиздат, 1985, С. 41-44.
96. Surdu M.N., Lameko A.L., Mukharovsky M.J., Gavrilkin V.G. Improving of the relative conductivity measurements traceability to primary standards of resistance, length and temperature. Proc. conference on precision electromagnetic measurements digest. 2008. Pp. 31-32.
97. Moroń Z., Grysiński T., Experimental investigations of Van der Pauw method applied for measuring electrical conductivity of liquid. Prociding XIX IMEKO World Congress Fundamental and Applied Metrology. Lisbon, Portugal, September 6–11, 2009. Pp. 1640-1644.
98. РМГ 43-2001. Рекомендации по межгосударственной стандартизации. Применение "Руководства по выражению неопределенности измерений". http://www.easc.org.by/russian/docs/metr/RMG_43_2001.pdf (дата звернення 06.02.2018)
99. Dorozhovets M., Warsza Z. Udoskonalenie metod wyznaczania niepewności wyników pomiaru w praktyce. *Przegląd elektrotechniczny*. 2007. No 1. Pp. 1-13 (Pol.)
100. Асатурян В.И. Теория планирования эксперимента. Учеб. Пособие для вузов. М.: Радио и связь, 1983. 248 с.
101. Егоров А.Е., Азаров Г.Н., Коваль А.В. Исследование устойчивости и систем автоматизации методом планирования эксперимента. Харьков: Вища школа, 1986. 248 с.
102. Воротников В.В. Фрактальный анализ сложных сетей. Науковий вісник Чернівецького університету, 2014. Т. 3, Вип. 1. Фізика.Електроніка. С. 63-68.
103. Гринленд П. Разработка системы питания устройства с использованием POL-преобразователей. *Електрон. компоненти України*. 2009. № 9/10. С. 20-22.

104. Кюгельштадт Т. Проектирование схем с цифровыми гальваническими развязками. *Радиокомпоненты*. 2012. № 1. С. 22-26.
105. Енциклопедія термометрії / Я.Т. Луцик, Л.К. Буняк, Ю.К. Рудавський, Б.І. Стадник. Львів: Видавництво Національного університету «Львівська політехніка», 2003. 428 с.
106. Подольцев А.Д., Кучерявая И.Н. Мультифизическое моделирование электротехнических устройств. *Технічна електродинаміка*. 2015. № 2. С.3-15.
107. Глухенький А.И., Михаль А.А. Расчетная оценка составляющих импеданса цилиндрического проводника при их измерении на переменном токе. *Технічна електродинаміка*. 2010. № 1. С.15-22.
108. Глухенький А.И., Михаль А.А. Оценка погрешности эталонной кондуктометрической ячейки, обусловленной неэквипотенциальностью поверхности электродов. *Технічна електродинаміка*. 2011. № 1. С.76-82.
109. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Influence of AC field distribution on impedance of the conductivity cell. *Measurement Automation Monitoring*. 2015. Vol. 61. No 11. Pp. 521-525.
110. Mikhal A.A., Glukhenkyi A.I., Warsza Z.L. Factors of AC Field Inhomogeneity in Measurement of the Cylindrical Liquid Impedance. International conference *System, Control and Information Technology*. SCIT2016. Warsaw, Poland, 20-21 May, 2016, Book of Abstract. P. 43.
111. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Impact of AC electric field non-uniformity on impedance of the conductivity cell. Electronic Proceedings of XXI IMEKO World Congress. *Measurement in Research and Industry*. Prague, Czech Republic, August 30 – September 4, 2015. Pp. 2266-2270.
112. Brett C., Brett A. *Electrochemistry. Principles, Methods and Applications*. Oxford University Press, 1994. 427 p.
113. Koryta J., Dvorak J., Kavan L. *Principles of Electrochemistry*. Second edit. John Wiley & Sons, 1993. 486 p.

114. Bard A.J., Faulkner L.R. Electrochemical methods. Fundamentals and applications. Second ed. John Wiley & Sons, 2001. 833 p.
115. Лопатин Б.А. Теоретические основы электрохимических методов анализа: монография. М.: Высшая школа, 1975. 295 с.
116. Иоссель Ю.Я., Кочанов Э.С., Струнский М.Г. Расчет электрической емкости: монография. Л.: Энергоиздат, 1981. 288 с.
117. Langereis G.R. An integrated sensor system for monitoring washing processes. Dissertation the degree of doctor at the University of Twente, April 8, 1999. ISBN 90 - 365 - 1272 – 7. 229 p.
118. Михаль А.А., Мелешук Д.В., Гребеньков И.Н. Экспериментальные исследования импеданса кондуктометрического интерфейса Pt/H_2O и Pt/KCl на частотах 10 кГц – 1 МГц. *Техн. електродинаміка*. 2016. № 6. С. 76–82.
119. Saunders P. The International Temperature Scale of 1990, ITS-90. WOCE Newsletter 10, IOS, Wormley, UK. 1990.
120. Купалян С.Д. Теоретические основы электротехники. Электромагнитное поле. М.: Высшая школа, 1970. Ч.3. 248с.
121. Справочник по математике для инженеров и учащихся втузов. / Бронштейн И.Н., Семендяев К.А. М.: Наука, 1981. 720 с.
122. Мелешук Д.В., Михаль А.А. Погрешность платиновых термометров сопротивления, вызванная поверхностным эффектом в проводе чувствительного элемента. *Техн. електродинаміка*. 2004. № 2. С. 69–71.
123. Мелешук Д.В. Прецизійні мости змінного струму для вимірювання імпедансу платинових термометрів опору в діапазоні частот: автореф. дис. к-та техн. наук: 05.11.05 / Ін-т електродинаміки НАН України. Київ. 2004. 19 с.
124. Геращенко О.А., Гордов А.Н., Лах В.И., Стаднык Б.И., Ярышев Н.А. Температурные измерения. Справочник. Киев: Наук. думка, 1984. 495 с.
125. Михаль А.А., Мелешук Д.В. Импедансная модель прецизионных платиновых термометров сопротивления в области высоких температур. *Техн. електродинаміка*. 2012. № 4. С. 73–79.

126. Михаль А.А., Мелешчук Д.В., Варша З.Л. Коаксиальный термометрический мост с эквипотенциальной защитой. *Техн. електродинаміка*. 2014. № 3. С. 86-90.
127. Mikhal A.A., Meleshchuk D.V., Warsza Z.L. Zastosowanie podwójnego ekranowania w termometrycznych mostkach AC. *Pomiary Automatyka Kontrola (PAK)*. 2014. Vol. 60. No 11. Pp. 938-941. (in Polish)
128. Nicholas J.V., White D.R. Traceable temperatures. West Sussex. England. John Wiley & Sons Ltd, 2001. 421 p.
129. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Electromagnetic Protection in High Precision Tri-axial Thermometric AC Bridge. / R. Szewczyk et al. (eds.). *Progress in Automation, Robotics and Measuring Techniques*. Vol. 3. Measuring Techniques and Systems. Advances in Intelligent Systems and Computing 352. Springer (2015). Pp. 147-156. DOI: http://dx.doi.org/10.1007/978-3-319-15835-8_17.
130. Сурду М.Н., Михаль А.А., Шве́ц Т.В. Метрологическое обеспечение измерений УЭП растворов в океанологических и промышленных измерениях. *Український метрологічний журнал*. 1998. № 3. С. 21–25.
131. Гаврилкин В.Г., Глухенький А.И., Михаль А.А. Анализ погрешности определения константы первичной эталонной кондуктометрической ячейки. *Измерительная техника*. 2013. № 8. С. 63-67.
132. Gavrylkin V.G., Glukhenkiy A.I., Mikhal A.A. An Analysis of the Error When Determining the Constant of the Primary Standard Conductometric Cell. *Measurement Techniques*. 2013. Vol. 56. Issue 8. Pp. 935–941.
133. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Influence of geometric Uncertainties on the Accuracy of calculated constant of the primary conductivity cell. 11th International Symposium on *Measurement and Quality Control*. IMEKO ISMQC 2013. Cracow-Kielce, Poland, 11-13 September, 2013. P.87.
134. Mikhal A.A., Warsza Z.L., Gavrylkin V.G. Correction of the influence of not ideal geometric profile on the conductivity of reference cell. 11-th *International conference Mechatronics-2015*, Warsaw, Poland, 21-23 September 2015. P. 95.

135. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Geometric part of uncertainties in the calculation constant of the primary four electrode conductivity cell. *ACTA IMEKO*. 2015. Vol. 4. No 2. Pp. 18–22.

136. Mikhal A.A., Warsza Z.L., Gavrylkin V.G. Correction of the Influence of not Ideal Geometric Profile on the Constant of Primary Cell. *Mechatronics: Ideas, Challenges, Solutions and Applications. Advances in Intelligent Systems and Computing* 414. Springer (2016). Pp. 239–251. DOI: http://dx.doi.org/10.1007/978-3-319-26886-6_15.

137. Application of silicalite-modified electrode for the development of sucrose biosensor with improved characteristics / V.M Pyeshkova, O.Y. Dudchenko, O.O. Soldatkin, B.O. Kasap, F. Lagarde, B.A. Kurc and S.V. Dzyadevych, *Nanoscale Research Letters*. 2015. No 10. P.149.

138. Ензимний кондуктометричний біосенсор для визначення фруктози / О. Є. Дудченко, В.М. Пешкова, О. О. Солдаткін, О. П. Солдаткін, С. В. Дзядевич, *Biotechnologia ACTA*. 2013. V. 6. No 3. С. 46-52.

139. Electrochemical sensor for measurement of urea and creatinine in serum based on an impedance measurement of enzyme-catalyzed polymer transformation / On Ho W. et al. *Anal. Chem.* No 71. Pp. 1940-1946.

140. Кондуктометрический биосенсор для определения фосфорорганических пестицидов / С.В. Дзядевич, А.П. Солдаткин и др. *Журн. аналит. химии*. 1994. Вып. 49 № 8. С. 874-878.

141. Архипова В.Н., Дзядевич С.В., Солдаткин А.П. Ельская А.В. Ферментные биосенсоры для определения пеницилина на основе кондуктометрических планарных электродов и рН-чувствительных полевых транзисторов / *Укр. биохим. журн.* 1996. Вып. 68. №1. С. 26-31.

142. Aliau-Bonet C., Pallas-Areny R. Effects of Stray Capacitance to Ground in Bipolar Material Impedance Measurements Based on Direct-Contact Electrodes. *IEEE Trans. Instrum. and Measurement*. 2014. Vol. 63, No 10. Pp. 2414-2421.

143. Determination of effective capacitance and film thickness from constant-phase-element parameters / B. Hirschorn, M.E. Orazema, B. Tribolletb, V. Vivierb, I. Frateurc, M. Musiani, *Electrochimica Acta*. 2010. No 55. Pp. 6218–6227.

144. Михаль А.А. Актуальные задачи исследования кондуктометрических биросенсорных. *Праці Інституту електродинаміки Національної академії наук України*. К.: ІЕД НАНУ, 2006. №2 (14). С. 137-138.

145. Михаль А.А., Гребеньков И.Н. Электрическая модель кондуктометрического преобразователя биосенсора для исследования объемного импеданса. *Технічна електродинаміка*. 2014. №2. С.89-95.

146. Левицкий А.С., Медведенко М.П., Михаль А.А. Расчет коэффициента преобразования планарной системы электродов с гребенчатой геометрией. *Техн. електродинаміка*. 2006. №5. С. 9–16.

147. Михаль А.А., Рубанчук М.П. Расчет коэффициента преобразования кондуктометрического датчика биосенсора. *Технология и конструирование в электронной аппаратуре*. 2007. №5. С. 35–39.

148. Васецкий Ю.М. Електродинаміка. Основні поняття, потенціальні та квазістаціонарні поля: навч. посіб. К.: Вид-во Нац.авіац. ун-ту, 2009. 160с.

149. Матис И.Г. Электроемкостные преобразователи для неразрушающего контроля: монография. Рига: Зинатие, 1977. 255 с.

150. Лаврентьев М.А., Шабат Б.В. Методы теории функций комплексного переменного. М.: Наука, 1965. 716 с.

151. Бессонов Л.А. Теоретические основы электротехники. Электромагнитное поле. 8-е изд. перераб. и доп. М.: Высшая школа, 1986. 263 с.

152. Голубев В.В. Лекции по аналитической теории дифференциальных уравнений. 2-е изд., М.-Л.: Гос. Изд-во тех.-теор. Литературы, 1950. 436 с.

153. Лаврик В.И., Савенков В.Н. Справочник по конформным отображениям. Киев: Наукова думка, 1970. 252 с.

154. Балабуха Л. И. Математический расчет некоторых полей электростатики. *Теоретическая и экспериментальная электротехника*. 1932. № 1-2. С. 4 – 20.

155. Сочнев А.Я. Расчет напряженности поля прямым методом. Ленинград: Энергоатомиздат, 1986. 133 с.
156. Гребеньков І.М., Міхаль О.О., Дзядевич С.В. Кондуктометричний перетворювач біосенсора. Патент України № 77278, 2013.
157. Табакс К.К. Расчет электрических полей для некоторых задач высокочастотного нагрева. *Труды московского энергетического института. Теоретические основы электротехники*. 1953. №12. С. 157–165.
158. Olthuis W., Streekstra W., Bergveld P. Theoretical and experimental determination of cell constants of planar-interdigitated electrolyte conductivity sensors. *Sensors and Actuators*, B. 1995. Vol. 24-25. No 1-3. Pp. 252–256.
159. Иоссель Ю.Я. Оценка емкостей в системах коаксиальных кольцевых электродов, расположенных на плоской границе двух диэлектрических сред. *Электричество*. 1982. № 11. С. 66 – 69.
160. Рубанчук М.П. Імпедансометричні перетворювачі для біосенсорних систем: автореф. дис. к-та техн. наук: 05.11.05 / Ін-т електродинаміки НАН України. Київ. 2013. 22 с.
161. Four-channel biosensor's analyzer of saccarides / S.V. Dzyadevych, A.P. Soldatkin. A.A. Soldatkin, V.N. Peshkova, A.D. Vasilenko, V.G. Melnik, A.A. Mikhal, L.N. Semenycheva, M.P. Rubanchuk. *Sensor Electronics and Microsystem Technologies*. 2009. No 3. С. 47-53.
162. Біосенсорні комплекси на основі імпедансометричних інформаційно-вимірювальних систем / О.Д. Василенко, М.П. Медведенко, В.Г. Мельник, О.О. Міхаль, Л.М. Семеничева // *Праці Інституту електродинаміки Національної академії наук України*. К.: ІЕД НАНУ, 2010. Вип. 26. С. 46–54.
163. Орнатский П.П. Автоматические измерения и приборы (аналоговые и цифровые). 5-е изд., пераб. и доп. Киев: Вища школа, 1986. 504 с.
164. Масюренко Ю.А. Логометрические преобразователи с автоматической коррекцией погрешностей. Б-ка по автоматике. Вып. 640. М.: Энергоатомиздат, 1983. 88 с.

165. Быстродействующие компенсационно-мостовые приборы. / К.Б. Карандеев, Ф.Б. Гриневич и др. М.: Энергия, 1970. 136 с.
166. Гриневич Ф.Б., Новик А.И. Измерительные компенсационно-мостовые устройства с емкостными датчиками: монография. К.: Наукова думка, 1987. 112 с.
167. Федорков Б.Г., Телец В.А. Микросхемы ЦАП и АЦП: функционирование, параметры, применение: монография. М.: Энергоатомиздат, 1990. 320 с.
168. Голуб В.С. Сигма-дельта-модуляторы и АЦП. *Технология и конструирование в электронной аппаратуре*. 2003. №4. С. 35-41.
169. О построении синхронно-фазовой избирательной системы широкополосных автоматических мостов переменного тока/ Гриневич Ф.Б., Орнатский О.А. и др., Пробл. Техн.электродинамики. Вып.68, К.: ИЕД НАНУ, 1978. С.79-82.
170. Surdu M, Lameko A., Karpov I., Koffman A, Kinard J., Klonz M., Melcher J., Tarlowsky A. Complex of bridge comparators for impedance unit traceability and impedance measurements // Digest of 2006 Conference on *Precision Electromagnetic Measurement*. Torino, Italy, 2006. Pp. 520–521.
171. Сурду М.Н., Михаль А.А., Изволенская Н.Е. Кондуктометрический преобразователь. *Техн. электродинамика*. 1992. № 2. С. 101–104.
172. Воротников В.В. Фрактальный анализ сложных сетей. *Науковий вісник Чернівецького університету. Фізика. Електроніка*. Том 3, випуск 1. 2014, С.63-68.
173. Атабеков Г.И. Основы теории цепей. М.: Энергия, 1969. 427 с.
174. Зернов Н.В., Карпов В.Г. Теория радиотехнических цепей. М.-Л.: изд-во Энергия, 1965. 892 с.
175. Бондаренко В.Н., Арсеньев Г.Н., Самков А.В., Булгач В.Л., Зайцев Г.Ф. Основы теории цепей. Учебное пособие. К.: Институт электродинамики НАНУ, 2012. 513 с.
176. Новик А.И. Системы автоматического уравнивания цифровых экстремальных мостов переменного тока: монография. К.: Наукова думка, 1983. 224 с.

177. Knight R.B. *Precision bridge for resistance thermometry using a single inductive current divider*. Euromeas-77; Europe conference on precise electrical measurement, London, 1977. Pp. 132-134.

178. Гриневич Ф.Б., Сурду М.Н. Высокоточные вариационные измерительные системы переменного тока: монография. Киев: Наук. думка, 1989. 192с.

179. Гриневич Ф.Б., Грохольский А.Л., Цапенко М.П., Соболевский К.М. Трансформаторные измерительные мосты. / Под ред. Карандеева К.Б. // М.: Энергия, 1970. 280с.

180. Гриневич Ф.Б., Сурду М.Н., Михаль А.А., Швец Т.В., Кромпляс Б.А., Мелешук Д.В. Прецизионный мост переменного тока для работы в диапазоне частот 125-925 Гц. *Техн. електродинаміка*. Тематический выпуск «Проблемы современной электротехники». 2000. Ч. 3. С. 76–78.

181. Титце У., Шенк К. Полупроводниковая схемотехника. Пер. с нем. А.Г. Алексеенко. М.: Мир, 1982. 512 с.

182. Mikhal A.A., Meleshchuk D.V., Warsza Z.L. Ochrona ekwiponcjalna termometrycznego mostka AC. X Konferencja Naukowa, SP 2014, *Systemy Pomiarowe w badaniach naukowych i w przemyśle*. Lagow, Poland, 1-4 czerwca 2014. Pp.95-98.

183. Михаль А.А., Мелешук Д.В., Душко А.А. Комбинированный метод измерения импеданса в термометрических мостах с вариационным уравниванием. *Техн. електродинаміка*. 2013. № 4. С. 88–92.

184. Третьяк И.В. Вариационные методы коррекции погрешностей трансформаторных мостов переменного тока: автореферат дис. к-та техн. наук: 05.11.05 / Ин-т электродинамики АН Украины. Киев. 1991. 19 с.

185. Mikhal A.A., Glukhenkyi A.I., Warsza Z.L. Factors of AC Field Inhomogeneity in Impedance Measurement of Cylindrical Conductors. *Recent Advances in Systems, Control and Information Technology, Advances in Intelligent Systems and Computing* 543, Springer (2017). Pp. 535–545. DOI: http://dx.doi.org/10.1007/978-3-319-48923-0_57.

186. Матханов П.Н. Основы анализа электрических цепей. Линейные цепи. 2-е изд. М.: Высшая школа, 1981. 333 с.

187. Ленк Дж. Д. Справочник по проектированию электронных схем. Пер. с англ. Под ред. Сигорского. К.: Тенніка, 1979. 208 с.
188. Дзядевич С.В. Кондуктометричні ферментні біосенсиори: теорія, технологія, застосування. *Біополімери і клітина*. 2005. Вип. 21. № 2. С. 91-106. (Укр.)
189. Патент України № 18949. Кондуктометрична біосенсорна система для визначення цукрози / О.О. Солдаткін (UA), С.В. Дзядевич (UA), О.П. Солдаткін (UA), Г.В. Бєльська (UA). 2006.
190. Мельник В.Г. Розвиток наукової бази і принципів побудови іммітансометричних каналів та сенсорних систем на їх основі: автореферат дис. доктора техн. наук: 05.11.05 / Ін-т електродинаміки АН України. Київ. 2017. 37 с.
191. Warsza Z.L.: Immitancyjne układy czterobiegunowe [4T] w pomiarach wielo-parametrowych. Warszawa: Przemysłowy Instytut Automatyki i Pomiarów, 2004. 291p.
192. Гутников В.С. Интегральная электроника в измерительных устройствах: монографія. 2-е изд. Л.: Энергоатомиздат, 1988. 304 с.
193. Исследование информативных параметров дифференциальных кондуктометрических биосенсоров / В.Г. Мельник, А.Д. Василенко, М.П. Медведенко, А.А. Михаль, А.А. Солдаткин // *Технічна електродинаміка*. Тематичний випуск: "Проблеми сучасної електротехніки". 2006. Ч. 3. С. 119–124.
194. Гребеньков І., Михаль О. Метод віднімання імпедансів у кондуктометричних біосенсорних перетворювачах. *Метрологія та прилади*. 2013. №1. С. 15–18. (Укр.)
195. Гребеньков І.Н., Михаль А.А. Анализ функций преобразования измерительной цепи для кондуктометрического биосенсора. Тези доповідей 4-ї Міжнародної науково-технічної конференції "*Сенсорна електроніка та мікросистемні технології*" (СЕМСТ - 4). Одеса: Національний університет ім. І.І. Мечнікова, 2010. С. 81.
196. Мельник В.Г., Михаль А.А., Рубанчук М.П. Измерительные цепи для кондуктометрических преобразователей с дифференциальными двухэлектродными датчиками. *Техн. електродинаміка*. 2008. № 2. С. 58–64.

197. Міхаль О., Гребеньков І. Аналіз метрологічних характеристик вимірювального кола з порівнянням струмів для кондуктометричних біосенсорів. *Метрологія та прилади*. 2014. № 3. С. 37–43. (Укр.)
198. Мельник В.Г. Исследование чувствительности мостовой измерительной цепи с дифференциальным кондуктометрическим датчиком. *Праці Інституту електродинаміки НАНУ*. Вип. № 22. К.: ІЕД НАНУ, 2009. С.115-118.
199. Михаль А.А. Особенности построения измерительной цепи для кондуктометрических биосенсорных преобразователей. *Праці Інституту електродинаміки НАНУ*. Вип. №1(16). Ч.2. Київ: ІЕД НАНУ, 2007. С. 142-144.
200. Михаль А.А. Выбор нормируемых метрологических характеристик прецизионных термометрических мостов. Тези доповідей 5 – ї Міжнародної науково–технічної конференції *Метрологія та вимірювальна техніка*. "Метрологія 2006". Харків, 10-12 жовтня 2006. Т1. С. 265-267.
201. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Nowe metody sprawdzania błędu addytywnego i nieliniowości precyzyjnych termometrycznych mostków AC. VI Kongres Metrologii, *Metrologia krolowa badan stosowanych*. Kielce-Sandomierz, Poland, 19-22 czerwca, 2013. Pp. 201-202.
202. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Simply Methods to Measure the Additive Error and Integral Nonlinearity of Precision Thermometric Bridges. Symposium on *Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science*, TEMPMEKO-2013, Portugal, Funchal, Madeira, October 14-18, 2013. Book of Abstracts. P. 351.
203. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Metody wykrywania składowej addytywnej błędu w precyzyjnych mostkach termometrycznych. *Pomiary Automatyka Kontrola*. 2012.Vol. 58, No 12, Pp. 1033–1036. (in Polish)
204. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Proste metody sprawdzania dokładności precyzyjnych mostków termometrycznych (1). Rys historyczny, zasada działania i parametry mostków AC, niekonwencjonalna metoda kontroli zera mostka. *Pomiary Automatyka Robotyka (PAR)*. 2013. No 9. Pp. 92–96. (in Polish)
205. Міхаль О.О. Спосіб визначення адитивної складової похибки прецизійного засобу вимірювання електричного опору. Патент України № 60108, 2011.

206. Zapf T.L., Chinburg C.H., Wolf H.K. Inductive Voltage Divider with Calculable Relative Correction. *IEEE Trans. Instrum. Meas.* 1963. IM-12. No 2. Pp. 380-383.

207. Пути повышения точности передачи на постоянном токе размера единицы сопротивления. / Сурду М.Н. и др. *Техническая электродинамика*. 1999. № 6. С. 73-75.

208. Михаль А.А., Семенычева Л.Н., Сурду М.Н. Методика определения нелинейности прецизионных термометрических измерителей. *Техн. электродинамика*. 2008. № 4. С.75–79.

209. Михаль А.А. Метод половинных сечений для контроля погрешности линейности прецизионных термометрических мостов. *Технічна електродинаміка*. 2009. № 4. С. 71-74.

210. Mikhal A.A., Warsza Z.L., Niekonwencjonalna metoda wyznaczania nieliniowości całkowitej precyzyjnych mostków termometrycznych. *Pomiary Automatyka Kontrola*. 2013. Vol. 59. No 1. Pp. 19–22. (in Polish)

211. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Proste metody sprawdzania dokładności precyzyjnych mostków termometrycznych (2). Pomiary nieliniowości całkowitej metodą dychotomii. *Pomiary Automatyka Robotyka (PAR)*. 2013. No 10. Pp. 130–137. (in Polish)

212. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Simple Methods to Measure the Additive Error and Integral Nonlinearity of Precision Thermometric Bridges. *Progress in Automation, Robotics and Measuring Techniques*, vol. 3, Measuring Techniques and Systems, Advances in Intelligent Systems and Computing 352, Springer (2015). Pp.157–170. DOI: http://dx.doi.org/10.1007/978-3-319-15835-8_18.

213. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Bisection method for measuring Integral Nonlinearity of Precision Thermometry Bridges. *International Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science*, TEMPMEKO-2016. Zakopane, Poland, 26 June-1July, 2016. Book of Abstracts. P. 86.

214. Hamon B.V. A 1-100 Ω build-up resistor for the calibration of the standart resistors. *J.Sci.Instr.* 1954. Vol. 31. No 12. Pp.450-453.
215. Page C.H. Tetrahedral junction error contribution to a series-parallel four-terminal resistor. *IEEE Trans. Instrum. and Measurement.* 1974. IM-23. Pp. 5-8.
216. Wukchul Joung, Kee Sool Gam, Inseok Yang, Yong-Gyoo Kim. Uncertainty assessment of resistance thermometry bridges. XX IMEKO World Congress, *Metrology for Green Growth*. Busan, Republic of Korea, September 9-14, 2012. 732_F_N_TC12_415_405.pdf.
217. Nicholas J.V., White D.R. Traceable Temperatures. An Introduction to Temperature Measurement and Calibration. John Wiley & Sons, 2001. 421 p.
218. Державний первинний еталон одиниці електролітичної провідності рідин / В.Г. Гаврилкін, С.М. Нагібін, Л.В. Прокопенко, М.С. Рожнов, Л.С. Балаховеца, М.М. Сурду, О.О. Михаль. *Український метрологічний журнал*. 2006. № 3. С. 47-51.
219. Mikhal A.A., Warsza Z.L., Gavrylkin V.G. Metrological parameters of the four-electrode electrolytic conductivity standard. *Przemyst chemiczny*. 2015. No 94/9. Pp. 1593-1597. (in Polish)
220. Mikhal A.A., Warsza Z.L., Gavrylkin V.G. Evaluation of the uncertainty of electrolytic conductivity primary standard. Proceedings conference “*Problems and progress in metrology (ppm’15)*”, Koscielisko. Poland, 07-10 june 2015. Pp. 86-92.
221. Guide to the expression of uncertainty in measurement ISO, Ed. Geneva, Switzerland, 1995.
222. Mikhal A.A., Warsza Z.L., Gavrylkin V.G. Primary Standard of Electrolytic Conductivity Based on the AC Four Electrode Cell. Challenges in Automation, Robotics and Measurement Techniques. *Advances in Intelligent Systems and Computing* 440. Springer (2016). Pp. 867–879. DOI: http://dx.doi.org/10.1007/978-3-319-29357-8_77.
223. ДСТУ 4448:2005 Метрологія. Державна повірочна схема для засобів вимірювання електролітичної провідності рідин. Київ. ДП «УкрНДНЦ», 2006, 9 с.

224. Mikhal A.A., Warsza Z.L., Gavrylkin V.G. Experimental evaluation of dynamic properties of the four electrode reference conductivity cells. *Measurement Automation Monitoring*. 2015. Vol. 61. No 10. Pp. 456–459.

225. Душко А.А., Михаль А.А. Высокочувствительный преобразователь температуры в узком диапазоне измерений. Тези доповідей 9-ї Міжнародної науково-технічної конференції *Методи та засоби вимірювання фізичних величин* (Температура 2012). Львів, 25-28 вересня 2012. С. 155-156.

226. Jensen, H.D.: Final Report of Key Comparison CCQM-K36. *Metrologia*. 2010. No 47(1A):8025-08025. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/47/1A/08025>

227. Кромпляс Б., Михаль А., Сурду М. Прецизионный термометрический мост СА300. *Вимірювальна техніка та метрологія*. 2003. Вип. 63. С. 95-99.

ДОДАТОК А

**Список публікацій здобувача за темою дисертації та відомості про
апробацію результатів дисертації.**

1. Сурду М.Н., Михаль А.А., Изволенская Н.Е. Кондуктометрический преобразователь. *Техн. электродинамика*. 1992. № 2. С. 101–104.
2. Сурду М.Н., Михаль А.А., Швец Т.В. Метрологическое обеспечение измерений УЭП растворов в океанологических и промышленных измерениях. *Украинский метрологический журнал*. 1998. №3. С. 21–25.
3. Гриневич Ф.Б., Сурду М.Н., Михаль А.А., Швец Т.В., Кромпляс Б.А., Мелешук Д.В. Прецизионный мост переменного тока для работы в диапазоне частот 125-925 Гц. *Техн. электродинамика*. Тематический выпуск «Проблемы современной электротехники». 2000. Ч. 3. С. 76–78.
4. Кромпляс Б., Михаль А., Сурду М. Прецизионный термометрический мост СА300. *Вимірювальна техніка та метрологія*. 2003. Вип. 63. С. 95-99.
5. Мелешук Д.В., Михаль А.А. Погрешность платиновых термометров сопротивления, вызванная поверхностным эффектом в проводе чувствительного элемента. *Техн. електродинаміка*. 2004. №2. С. 69–71.
6. Гаврилкін В.Г., Нагібін С.М., Прокопенко Л.В., Рожнов М.С., Балаховцева Л.С., Сурду М.М., Міхаль О.О. Державний первинний еталон одиниці електролітичної провідності рідин. *Український метрологічний журнал*. 2006. № 3. С. 47–51.
7. Левицкий А. С., Медведенко М.П., Михаль А.А. Расчет коэффициента преобразования планарной системы электродов с гребенчатой геометрией. *Техн. електродинаміка*. 2006. №5. С. 9–16.
8. Мельник В.Г., Василенко А.Д., Медведенко М.П., Михаль А.А., Солдаткин А.А. Исследование информативных параметров дифференциальных кондуктометрических биосенсоров. *Технічна електродинаміка*. Тематичний випуск: "Проблеми сучасної електротехніки". 2006. Ч. 3. С. 119–124.

9. Михаль А.А. Актуальные задачи исследования кондуктометрических биосенсорных измерителей. *Праці Інституту електродинаміки НАН України*. Київ. 2006. №2 (14). С. 137–138.
10. Михаль А.А., Рубанчук М.П. Расчет коэффициента преобразования кондуктометрического датчика биосенсора. *Технология и конструирование в электронной аппаратуре*. 2007. №5. С. 35–39.
11. Михаль А.А. Особенности построения измерительной цепи для кондуктометрических биосенсорных преобразователей. *Праці Інституту електродинаміки НАН України*. Київ. 2007. №1 (16). Ч.2. С. 142–144.
12. Мельник В. Г., Рубанчук М.П., Михаль А.А. Измерительные цепи для кондуктометрических преобразователей с дифференциальными двухэлектродными датчиками. *Техн. електродинаміка*. 2008. № 2. С. 58–64.
13. Михаль А.А., Семенычева Л.Н., Сурду М.Н. Методика определения нелинейности прецизионных термометрических измерителей. *Техн. електродинаміка*. 2008. № 4. С.75–79.
14. Михаль А.А. Метод половинных сечений для контроля погрешности линейности прецизионных термометрических мостов. *Технічна електродинаміка*. 2009. № 4. С. 71-74.
15. Михаль А.А., Синицкий О.П., Тимошенко О.Л. Анализ факторов влияющих на метрологические характеристики основных типов кондуктометрических ячеек в эталонах электролитической проводимости. *Вимірювальна та обчислювальна техніка в технологічних процесах*. 2008. № 2 (32). С.23-29.
16. Dzyadevych S.V., Soldatkin A.P., Soldatkin A.A., Peshkova V.N., Vasilenko A.D., Melnik V.G., Mikhal A.A., Semenicheva L.N., Rubanchuk M.P. Four-channel biosensor's analyzer of saccarides. *Sensor Electronics and Microsystem Technologies*. 2009. № 3. С. 47–53.
17. Глухенький А.И., Михаль А.А. Расчетная оценка составляющих импеданса цилиндрического проводника при их измерении на переменном токе. *Техн. електродинаміка*. 2010. № 1. С. 15–22.

18. Глухенький А.И., Михаль А.А. Оценка погрешности эталонной кондуктометрической ячейки, обусловленной неэквипотенциальностью поверхности электродов. *Технічна електродинаміка*. 2011. № 1. С.76–82.
19. Михаль А.А., Мелешук Д.В. Импедансная модель прецизионных платиновых термометров сопротивления в области высоких температур. *Техн. електродинаміка*. 2012. № 4. С. 73–79.
20. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Metody wykrywania składowej addytywnej błędu w precyzyjnych mostkach termometrycznych. *Pomiary Automatyka Kontrola*. 2012.Vol. 58, № 12. P. 1033–1036 (in Polish)
21. Гребеньков І., Міхаль О. Метод віднімання імпедансів у кондуктометричних біосенсорних перетворювачах. *Метрологія та прилади*. 2013. №1. С. 15–18. (Укр.)
22. Михаль А.А., Мелешук Д.В., Душко А.А. Комбинированный метод измерения импеданса в термометрических мостах с вариационным уравниванием. *Техн. електродинаміка*. 2013. № 4. С. 88–92. (Scopus)
23. Gavrylkin V.G., Glukhenkiy A.I., Mikhal A.A. An Analysis of the Error When Determining the Constant of the Primary Standard Conductometric Cell. *Measurement Techniques*. 2013. Vol. 56. Issue 8. P. 935–941. (Scopus)
24. Міхаль О., Гребеньков І. Аналіз метрологічних характеристик вимірювального кола з порівнянням струмів для кондуктометричних біосенсорів. *Метрологія та прилади*. 2014. №3. С. 37–43. (Укр.)
25. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Electromagnetic Protection in High Precision Tri-axial Thermometric AC Bridge. *Progress in Automation, Robotics and Measuring Techniques*, vol. 3, Measuring Techniques and Systems, Advances in Intelligent Systems and Computing 352, Springer (2015) P.147–156. (Scopus)
26. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Geometric part of uncertainties in the calculation constant of the primary four electrode conductivity cell. *ACTA IMEKO*. 2015. Vol. 4, No 2. P. 18–22. (Scopus)
27. Mikhal A.A., Warsza Z.L., Gavrylkin V.G. Primary Standard of Electrolytic Conductivity Based on the AC Four Electrode Cell. *Challenges in Automation, Ro-*

botics and Measurement Techniques. *Advances in Intelligent Systems and Computing* 440. Springer (2016). P. 867–879. (Scopus)

28. Mikhal A.A., Warsza Z.L., Gavrylkin V.G. Experimental evaluation of dynamic properties of the four electrode reference conductivity cells. *Measurement Automation Monitoring*. 2015. Vol. 61. № 10. P. 456–459.

29. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Influence of AC field distribution on impedance of the conductivity cell. *Measurement Automation Monitoring*. 2015. Vol. 61. № 11. P. 521–525

30. Михаль А.А., Мелешук Д.В., Гребеньков И.Н. Экспериментальные исследования импеданса кондуктометрического интерфейса Pt/H_2O и Pt/KCl на частотах 10 кГц – 1 МГц. *Техн. електродинаміка*. 2016. №6. С. 76–82. (Scopus)

31. Mikhal A.A., Glukhenkyi A.I., Warsza Z.L. Factors of AC Field Inhomogeneity in Impedance Measurement of Cylindrical Conductors. *Recent Advances in Systems, Control and Information Technology, Advances in Intelligent Systems and Computing* 543, Springer (2017). P. 535–545. (Scopus)

32. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Nowe metody sprawdzania błędu addytywnego i nieliniowości precyzyjnych termometrycznych mostków AC. VI Kongres Metrologii, *Metrologia krolowa badan stosowanych*. Poland, Kielce-Sandomierz, 19-22 czerwca, 2013. P. 201-202.

33. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Influence of geometric Uncertainties on the Accuracy of calculated constant of the primary conductivity cell. 11th International Symposium on *Measurement and Quality Control*. IMEKO ISMQC 2013, Poland, Cracow-Kielce, 11-13 September, 2013, P.87. (Scopus)

34. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Simply Methods to Measure the Additive Error and Integral Nonlinearity of Precision Thermometric Bridges. *Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science*, TEMPMEKO-2013, Portugal, Funchal, Madeira, October 14-18, 2013. Book of Abstracts. P. 351.

35. Mikhal A.A., Warsza Z.L., Gavrylkin V.G. Evaluation of the uncertainty of electrolytic conductivity primary standard. *Proceedings conference “Problems and progress in metrology (ppm’15)”*. Koscielisko, Poland, 07-10 june, 2015. P. 86-92.

36. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Impact of AC electric field non-uniformity on impedance of the conductivity cell. Electronic Proceedings of XXI IMEKO World Congress. *Measurement in Research and Industry*. Prague, Czech Republic, August 30 – September 4, 2015. P. 2266-2270. (Scopus)
37. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Bisection method for measuring Integral Non-linearity of Precision Thermometry Bridges. International Symposium on *Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science*, TEMPMEKO-2016. Zakopane, Poland, 26 June-1 July, 2016. Book of Abstracts. P. 86.
38. Спосіб визначення адитивної складової похибки прецизійного засобу а електричного опору: пат. 60108 Україна: МПК G01R 27/02, G01R 17/00, № u 201013970; заявл. 23.11.10; опубл. 10.06.11, Бюл № 11. 7 с.
39. Кондуктометричний перетворювач біосенсора: пат. 77278 Україна: МПК G01N27/04, G01N27/28. № u 201208265; заявл. 06.07.12; опубл. 11.02.13 Бюл. №3. 6 с.
40. ДСТУ 4448:2005 Метрологія. Державна повірочна схема для засобів вимірювання електролітичної провідності рідин. Київ, ДП «УкрНДНЦ». 2006. 9 с.

ДОДАТОК Б

Копії документів про використання результатів наукових досліджень

ЗАТВЕРДЖУЮ
 Голова ДП «УКРМЕТРТЕСТСТАНДАРТ»
 Ю.В. Кузьменко
 2017 р.



АКТ

впровадження наукових результатів Міхалія О.О.

Цей акт складено про те, що в період з 1995 по 2016 рр. наукові результати Міхалія О.О. були використані під час розробки таких нових типів засобів вимірювальної техніки (ЗВТ), як: еталонні кондуктометричні мости змінного струму КМ-4Е та КМ-2Е; блок вимірювання температури БИТС; комплект (3 шт.) еталонних чотирьохелектродних кондукто-метричних комірок з розрахунковою константою, які були впроваджені в ДП «УКРМЕТРТЕСТСТАНДАРТ».

Під керівництвом Міхалія О.О. ці ЗВТ та відповідне програмне забезпечення були змонтовані та налагоджені в якості інформаційно-вимірювальної системи, що склала основу державного еталону одиниці електролітичної провідності. Міжнародні пілотні Р22, Р47, та ключові К36, К105 та інші звірення підтвердили, що за конструкцією та принципом дії державний еталон України не має аналогів у світі, а за метрологічними характеристиками знаходиться серед декількох найкращих еталонів провідних метрологічних інститутів, таких, NIST (США), РТВ (Німеччина), DFM (Данія) тощо.

Головні положення наукових досліджень викладені в спільних публікаціях:

1. Гаврилкин В.Г. Анализ погрешности определения константы первичной эталонной кондуктометрической ячейки / В.Г. Гаврилкин, В.Г. Глухенький, А.А. Михаль // Измерительная техника. – 2013 - №8. – С.63-67

2. Mikhal A.A., Warsza Z.L., Gavrylkin V.G. Metrological parameters of the four-electrode electrolytic conductivity standard. Przemyst chemiczny. n. 94/9, (2015), pp. 1593-1597, DOI: 10.15199/62.2015.9.34 (in Polish)

3. Mikhal A.A., Warsza Z.L., Gavrylkin V.G. Experimental evaluation of dynamic properties of the four electrode reference conductivity cells. Measurement Automation Monitoring, Oct. 2015, vol. 61, no. 10, pp 456-459

4. Mikhal A.A., Warsza Z.L., Gavrylkin V.G. Correction of the Influence of not Ideal Geometric Profile on the Constant of Primary Cell., J. Awrejcewicz et al. (eds.), Mechatronics: Ideas, Challenges, Solutions and Applications, Advances in Intelligent Systems and Computing 414, Springer (2016), pp. 239-251. DOI: 10.1007/978-3-319-26886-6_15

Директор Інституту № 2
 ДП «УКРМЕТРТЕСТСТАНДАРТ»

А.Б. Глебов

Начальник науково-виробничого відділу
 вимірювань фізико-хімічних величин

В.Г. Гаврилкін

ЗАТВЕРДЖУЮ

Директор Інституту
електродинаміки НАН України
академік НАН України

О.В. Кириленко

2018 р.

АКТ

впровадження результатів дисертаційної роботи Міхаля Олександра Олексійовича "РОЗВИТОК ТЕОРІЇ І ПРАКТИЧНА РЕАЛІЗАЦІЯ ІМІТАНСНИХ МЕТОДІВ ПЕРЕТВОРЕННЯ ДЛЯ ЕТАЛОННИХ ТЕРМО- ТА КОНДУКТОМЕТРИЧНИХ ВИМІРЮВАНЬ", яка представлена на здобуття наукового ступеня доктора технічних наук за спеціальністю 05.11.05 – прилади та методи вимірювання електричних та магнітних величин.

У відділі електричних і магнітних вимірювань ІЕД НАН України в період з 2005 р. по 2018 р. під керівництвом та за безпосередньої участі Міхаля О.О. були проведені науково-технічні дослідження направлені на розвиток теорії та практичну реалізацію імітансних методів перетворення, що забезпечують розрахунковість та лінійність коефіцієнтів перетворення, інваріантність до неінформативних параметрів, високу чутливість та завадостійкість. Наукові положення та результати досліджень відображені в дисертаційній роботі Міхаля О.О. і отримані здобувачем особисто в процесі виконання наступних науково-дослідних робіт з тематики фундаментальних досліджень НАН України та інших установ і підприємств: "Методи підвищення точності і швидкодії електромагнітних, оптоелектронних і віброакустичних вимірювальних перетворювачів та створення на цій основі базових апаратно-програмних засобів контролю і діагностики промислових об'єктів" ("Метрономіка"), № ДР 0102U000404; "Створення нових принципів побудови та прототипів серійноспроможних уніфікованих програмно-апаратних засобів вимірювання електромагнітних та інших фізичних величин для електроенергетичної галузі" ("Адаптація-2"), № ДР 0107U002516; "Високопродуктивні завадостійкі засоби створення, передачі та цифрової обробки сигналів вимірювальної інформації для систем безперервного моніторингу електроенергетичного устаткування" ("Завадостійкість"), № ДР 0111U009252; "Розробка базисних електронних інформаційно – вимірювальних систем термобіосенсорів" ("Біосенсор"), № ДР 0103U006713; "Кондуктометрична біосенсорна система для аналізу сахаридів у харчовій промисловості. Розробка та реалізація експериментального зразку біосенсорної кондуктометричної системи" ("Біосенсор 2"), № ДР 0107U003158, в цих темах здобувач був виконавцем відповідних розділів звіту; "Створення науково-методичної бази, підвищення точності кондуктометричних вимірювань" ("Диполь"), № ДР 0113U006533 - здобувач був відповідальним виконавцем теми, а з 2016 р. – науковий керівник теми.

До найбільш вагомих результатів відноситься наступне:

1. Сформульовані та вирішені три коло-польові задачі для фізичних моделей імпедансних термо- та кондуктометричних давачів; розроблені їх електричні еквівалентні схеми і математичні моделі; встановлено кількісний зв'язок між складовими похибки вимірювання і

параметрами основних факторів впливу, що дало змогу забезпечити розрахунковість функції перетворення термо- та кондуктометричних давачів з похибкою, яка відповідає вимогам еталонних вимірювань.

2. Створено новий вид вимірювальних кіл – коаксіальні подвійноекрановані трансформаторні кола, для чого використано поєднання методів магнітного та екіпотенційного захисту контурів виділення сигналу нерівноваги, що дало змогу забезпечити повну інваріантність перетворення до неінформативних внутрішніх та зовнішніх поперечних адмітансів.

3. Науково обґрунтовано використання багатоконтурних врівноважених мостових кіл для компенсації сигналів від неінформативних параметрів давачів, що дало змогу досягти повної інваріантності до неінформативних внутрішніх та зовнішніх поздовжніх опорів, які співрозмірні або перевищують інформативний параметр.

4. Розроблено новий метод перетворення параметрів диференційних кондуктометричних давачів, суть якого полягає в попередньому функціональному перетворенні імпедансів сенсорів в їх різницю, що дав змогу підвищити ступінь придушення впливу неінформативних параметрів давача та вимірювального середовища.

5. Розроблені нові методи визначення адитивної похибки та не лінійності прецизійних 6-7 декадних мостів змінного струму для вимірювання опору. Доведені можливості контролювати основні метрологічні характеристики еталонних засобів вимірювання опору на рівні 1-0,1 ppm.

6. Теоретично підтверджено обґрунтованість технічних рішень, використаних в державному еталоні електролітичної провідності, що забезпечили високі результати міжнародних звірянь.

Результати робіт підтверджені зареєстрованими заключними звітами, актами приймання результатів робіт та актами передачі експериментальних зразків створеної апаратури та документації.

Зав. відділу електричних і
магнітних вимірювань, д.т.н.

Вчений секретар відділу електричних і
магнітних вимірювань, к.т.н.



В.Г. Мельник



І.О. Брагинець



А К Т

использования результатов научных исследований

Мы, нижеподписавшиеся, директор НЦ-1 ННЦ «Институт метрологии» Слипушенко В.П., ведущий научный сотрудник НЦ-1 ННЦ «Институт метрологии» Иванова Е.П. составили настоящий акт в том, что результаты научных исследований Михалья А.А. в виде новых методов контроля аддитивной погрешности и нелинейности прецизионных термометрических мостов при отсутствии эталонных мер необходимой точности, а так же методов снижения погрешности шунтирования термопреобразователя сопротивления емкостью утечки измерительного кабеля были использованы при эксплуатации и метрологической поверке термометрического моста СА300. Термометрический мост СА300, разработанный под руководством Михалья А.А. эксплуатируется в ННЦ «Институт метрологии» с 2004 года в составе национального эталона единицы измерения температуры. Мост СА300 предназначен для измерения сопротивления эталонных платиновых термометров сопротивления. Результаты измерений были использованы при исследовании реперных точек, входящих в состав эталона ДЕТУ 06-05-98, при проведении международных сличений национальных эталонов единицы температуры: LNE-INM/CNAM (Франция), ВНИИМ (Российская Федерация), SMU (Словакия), ННЦ «Институт метрологии» (Украина), БелГИМ (Республика Беларусь), INIMET (Куба) по темам 395 (COOMET), 417 (COOMET), 714 (EUROMET). Тем самым подтверждены высокие метрологические характеристики моста. Основные положения новых методов изложены в открытой печати в следующих публикациях:

1. Михаль А.А., Мелешук Д.В., Душко А.А. Комбинированный метод измерения импеданса в термометрических мостах с вариационным уравниванием. // Технічна електродинаміка. - 2013 - №4.- С.88-92.
 2. Михаль А.А., Мелешук Д.В., Варша З.Л. Коаксиальный термометрический мост с эквипотенциальной защитой. // Технічна електродинаміка. - 2014 - №3.- С.86-90.
 3. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Simple Methods to Measure the Additive Error and Integral Nonlinearity of Precision Thermometric Bridges. Progress in Automation, Robotics and Measuring Techniques. (editors.: R. Szewczyk, C. Zieliński, M. Kaliczynska), vol. 3 "Measuring Techniques and Systems", vol. 352 of series "Advances in Intelligent Systems and Computing" Springer (2015) pp.147 -156.
 4. Пат. 60108 Україна, МПК G01R 27/02, G01R 17/00. Спосіб визначення адитивної складової похибки прецизійного засобу вимірювання електричного опору: Пат. 60108 Україна, МПК G01R 27/02, G01R 17/00/ О.О. Міхаль; ІЕД НАНУ № u 2010 13970; Заяв. 23.11.10; Опубл. 10.06.11 Бюл № 11, 8 с.
 5. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Bisection method for measuring Integral Nonlinearity of Precision Thermometry Bridges. International Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science, TEMPMEKO 2016. Zakopane, Poland, Book of Abstracts, p. 86
- Акт не является финансовым документом.

Директор НЦ-1
/должность/

/подпись/

В.П. Слипушенко
ФИО

Вед. науч. сотр. НЦ-1
/должность/

/подпись/

Е.П. Иванова
ФИО

УТВЕРЖДАЮ

Директор ООО

«НВК СПЕЦАВТОМАТИКА»



Е.Г. ГРАНАТКИНА

2017 г.

А К Т

внедрения результатов научно-исследовательских работ
ведущего научного сотрудника ГНПП «Спецавтоматика» НПК КИА
Михаля Александра Алексеевича.

Акт составлен на основании работ, которые Михаль А.А. выполнял в ГНПП «Спецавтоматика» в период 1995 – 2005 гг. НВК «Спецавтоматика» является фактически право приемником работ, выполняемых ГНПП «Спецавтоматика». Комиссия в составе к.т.б. Орнатского И.А., к.т.н. с.н.с. Латенко В.И., гл. бухгалтера Козлотиной Л.В. подтверждает, что Михаль А.А. в указанный период занимал должность ведущего научного сотрудника ГНПП «Спецавтоматика». Комиссия рассмотрела предоставленные Михалем А.А. материалы (отчеты х/д, оттиски статей, патентов, диплома с.н.с., выписки из трудовой книжки) и установила:

1. В 1995 -96 гг. Михаль А.А. являлся ответственным исполнителем работы по созданию кондуктометра КЦ-3С для определения зольности сахара. В этом приборе им были разработаны структурные и функциональные схемы прибора, принципиальные схемы измерительной цепи, методика метрологической аттестации. Михалем А.А. была отлажена вся экспериментальная партия приборов и проведена их метрологическая аттестация.

2. В 1995 -96 гг. он так же был одним из ответственных соисполнителей конкурсной темы с Морским агентством Украины, в соответствии с которой был разработан прецизионный кондуктометрический мост ЦК-002. Михаль А.А. разработал и исследовал методы подавления синфазного сигнала. Им разработан комплект документации и проведена наладка экспериментального образца. Мост передан для эксплуатации в Морской Гидрофизический Институт, г. Севастополь.

3. В 1997 -2001 гг. он являлся ответственным исполнителем по ряду договоров с УкрЦСМ г. Киев. Результатом работы стало создание информационно-измерительной системы в составе: прецизионный кондуктометр КМ-4Э для работы с четырех электродной ячейкой, комплект четырех электродных ячеек с расчетной константой, прецизионный кондуктометр КМ-2Э для работы с двух электродной ячейкой, блок измерения температуры и сопряжения с компьютером БИТС. В процессе работы Михалем были разработаны методы получения линейного отсчета в аномальных мостовых цепях со сравнением напряжения, методы коррекции ошибок вычисления константы ячейки, обусловленных технологией изготовления. Им подготовлены основные принципиальные схемы, технология изготовления составляющих и сборки ячеек с расчетной константой, методики метрологической аттестации, пользовательские интерфейсы и алгоритмы программ верхнего уровня для БИТС и всей системы. Система была передана УкрЦСМ, г. Киев и стала аппаратным обеспечением выходного эталона единицы электролитической проводимости жидкости. Впоследствии, после ряда международных сличений, этот эталон утвержден Госстандартом в качестве национального эталона Украины. По результатам этих работ в 2000 г. на основании решения ученого совета НПК Киевского института автоматизации Михалю А.А. было присвоено ученое звание старший научный сотрудник по специальности 05.13.05 «элементы и устройства вычислительной техники и систем управления».

4. В 1997 -2005 гг. он являлся главным конструктором по разработке и изготовлению прецизионного термометрического моста СА-300. В этом приборе Михаль А.А. разработал ме-

тоды коррекции погрешностей трансформаторной измерительной цепи, алгоритмы вариационного уравнивания моста. Им были разработаны структурные и функциональные схемы всего прибора, принципиальные схемы трансформаторной измерительной цепи с тесной индуктивной связью, пользовательский интерфейс и алгоритм программы верхнего уровня. Наладка функционирования основных узлов и метрологическая наладка экспериментальных образцов мостов производилась Михалем А.А. Под его руководством проводилась разработка комплекта конструкторской документации для Государственных приемочных испытаний. По результатам этих испытаний мост СА-300 был занесен в Государственный реестр средств измерительной техники под номером У1832-04 (сертификат утверждения типа № UA-MI/1-1466-2004). Один экземпляр моста СА-300 был передан НПО «Метрология», г. Харьков, где использовался в составе национального эталона единицы измерения температуры.

Члены комиссии:

ОРНАТСКИЙ И.А. к.т.н
ФИО


/подпись/

ЛАТЕНКО В.И. к.т.н. с.н.с
ФИО


/подпись/

КОЗЛИТИНА Л.В.
ФИО


/подпись/

ЗАТВЕРДЖУЮ



Заступник генерального директора
науково-метрологічної роботи
ННЦ "Інститут метрології"

О.В. Прокопов

2017 р.

АКТ

впровадження результатів науково-дослідної роботи

Чинний акт складено про те, що в Інституті електродинаміки НАН України колективом фахівців під керівництвом к.т.н. Міхаля О.О., згідно договору №538-16 «Розробка документації та налагодження вимірювача температури "Delta R"», *розроблено* та *передано* Національному науковому центру «Інститут метрології» (ННЦ «Інститут метрології») Мінекономрозвитку України м. Харків комплект технічної документації для виготовлення експериментального зразка вимірювача температури "Delta R" та результати експериментальних досліджень зразка вимірювача температури "Delta R".

Форма впровадження – експериментальний зразок вимірювача температури "Delta R", що використовується для вимірювання різниці температур в калориметрі Державного первинного еталону одиниці енергії згоряння ДЕТУ 06-04-97. Цей акт не є основою для фінансових розрахунків.

Директор наукового центру температурних
та оптичних вимірювань ННЦ «Інститут
метрології»

В.П. Сліпушенко

ДОДАТОК В

Копії документів про достовірність метрологічних характеристик ТК
приладів



**ДЕРЖАВНИЙ КОМІТЕТ УКРАЇНИ З ПИТАНЬ
ТЕХНІЧНОГО РЕГУЛЮВАННЯ ТА СПОЖИВЧОЇ ПОЛІТИКИ**

Серія А № 002734

 **СЕРТИФІКАТ ЗАТВЕРДЖЕННЯ**
типу засобів вимірювальної техніки

№ UA-MI/1-1466-2004 Виданий 16 березня 2004 р.

Цей сертифікат, виданий ДНВП "СПЕЦАВТОМАТИКА", м. Київ, засвідчує, що на підставі позитивних результатів державних приймальних випробувань Державним комітетом України з питань технічного регулювання та споживчої політики затверджено тип засобів вимірювальної техніки "Мости змінного струму термометричні автоматичні СА300-1, СА300-2", який зареєстровано в Державному реєстрі засобів вимірювальної техніки, допущених до застосування в Україні, за номером У1832-04.

Мости змінного струму термометричні автоматичні СА300-1, СА300-2 під час випуску з виробництва підлягають повірці.

Міжповірочний інтервал, встановлений під час затвердження типу, – не більше одного року.

  С.Т. Черенков

Заступник голови

ГАРАНТИЙНИЙ ТАЛОН

1. Заполняет предприятие изготовитель.

Кондуктометр КИ-3С зав. № 013

Дата изготовления 14.09.91

Подпись

Начальник ОТК

Мусакезный В.М.

ФИО

2. Заполняет предприятие.

Дата продажи:

Представитель предприятия

Самеужин А.А.

ФИО

Подпись

3.1. Предприятие гарантирует соответствие кондуктометра

характеристикам, описанным в техническом описании при сохранности пломб,

соблюдении потребителем условий эксплуатации, хранения и транспортировки.

3.2. Гарантийный срок эксплуатации - 12 месяцев со дня продажи. Гарантийный

срок хранения - 6 месяцев с момента изготовления.

3.3. Предприятие-изготовитель обязуется в течение гарантийного срока

отремонтировать кондуктометр, вышедший из строя, за счет предприятия или, по

согласованию с потребителем, заменить на аналогичную продукцию.



ДЕРЖАВНИЙ КОМІТЕТ СТАНДАРТИЗАЦІЇ, МЕТРОЛОГІЇ ТА СЕРТИФІКАЦІЇ УКРАЇНИ

Український державний науково-виробничий центр стандартизації,
метрології та сертифікації

(УкрЦСМ)

Агестат акредитації № ПК 001-99 від 22 лютого 1999р.

СВІДОЦТВО

про повірку робочого засобу виміральної техніки

№ 36-1/729

Чинне до 06.06.2003р

Кондуктометр - золотір КЦ-3С

назва засобу виміральної техніки, умовне позначення, заводський номер

заводський № 013

виготовлений (-а) ДНВП "Спецавтономашка", м. Київ

назва виробника

що налісжить

на підставі результатів повірки визнається прийнятним і допускається до застосування

згідно з Технічним описом, ГОСТ 8.292-84,

назва документа, що містить вимоги до метрологічних

характеристик та, за потреби, значення метрологічних характеристик

(клас, похибка, діапазон вимірювань тощо)

Константа копіїрки - 2,3804 м⁻¹ $\delta x = \pm 2\%$ $\delta x = \pm 3\%$ $\Delta t = \pm 0,2^\circ\text{C}$

Державний повірник

підпис

Нагібін С.М.

підпис, прізвище

Місце печатки або надпису
повірного тавра

Український державний науково-виробничий центр стандартизації, метрології та сертифікації (УкрЦСМ)

06 06 2003р

ДЕРЖАВНИЙ КОМПЕТЕТ УКРАЇНИ
ПО СТАНДАРТИЗАЦІЇ, МЕТРОЛОГІЇ ТА СЕРТИФІКАЦІЇ

УКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ НАУКОВО-ВИРОБНИЧИЙ ЦЕНТР СТАНДАРТИЗАЦІЇ, МЕТРОЛОГІЇ ТА СЕРТИФІКАЦІЇ (УкрІСМ)		УКРАЇНСЬКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННЫЙ ЦЕНТР СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ (УкрІСМ)	
Розумок 2609404 у Миколаївському відділі, Придніпровська обл., м. Кіровоград, МРБО 322175 Телефон: 131604 Метр Для тиснення: Метр 252143 Київ Метрологічний, 4 Телефон: 266 52 29		Розумок 2609404 у Миколаївському відділі, Придніпровська обл., м. Кіровоград, МРБО 322175 Телефон: 131604 Метр Для тиснення: Метр 252143 Київ Метрологічний, 4 Телефон: 266 52 29	

СВИДЕТЕЛЬСТВО
о метрологической аттестации

от 29.01.96г.

№36 - 348

кондуктометра лабораторного цифрового типа КЦ-3С № 001 1995 года выпуска, разработанного и представленного НПП "Спецавтоматика".

Кондуктометр предназначен для измерения удельной электрической проводимости /УЭП/ растворов электролитов, измерения массовой доли золы в сахаре в соответствии с ОСТУ 2317-93 и контроля температуры анализируемой среды.

Основные метрологические характеристики

1. Диапазон измерений:

- удельной электрической проводимости, мкСм/см. 0,2-3000;
 - массовой доли золы в сахаре, %. $18 \times 10^{-4} - 9 \times 10^{-1}$;
 - температуры анализируемой среды, °С. 15 - 30.
2. Пределы основной относительной погрешности при измерении:
- удельной электрической проводимости в диапазоне от 0,2 до 300,0 мкСм/см, %. $\pm 2 + 30 / \chi_{изм}$;
 - от 300 до 3000 мкСм/см, %. $\pm 2,0$;
 - массовой доли золы /X/ в сахаре, %. $\pm 3 + 0,01 / \chi_{изм}$.

где: $\chi_{изм}$ - измеренное значение массовой доли золы в сахаре, %
 $\chi_{изм}$ - измеренное значение УЭП.

3. Пределы основной абсолютной погрешности измерения температуры анализируемой среды, °С. $\pm 0,2$.

Условия эксплуатации: температура анализируемой среды, °С. 15-30
температура окружающего воздуха, °С. 10-35
относительная влажность воздуха, %. 30-80

По результатам метрологической аттестации /протокол №36- 348 от 29.01.96г./ кондуктометр типа КЦ-3С признан годным и допускается к применению. Проверку проводить согласно ГОСТ 8.294-84 и разделу 8 паспорта. Очередную поверку произвести не позднее 29.01.97г.

Заместитель директора С.А.Киладунозянц

ДЕРЖАВНИЙ КОМПЕТЕТ УКРАЇНИ
ПО СТАНДАРТИЗАЦІЇ, МЕТРОЛОГІЇ ТА СЕРТИФІКАЦІЇ

УКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ НАУКОВО-ВИРОБНИЧИЙ ЦЕНТР СТАНДАРТИЗАЦІЇ, МЕТРОЛОГІЇ ТА СЕРТИФІКАЦІЇ (УкрІСМ)		УКРАЇНСЬКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННЫЙ ЦЕНТР СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ (УкрІСМ)	
Розумок 2609404 у Миколаївському відділі, Придніпровська обл., м. Кіровоград, МРБО 322175 Телефон: 131604 Метр Для тиснення: Метр 252143 Київ Метрологічний, 4 Телефон: 266 52 29		Розумок 2609404 у Миколаївському відділі, Придніпровська обл., м. Кіровоград, МРБО 322175 Телефон: 131604 Метр Для тиснення: Метр 252143 Київ Метрологічний, 4 Телефон: 266 52 29	

СВИДЕТЕЛЬСТВО
о метрологической аттестации

от 29.01.96г.

№36 - 349

кондуктометра лабораторного цифрового типа КЦ-3С № 002 1995 года выпуска, разработанного и представленного НПП "Спецавтоматика".

Кондуктометр предназначен для измерения удельной электрической проводимости /УЭП/ растворов электролитов, измерения массовой доли золы в сахаре в соответствии с ОСТУ 2317-93 и контроля температуры анализируемой среды.

Основные метрологические характеристики

1. Диапазон измерений:

- удельной электрической проводимости, мкСм/см. 0,2-3000;
 - массовой доли золы в сахаре, %. $18 \times 10^{-4} - 9 \times 10^{-1}$;
 - температуры анализируемой среды, °С. 15 - 30.
2. Пределы основной относительной погрешности при измерении:
- удельной электрической проводимости в диапазоне от 0,2 до 300,0 мкСм/см, %. $\pm 2 + 30 / \chi_{изм}$;
 - от 300 до 3000 мкСм/см, %. $\pm 2,0$;
 - массовой доли золы /X/ в сахаре, %. $\pm 3 + 0,01 / \chi_{изм}$.

где: $\chi_{изм}$ - измеренное значение массовой доли золы в сахаре, %
 $\chi_{изм}$ - измеренное значение УЭП.

3. Пределы основной абсолютной погрешности измерения температуры анализируемой среды, °С. $\pm 0,2$.

Условия эксплуатации: температура анализируемой среды, °С. 15-30;
температура окружающего воздуха, °С. 10-35;
относительная влажность воздуха, %. 30-80.

По результатам метрологической аттестации /протокол №36- 349 от 29.01.96г./ кондуктометр типа КЦ-3С признан годным и допускается к применению. Проверку проводить согласно ГОСТ 8.294-84 и разделу 8 паспорта. Очередную поверку произвести не позднее 29.01.97г.

Заместитель директора С.А.Киладунозянц

Результаты метрологических исследований

Наименование метрологических характеристик	Полученное значение: метрологических характеристик	Тип, разряд образцовых СИ, применявшихся при определении метрологических характеристик
I. Диапазон измерений:		
-удельной электрической проводимости, мкСм/см	0,2 до 3000	Образцовый кондуктометр типа КЛ-4, кл. 0,25
-массовой доли золы в сахаре, %	18×10^{-4} до 9×10^{-1}	ТЛ-4, ГОСТ 5.2156-74
-температуры анализируемой среды, °С	15 до 30	
2. Основная относительная погрешность при измерении:		
-удельной электрической проводимости в диапазоне:		
от 0,2 до 300,0 мкСм/см, %	0,35	
от 300 до 3000 мкСм/см, %	+ 1,3	
-массовой доли золы в сахаре, %	0,25	
Основная абсолютная погрешность измерения температуры анализируемой среды, °С	+ 0,1	
K = 2,3610		

Начальник отдела *Дав* Л.С. Балаховцева

Результаты метрологических исследований

Наименование метрологических характеристик	Полученное значение: метрологических характеристик	Тип, разряд образцовых СИ, применявшихся при определении метрологических характеристик
I. Диапазон измерений:		
-удельной электрической проводимости, мкСм/см	0,2 до 3000	Образцовый кондуктометр типа КЛ-4, кл. 0,25
-массовой доли золы в сахаре, %	18×10^{-4} до 9×10^{-1}	ТЛ-4, ГОСТ 5.2156-74
-температуры анализируемой среды, °С	15 до 30	
2. Основная относительная погрешность при измерении:		
-удельной электрической проводимости в диапазоне:		
от 0,2 до 300,0 мкСм/см, %	0,35	
от 300 до 3000 мкСм/см, %	+ 1,4	
-массовой доли золы в сахаре, %	0,25	
Основная абсолютная погрешность измерения температуры анализируемой среды, °С	+ 0,11	
K = 2,3462		

Начальник отдела *Дав* Л.С. Балаховцева

Заключение

о возможности использования прибора типа КЦ-ЭС
для измерения содержания золы в сахаре

На основании испытаний экспериментального образца прибора КЦ-ЭС было установлено, что он имеет точностные характеристики, которые дают возможность использовать его для измерения содержания золы в сахаре.

Рекомендовано доработать прибор в части улучшения внешнего вида, крепления измерительных датчиков и предусмотрения режима проверки работоспособности прибора в период эксплуатации.

Приложение: протокол испытаний на 6 с.

Генеральный директор
НПО "Сахар", д.т.н. академик



В.О.Штангеев

ДОДАТОК Д

Протокол міжнародних ключових (К36) звірянь еталонів одиниці ЕП національних метрологічних інститутів провідних країн світу



DANSK FUNDAMENTAL METROLOGI • DANISH FUNDAMENTAL METROLOGY

Final report on CCQM-K36

Hans D. Jensen
Danish Fundamental Metrology,
Matematiktorvet 307,
DK-2800 Kgs. Lyngby

Abstract:

Results of CCQM Key Comparison K36, 'Electrolytic conductivity at 0,5 S/m and 5 mS/m' are reported. Good agreement is found between the majority of participants.

Subject field

Amount of substance.

Subject

Electrolytic conductivity: 0,5 S/m (KCl in water) (K36.a) and 5 mS/m (HCl in water) (K36.b).

Participants and acronyms

Acronym	Participant	Country
CENAM	Centro Nacional de Metrologia	Mexico
CMI	Czech Metrology Institute	Czech Republic
DFM	Danish Fundamental Metrology	Denmark
GUM	Główny Urząd Miar/Central Office of Measures	Poland
IEN	Istituto Elettrotecnico Nazionale "Galileo Ferraris"	Italy
INMETRO	Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial	Brazil
INPL	The National Physical Laboratory of Israel	Israel
NIST	National Institute of Standards and Technology	USA
OMH	Országos Mérésügyi Hivatal/National Office of Measures	Hungary
PTB	Physikalisch-Technische Bundesanstalt	Germany
SMU	Slovenský Metrologický Ústav/Slovak Institute of Metrology	Slovakia
SP	Swedish National Testing and Research Institute	Sweden
Ukrmetteststandart	All-Ukrainian State Research and Production Centre for Standardization, Metrology, Certification and Consumers' Rights Protection	Ukraine
VNIIFTRI	National scientific and Research Institute for Physical-Technical and Radiotechnical Measurements	Russia

Table of content

Subject field	1
Subject.....	1
Participants and acronyms	1
1 Comparison background	3
2 Schedule.....	3
3 Sample preparation	3
3.1 The 0,5 S/m solution, CCQM-K36.a.....	4
3.2 The 5 mS/m solution, CCQM-K36.b.....	4
3.3 Shipment and travel events.....	4
4 Characterisation	5
4.1 CCQM-K36.a, 0,5 S/m	5
4.2 CCQM-K36.b, 5 mS/m.....	5
5 Participants results.....	6
5.1 Communication with the participants	6
5.2 Communication after circulation of Draft A	7
6 Reported results and analysis.....	7
6.1 Reference value, 0,5 S/m (K36.a)	8
6.2 Plots for 0,5 S/m (K36.a).....	9
6.3 Degrees of Equivalence, 0,5 S/m (K36.a).....	10
6.4 Reference value, 5 mS/m (K36.b)	11
6.5 Plots for 5 mS/m (K36.b).....	12
6.6 Degrees of Equivalence, 5 mS/m (K36.b).....	13
7 Further results	14
7.1 Dispersion versus bottle number / filling sequence.....	14
7.2 Comparison on measurement methods and traceability	14
7.3 Uncertainty evaluation details	16
8 Conclusions	16

1 Comparison background

Two pilot comparisons have been organised by the Consultative Committee on the Quantity of Matter Working Group on Electrochemical Analysis (CCQM-WGEA) in the field of electrolytic conductivity: In 2001 the pilot study CCQM-P22 at the values 1,28 S/m and 0,1 S/m and in 2003 the study CCQM-P47 at the values 50 mS/m and 5 mS/m.

At the 9th meeting of the CCQM in 2003 it was decided to initiate a Key Comparison in the field, designated K36. The key comparison was to encompass the quantity in the two ranges of interest: A high value appropriate for standard reference solutions, clinical and process control use, and a low value appropriate for, or at least as near as practically possible, the use for pure water characterisation. The values 0,5 S/m and 5 mS/m were chosen as representative values for the two ranges.

At the April meeting 2004 of CCQM-WGEA Danish Fundamental Metrology (DFM) agreed to act as organising laboratory, and NIST and PTB was appointed as supporting laboratories.

2 Schedule

Details on the comparison procedure and the preliminary schedule were discussed at the meeting of the CCQM-WGEA at BIPM in Paris, 11 April 2005.

The draft protocol was circulated together with the invitation on 28 April 2005, and replies received soon thereafter. CMI was not on the initial distribution list, but received, and accepted, the invitation at the end of June.

Samples were prepared during the latter half of May and the first half of June 2005, initial characterisation was performed by the end of June 2005, and the samples distributed in mid-July 2005.

Measurements were performed in the participating laboratories during July–September 2005.

All measurement reports were sent to the organising laboratory by the deadline 15 September 2005, except for GUM who reported values by email and with the agreement of the organising laboratory submitted a full report by the end of September.

The Draft A report was distributed in the beginning of October 2005 and discussed at the CCQM WGEA meeting hosted by BAM in Berlin, 19 October 2005. Among the points of discussion was the establishment of the Key Comparison Reference Value (KCRV). The Draft A report presented three models for the KCRV, and it was the consensus of the participants to use a KCRV derived from the measurement results which formed a consistent set on a 95 % confidence level combined with an uncertainty contribution for the inherent dispersion of property values in the samples distributed. It was noted, that the three different models for the KCRV did not change the qualitative result of the comparison and only slightly shifted the derived Degrees of Equivalence.

Comments from the participants, including clarifications on calculation mistakes were received during November and December 2005.

The Draft B report was presented at the CCQM WGEA meeting in Paris, 4 April 2006. Among the point of discussion was the handling of revised uncertainties in respect to the calculation of the KCRV and the Degrees of Equivalence. At the CCQM meeting immediately following the WGEA meeting it was pointed out, that Degrees of Equivalence must be reported based on the originally reported results from the participating laboratories, but that the reference value may be calculated using the best available data.

An error in the value for the standard uncertainty for GUM, Poland, in K36.b was uncovered during CMC claims review in 2010. The present report contains corrected data.

3 Sample preparation

The two solutions were prepared, one by SMU, 5 mS/m – HCl in water, and one by DFM, 0,5 S/m – KCl in water.

3.1 The 0,5 S/m solution, CCQM-K36.a

The solution preparation was initiated at the end of May. The solution was mixed in a 25 litre plastic container from about 25 kg water tapped from a Millipore Milli Q Gradient A10 water purifier and approximately 70,9 g potassium chloride. The water had initial conductivity less than 40 $\mu\text{S/m}$. The potassium chloride was Merck Suprapur[®] with a nominal purity of 99,999 %. The potassium chloride was dried in an oven for 4 hours at 500 °C and stored in a desiccator before being used for the solution.

The solution was mixed using a motorised propeller for about one week. During the mixing some litres was tapped off and reinserted into the container.

A sufficient number of 500 ml Schott DURAN glass bottles from the same manufacturing batch was rinsed thoroughly several times in deionised water, soaked in deionised water for 48 hours and dried at room temperature in a laboratory ventilation hood for 24 hours.

The dry bottles were filled in sequence, closed with the cap, labelled, tightened and sealed with a strip of parafilm. A total of 44 samples were prepared. The bottles were weighed initially and left to settle for two weeks. During this time, the initial characterisation measurements were performed. The bottles were then weighed again and packed for shipment together with samples from solution CCQM-K36.b.

3.2 The 5 mS/m solution, CCQM-K36.b

The solution preparation was initiated at the end of May. The solution was prepared in 25 L HDPE container. Hydrochloric acid (3.0361 g, 0.999017 mol/kg solution) was added into the container and deionised water was added until the balance reading was 25 kg. The solution was homogenized manually by rocking the bottle for about 15 minutes.

A sufficient number of 500 ml Nalgene HDPE bottles was rinsed several times by deionised water and dried at 60°C in a drying oven. The dry bottles were quickly filled in sequence, closed with the cap, labelled, and tightened. The samples for homogeneity check were taken at the start of filling and at its end.

A total of 45 samples were prepared. The bottles were weighed and each bottle was sealed in a bag of Mylar type TEN AL/111S foil produced by Chemosvit in Slovakia. 40 bottles were shipped from Slovakia on 20 June and received at DFM on 22 June. The remaining 5 bottles were used for stability measurements. Initial characterisation measurements were performed at DFM 24–27 June, and the stability of the samples was monitored by SMU over the course of the comparison.

3.3 Shipment and travel events

All samples were shipped on July 8th. Most laboratories reported receipt of samples by July 20th. However, samples had seemed to disappear en route to CENAM, and replacement samples were shipped 3 August 2005.

Ukrmetrteststandart reported a significant mass loss, about 1 g, in one sample, and a replacement sample was sent 29 August 2005. Shipment was late to SP who did not receive samples until 19 August.

INPL reported a mass loss in one bottle of 0,33 g and did not perform measurements on that sample. Other reports of mass loss were below 0,15 g.

When several laboratories did not confirm receipt of samples by 27 July a complaint was filed with the parcel service and attempts to track the parcels initiated. However, after direct contact to the laboratories it was found that parcels had in fact been received, but without a note given to the organising laboratory.

NCM reported in mid September, that technical difficulties prevented that results could be submitted.

4 Characterisation

From each batch, three bottles were taken, one from each end and one from the middle of the filling sequence. Further samples from the batch were measured during the comparison to assess the stability. The bottles were measured in the DFM setup with the results reported below. During measurements, the variation in CO₂ partial pressure in the laboratory during measurement was within ± 10 ppm-vol, and the pressure variation was (1010 ± 10) hPa.

4.1 CCQM-K36.a, 0,5 S/m

The 0,5 S/m solution was measured using the procedure specified in the DFM measurement report, and the following values found:

Measurements by the coordinating laboratory, 0,5 S/m				
Date	Sample	κ (S/m)	$s(\kappa)$ (S/m)	n
2005-06-21	bottle #1	0,506885	$1,0 \times 10^{-5}$	30
2005-06-22	bottle #22	0,506882	$1,4 \times 10^{-5}$	103
2005-06-22	bottle #44	0,506916	$1,2 \times 10^{-5}$	39
2005-08-16	bottle #29	0,507089	$1,3 \times 10^{-5}$	132
2005-08-17	bottle #19	0,507080	$1,2 \times 10^{-5}$	163
2005-09-30	bottle #39	0,507147	$1,5 \times 10^{-5}$	114

The experimental standard deviation of the three initial measurements is $1,87 \times 10^{-5}$ S/m. From this observed experimental standard deviation it is possible to derive an estimate of the standard deviation of the conductivity values of the samples of the batch, i.e. an estimate for the spread of the conductivity values of all the individual samples in the batch. In the case of three measured samples, a multiplier of 2,61 on the experimental standard deviation gives the desired estimate under the assumption, that the conductivity values are normally distributed. This "Single Sample" standard deviation of the conductivity value is thus estimated as:

$$\sigma_{SS} = 4,9 \times 10^{-5} \text{ S/m}$$

The single sample standard deviation was found low enough (less than one half of the expected lowest measurement uncertainty) that further initial measurements was not performed.

4.2 CCQM-K36.b, 5 mS/m

The 5 mS/m solution by DFM and by SMU. The drift of the conductivity value over the measurement time was compensated by extrapolating the results back to the time of the final filling of the measurement cell.

The results obtained at DFM are:

Measurements by DFM, 5 mS/m				
Date	Sample	κ (mS/m)	$s(\kappa)$ (mS/m)	n
2005-06-24	bottle #1	5,12333	$2,1 \times 10^{-4}$	57
2005-06-24	bottle #22	5,12282	$2,2 \times 10^{-4}$	61
2005-06-27	bottle #40	5,12376	$1,9 \times 10^{-4}$	50
2005-09-20	bottle #13	5,12468	$2,1 \times 10^{-4}$	61
2005-09-21	bottle #29	5,12498	$2,0 \times 10^{-4}$	40

The results obtained at SMU are:

Measurements by SMU, 5 mS/m				
Date	Sample	κ (mS/m)	$s(\kappa)$ (mS/m)	n
2005-07-04	bottle #41	5,1243	4×10^{-4}	3
2005-07-19	bottle #42	5,1248	6×10^{-4}	3
2005-09-20	bottle #43	5,1256	4×10^{-4}	3
2005-09-26	bottle #44	5,1258	4×10^{-4}	3
2005-10-03	bottle #45	5,1261	3×10^{-4}	3

The experimental standard deviation of the three initial measurements is $4,74 \times 10^{-4}$ mS/m. The standard deviation of the single sample conductivity value is then estimated as:

$$\sigma_{ss} = 1,2 \times 10^{-3} \text{ mS/m}$$

The single sample standard deviation was found low enough that no further initial measurements were performed.

After the completion of the comparison, the dispersion was estimated from the standard deviation of the residuals of a linear regression from the DFM and SMU results, found as $5,19 \times 10^{-4}$ mS/m, with 11 measurements. The estimate of the standard deviation of the single-sample deviation then becomes $6,1 \times 10^{-4}$ mS/m. This value is used as the uncertainty contribution to the reference value due to stability and dispersion of the property value.

5 Participants results

Participants reported their results in the period from end of July to end of September.

Acknowledgement of receipt of the report was sent to the laboratories soon after receipt. Results were collected and analysed as their were reported, to monitor the progress and stability of the distributed samples.

5.1 Communication with the participants

When reported results were found anomalous or “suspicious”, e.g reported uncertainties much higher than expected, probable typing errors or reported values in significant disagreement with other results, a message was sent to the laboratory with a request to recheck reported values. No information on sign or magnitude, other than specified below, was given to the participants.

The following feedback was given:

CMI: Some reported values and uncertainties seemed to be off by a factor of 10, i.e. probable typing errors for exponents. A revised report was submitted.

NIST: The reported uncertainty for the 5 mS/m seemed large. The laboratory subsequently reported a miscalculation of the uncertainty due to CO_2 . A revised report was submitted.

VNIIFTRI: Reported values for both solutions differed significantly from other reported results, and a request to recheck measurements was sent.

CENAM: Reported values for both solutions differed significantly from other reported results, and a request to recheck measurements was sent.

OMH: Reported values for 5 mS/m differed significantly from other reported results, and a request to recheck measurements was sent. The laboratory reported no problems found.

5.2 Communication after circulation of Draft A

In response to the discussion of the Draft A report at the CCQM-WGEA meeting in Berlin, October 2005, on issues concerning uncertainty evaluation and quantification of certain influence factors, especially temperature, three laboratories, CMI, INPL and INMETRO submitted revised uncertainty budgets. Because the new uncertainty values had been calculated more in line with the approach of the majority of laboratories, the revised uncertainties were used in the calculation of the KCRV, as specified below.

6 Reported results and analysis

The rules of Key Comparison specify, that a Key Comparison Reference Value must be derived against which the participants' results are compared, and a Degree of Equivalence of each laboratory must be inferred. On the basis of previous results obtained in the pilot studies, P22 and P47, it is found that the reported results and uncertainties are sufficiently well-founded, that a reference value derived from the reported results is possible.

To derive a reference value from the reported results, it is necessary to set up a model. The JCRB working group has suggested several possible models, e.g. a constant value, a value subject to a linear drift over time, a constant value with an inherent stability, and others. When an appropriate model has been selected, it is possible to derive the parameters of the model from a least squares fit against the input data; the reported results. When the fitted values are obtained, it is then possible to calculate the reference value, its uncertainty, and the absolute and relative deviations of the participants' results to the reference value and the associated uncertainty, and perform statistical tests on whether the model is consistent with the data.

The appropriate model was discussed during the CCQM WGEA meeting in Berlin, October 2005. In the Draft A report an analysis was presented, in which three possible models were explored:

1. The reference value is constant and stable.
2. The reference value is constant, but there is a dispersion of property values of the samples distributed or there is an inherent instability. This quantity is characterised by a standard uncertainty assigned to the property value being measured.
3. The reference value is subject to linear drift over time, as well as an inherent dispersion/instability.

Analysis showed, that no statistically significant drift could be assigned to the property values of the samples over the time of the comparison. Hence, it was decided to base the KCRV on model 2:

$$\kappa_{ref} = \kappa_0 + \delta\kappa; \quad \delta\kappa \in N(0, \sigma_{ss}^2)$$

The reference value was thus based on a set of results reported by the participants that forms a consistent set, i.e. where the model for the reference value based on the set of data cannot be rejected from a Chi-square test at 5% confidence. For the analysis, the normalised deviation defined as

$$d = \frac{\kappa_{lab} - \kappa_{ref}}{u(\kappa_{lab} - \kappa_{ref})}$$

was used to identify values not consistent with the model. The Degree of Equivalence and its associated uncertainty is given as

$$D = \kappa_{lab} - \kappa_{ref}, \quad U = 2u(\kappa_{lab} - \kappa_{ref}).$$

To form the consistent set, all reported results were initially included in the analysis, and then the value with the highest normalised deviation was removed from the set, until consistency (Chi-square test with probability larger than 5%) was reached.

In the case where a participant reported more than one measurement value and did not submit a final summary result, the average of the reported results was used for the main comparison result.

6.1 Reference value, 0,5 S/m (K36.a)

The reference value was found from a consistent set of reported results as described above. Basically, the reference value is calculated as the weighted average of the set of results with a normalised deviation less than approximately 2,0. The weight factor is the inverse of the square of the reported standard uncertainty combined with the variance of the dispersion assigned to the property values.

The dispersion of the property value among the samples measured was determined from the observed experimental standard deviation of the results of the coordinating laboratory DFM, see section 4.1. The value is $\sigma_{ss} = 4,9 \times 10^{-5}$ mS/m.

The following table shows the reported results, and the resulting reference value, uncertainty of the reference value and the normalised deviation of the reported result to the reference value.

Reported values (S/m)				KCRV (S/m)		
<i>lab</i>	<i>t</i>	<i>y</i>	<i>u(y)</i>	<i>y_{ref}</i>	<i>u(y_{ref})</i>	<i>d</i>
VMIFTRI	2005-08-12	0,50273	0,00010	0,506992	0,000072	-34,6
INMETRO	2005-08-08	0,50420	0,00055			-5,0
SP	2005-08-24	0,50610	0,00070			-1,3
GUM	2005-08-01	0,50668	0,00025			-1,3
IEN	2005-07-19	0,50677	0,00037			-0,6
SMU	2005-07-19	0,50684	0,00022			-0,7
OMH	2005-07-21	0,50689	0,00010			-1,0
UkrCSM	2005-09-06	0,50697	0,00011			-0,2
INPL	2005-08-31	0,50700	0,00021			0,0
DFM	2005-08-17	0,50708	0,00011			0,9
NIST	2005-08-17	0,50714	0,00011			1,4
PTB	2005-08-10	0,50729	0,00028			1,1
CMI	2005-07-26	0,51095	0,00365			1,1
CENAM	2005-09-04	0,51097	0,00050			7,9

*

The statistics of the analysis are:

Chi-square value found, $\chi^2 = 10,5$

Degrees of freedom, $\nu = 11$

Ratio, $\chi^2/\nu = 0,957$

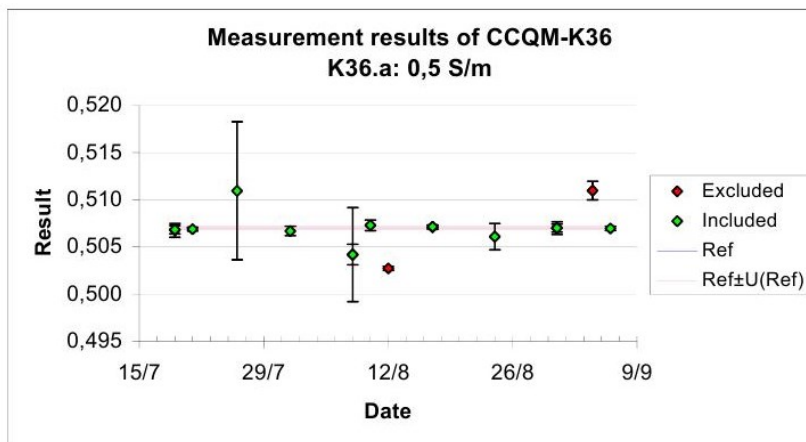
Consistency accepted, as $\Pr\{\chi^2/\nu > 0,957\} = 48,3 \% > 5 \%$

From the analysis three results, with *d*-values marked in red, were found not to form part of a consistent set at a 95% confidence level, and are thus considered discrepant.

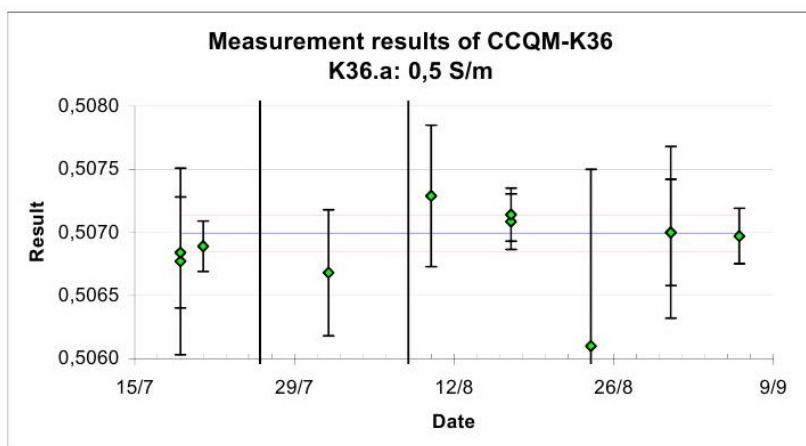
After discussions, INPL and INMETRO submitted revised uncertainty calculations. The revised standard uncertainties were $u_{\text{INPL}} = 0,00034$ mS/m and $u_{\text{INMETRO}} = 0,0025$ mS/m. The revised uncertainties were used in the calculation of the KCRV

* In this and the following tables Ukrmetrteststandart is identified as UkrCSM.

6.2 Plots for 0,5 S/m (K36.a)



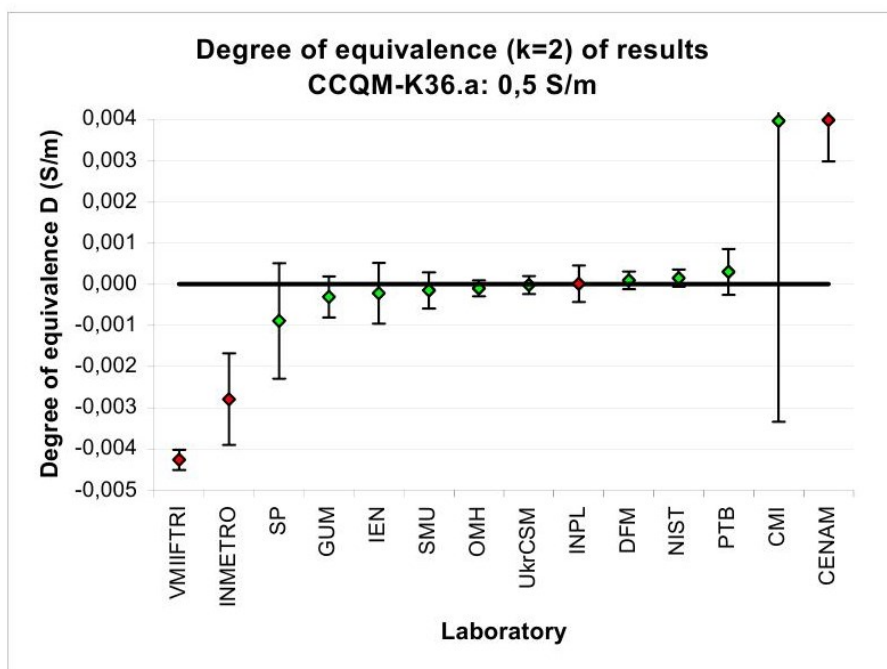
The measurement results reported by the participants (expanded uncertainties, $k = 2$).



A zoom of the central region around the reference value (expanded uncertainties, $k = 2$).

6.3 Degrees of Equivalence, 0,5 S/m (K36.a)

	<i>D</i>	<i>U(D)</i>
<i>Lab ID</i>	S/m	S/m
VMIFTRI	-0,00426	0,00025
INMETRO	-0,0028	0,0011
SP	-0,0009	0,0014
GUM	-0,00031	0,00050
IEN	-0,00022	0,00074
SMU	-0,00015	0,00044
OMH	-0,00010	0,00020
UkrCSM	-0,00002	0,00022
INPL	0,00001	0,00044
DFM	0,00009	0,00022
NIST	0,00015	0,00021
PTB	0,00030	0,00056
CMI	0,0040	0,0073
CENAM	0,0040	0,0010



6.4 Reference value, 5 mS/m (K36.b)

The reference value was found from a consistent set of reported results as described above. Basically, the reference value is calculated as the weighted average of the set of results which all give a normalised deviation less than approximately 2,0. The weight used is the inverse of the square of the reported standard uncertainty combined with the variance of the dispersion assigned to the property values.

The dispersion of the property value among the samples measured was determined from the observed experimental standard deviation of the results of the coordinating laboratories DFM and SMU, see section 4.1. The value is $\sigma_{ss} = 6,1 \times 10^{-4}$ mS/m.

The following table shows the reported results, and the resulting reference value, uncertainty of the reference value and the normalised deviation of the reported result to the reference value.

Reported values (mS/m)				KCRV (mS/m)		
<i>lab</i>	<i>t</i>	<i>y</i>	<i>u</i> (<i>y</i>)	<i>y_{ref}</i>	<i>u</i> (<i>y_{ref}</i>)	<i>d</i>
VNIIFTRI	2005-08-15	4,9810	0,0019	5,1235	0,0011	-64,3
CMI	2005-07-26	5,019	0,075			-1,4
CENAM	2005-09-07	5,040	0,021			-4,0
OMH	2005-07-18	5,0401	0,0017			-40,7
INMETRO	2005-08-09	5,100	0,060			-0,4
GUM	2005-07-30	5,1075	0,0075			-2,1
PTB	2005-08-04	5,1136	0,0063			-1,6
UkrCSM	2005-08-02	5,1166	0,0031			-2,1
INPL	2005-08-30	5,1170	0,0033			-1,9
DFM	2005-07-27	5,1239	0,0012			0,5
SMU	2005-07-19	5,1245	0,0022			0,5
NIST	2005-08-15	5,1250	0,0020			0,8
IEN	2005-07-15	5,130	0,019			0,3
SP	2005-08-26	5,155	0,018			1,8

The statistics of the analysis are:

Chi-square value found, $\chi^2 = 15,3$

Degrees of freedom, $\nu = 9$

Ratio, $\chi^2/\nu = 1,70$

Consistency accepted, as $\Pr\{\chi^2/\nu > 1,70\} = 8,3\% > 5\%$

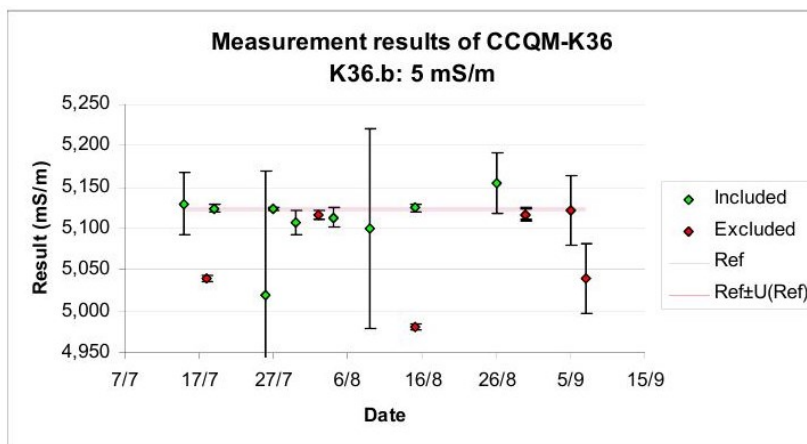
From the analysis four results, with *d*-values marked in red, were found not to form part of the consistent set at a 95% confidence level, and are thus considered discrepant.

After discussions with INPL, a revised uncertainty calculation was submitted. The revised standard uncertainty was $u_{\text{INPL}} = 0,0043$ mS/m, this value was used in the calculation of the KCRV

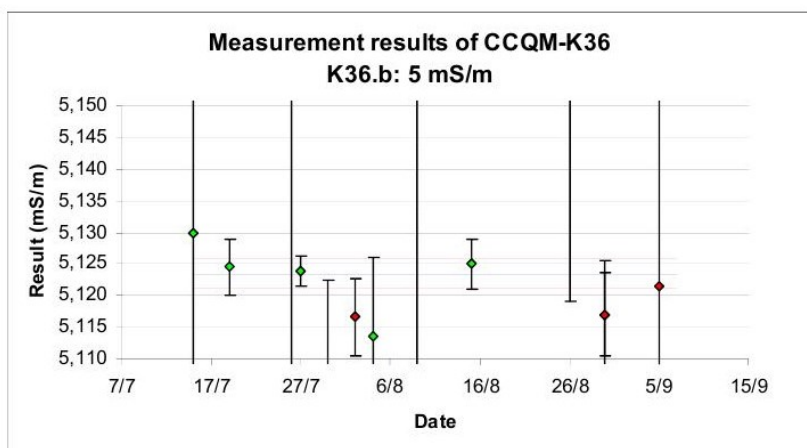
After the distribution of Draft A OMH reported measurements on a second sample in a different measurement cell and reported a value $(5,1216 \pm 0,042)$ mS/m. This value, however, was not used in the evaluation of the KCRV.

In 2010, a typing mistake was found in the value for the uncertainty of GUM, Poland. In the table above the corrected value is used. The correction causes the value of UkrCMS to fall outside the consistent set, and has thus been excluded from the calculation of the KCRV. There are no other qualitative effects.

6.5 Plots for 5 mS/m (K36.b)



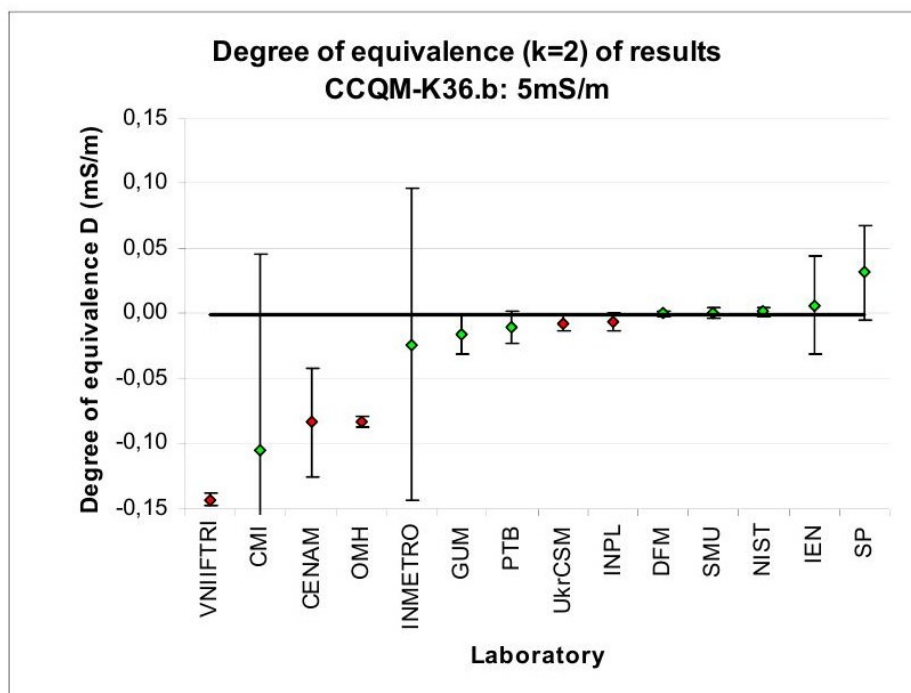
The measurement results reported by the participants (expanded uncertainties, $k = 2$).



A zoom of the central region around the reference value (expanded uncertainties, $k = 2$).

6.6 Degrees of Equivalence, 5 mS/m (K36.b)

	<i>D</i>	<i>U(D)</i>
<i>Lab ID</i>	mS/m	mS/m
VNIIFTRI	-0,1425	0,0044
CMI	-0,10	0,15
CENAM	-0,083	0,042
OMH	-0,0834	0,0041
INMETRO	-0,02	0,12
GUM	-0,016	0,015
PTB	-0,010	0,013
UkrCSM	-0,0069	0,0066
INPL	-0,0065	0,0070
DFM	0,0004	0,0019
SMU	0,0010	0,0041
NIST	0,0015	0,0037
IEN	0,007	0,038
SP	0,032	0,036

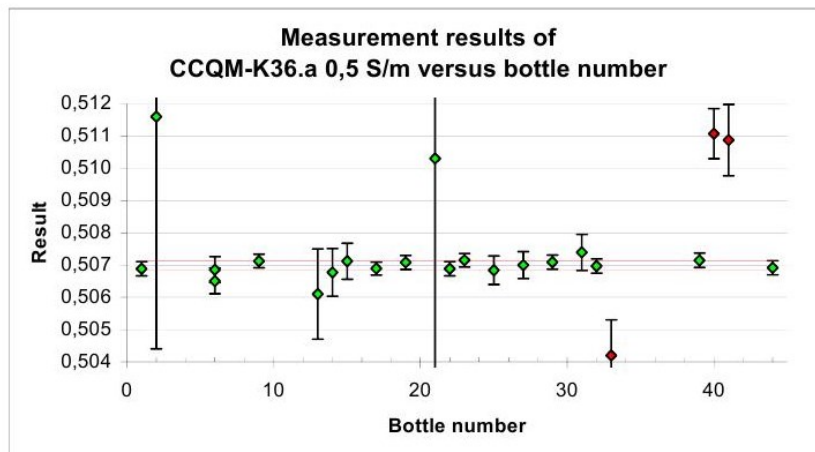


7 Further results

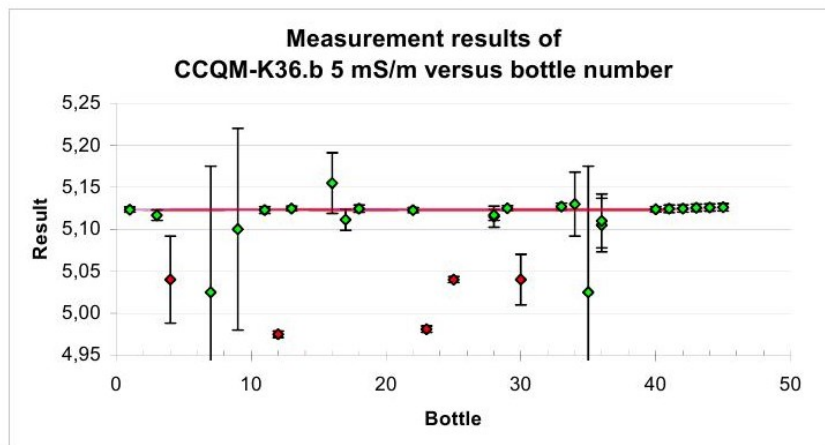
7.1 Dispersion versus bottle number / filling sequence

From the individual measurement results reported per bottle versus the bottle number showed no significant correlation.

For the 0,5 S/m solution in glass bottles: (uncertainties are $k = 2$)



For the 5 mS/m solution in HDPE bottles: (uncertainties are $k = 2$)



7.2 Comparison on measurement methods and traceability

An attempt was made by the coordinating laboratory to compare the magnitude of the same basic uncertainty contributions to the reported results of the participating laboratories. In the table given below is shown the relative contribution of each of the main uncertainty components to the combined uncertainty from

1. Cell constant
2. Impedance measurement
3. Temperature measurement and compensation
4. Repeatability/reproducibility/stability
5. CO₂ contribution

7.2.1 Comparison table for 0,5 S/m

CCQM-K36.a 0,5 S/m		Relative uncertainty contribution					
Lab	Traceability	Cell	Imp/res	Temp	Reprod	CO2	Combined
CENAM	Piston cell	0,031%	0,030%	0,021%	0,090%		0,102%
CMI	Differential cell	0,005%	0,000%	0,000%	0,760%	0,000%	0,760%
DFM	Differential cell	0,018%	0,009%	0,010%	0,001%	0,001%	0,023%
GUM	CRM; NIST	0,041%	0,015%	0,010%	0,004%	0,000%	0,045%
IEN	Differential cell	0,001%	0,045%	0,012%	0,057%	0,001%	0,073%
INMETRO	CRM; NIST	0,071%	0,006%	0,458%	0,072%		0,469%
INPL	CRM; Radiometer	0,040%	0,004%	0,054%	0,013%	0,002%	0,069%
NIST	IUPAC calibrant	0,017%	0,006%	0,009%	0,004%	0,006%	0,021%
OMH	OIML calibrant	0,017%	0,011%	0,003%			0,020%
PTB	Piston cell	0,007%	0,048%	0,010%	0,024%	0,000%	0,055%
SMU	OIML calibrant	0,036%	0,020%	0,012%	0,004%		0,043%
SP	IUPAC calibrant	0,107%	0,077%	0,050%	0,007%	0,040%	0,146%
UkrCSM	Absolute 4T cell	0,014%	0,013%	0,010%		0,004%	0,022%
VNIIFTRI	primary cell	0,004%	0,010%	0,006%			0,012%

7.2.2 Comparison table for 5 mS/m

CCQM-K36.b 5 mS/m		Relative uncertainty contribution					
Lab	Traceability	Cell	Imp/res	Temp	Reprod	CO2	Combined
CENAM	Piston cell	0,030%	0,074%	0,010%	0,400%		0,408%
CMI	Differential cell	0,007%	0,008%	0,013%	1,634%	0,008%	1,634%
DFM	Differential cell	0,020%	0,009%	0,007%	0,001%	0,003%	0,024%
GUM	CRM; DFM	0,140%	0,011%	0,015%	0,035%	0,000%	0,146%
IEN	Differential cell	0,001%	0,260%	0,012%	0,247%	0,115%	0,377%
INMETRO	CRM; NIST	1,176%	0,060%	0,320%	0,221%		1,240%
INPL	CRM; Radiometer	0,040%	0,007%	0,054%	0,024%	0,046%	0,085%
NIST	IUPAC calibrant	0,024%	0,008%	0,006%	0,030%	0,002%	0,040%
OMH	OIML calibrant	0,017%	0,029%	0,003%			0,034%
PTB	Piston cell	0,006%	0,060%	0,100%	0,040%	0,020%	0,125%
SMU	OIML calibrant	0,036%	0,020%	0,012%	0,006%		0,043%
SP	Kohlrausch-curve	0,132%	0,194%	0,049%	0,101%	0,233%	0,349%
UkrCSM	Absolute 4T cell	0,022%	0,038%	0,020%		0,040%	0,063%
VNIIFTRI	primary cell	0,026%	0,007%	0,005%			0,027%

Please note, that the tables above represents the attempt of the coordinating laboratory to “condense” the reported uncertainty budgets into a common form, by combining uncertainty contributions into the five categories.

ДОДАТОК Ж

**Державна повірочна схема для засобів вимірювань електролітичної
провідності рідин. ДСТУ 4448.**



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

Метрологія

**ДЕРЖАВНА ПОВІРОЧНА СХЕМА
ДЛЯ ЗАСОБІВ ВИМІРЮВАНЬ
ЕЛЕКТРОЛІТИЧНОЇ ПРОВІДНОСТІ РІДИН**

ДСТУ 4448:2005

Видання офіційне

Київ

**ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2004**

ПЕРЕДМОВА

- 1 РОЗРОБЛЕНО: Державне підприємство „Всеукраїнський державний науково-виробничий центр стандартизації, метрології, сертифікації та захисту прав споживачів” Держспоживстандарту України (Укрметртестстандарт)
- 2 РОЗРОБНИКИ: **В. Гаврилкін (керівник розробки); О. Михаль, к.т.н., С. Нагібін, к.х.н.; Л. Прокопенко; М. Рожнов, к.х.н.; М. Сурду, д.т.н.**
- 3 ЗАТВЕРДЖЕНО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ наказом Держспоживстандарту України від 16.09.2005 р. № 265
- 4 ВВЕДЕНО ВПЕРШЕ (зі скасуванням в Україні ГОСТ 8.457-82)

Право власності на цей документ належить державі.

Відтворювати, тиражувати і розповсюджувати цей документ повністю або частково на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу Держспоживстандарту України заборонено.

Стосовно врегулювання прав власності треба звертатись до Держспоживстандарту України

Держспоживстандарт України, 2004

ЗМІСТ

	С.
1 Сфера застосування	1
2 Державний первинний еталон	1
3 Робочі еталони.....	2
3.1 Робочі еталони 0-го розряду	2
3.2 Робочі еталони 1-го розряду	2
3.3 Робочі еталони 2-го розряду	2
4 Робочі засоби вимірювальної техніки.....	3
<i>Додаток А Державна повірочна схема для засобів вимірювань елек- тролітичної провідності рідин</i>	<i>5</i>

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

МЕТРОЛОГІЯ**ДЕРЖАВНА ПОВІРОЧНА СХЕМА ДЛЯ ЗАСОБІВ ВИМІРЮВАНЬ ЕЛЕКТРОЛІТИЧНОЇ ПРОВІДНОСТІ РІДИН****МЕТРОЛОГИЯ****ГОСУДАРСТВЕННАЯ ПОВЕРОЧНАЯ СХЕМА ДЛЯ СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ
ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКОЙ ПРОВОДИМОСТИ ЖИДКОСТЕЙ****METROLOGY****STATE TRACEABILITY SCHEME
FOR THE INSTRUMENTS INTENDED FOR MEASURING
ELECTROLYTIC CONDUCTIVITY OF LIQUIDS**

Чинний від 2006-07-01**1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ**

Цей стандарт поширюється на державну повірочну схему для засобів вимірювань електролітичної провідності рідин¹⁾ (додаток А) і встановлює призначення державного первинного еталона одиниці електролітичної провідності рідин, комплекс основних структурних елементів, які входять до його складу, основні метрологічні характеристики еталона та порядок передавання розміру одиниці електролітичної провідності рідин – сименс на метр (См/м), від державного первинного еталона за допомогою робочих еталонів робочим засобам вимірювальної техніки (далі – ЗВТ) із зазначенням похибок та основних методів передавання розміру одиниці.

2 ДЕРЖАВНИЙ ПЕРВИННИЙ ЕТАЛОН

2.1 Державний первинний еталон призначено для відтворення та зберігання одиниці електролітичної провідності рідин і передавання розміру цієї одиниці (См/м) за допомогою робочих еталонів робочим ЗВТ, які застосовують в Україні, для забезпечення єдності вимірювань у країні.

¹⁾ Назва фізичної величини відповідає ISO 31-8: 1992 та ДСТУ 3651.1-97 і введена на заміну назви – питома електрична провідність електролітів

Видання офіційне

2.2 В основу вимірювань електролітичної провідності рідин має бути покладено одиницю, яку відтворює зазначений державний первинний еталон.

2.3 Державний первинний еталон складається з комплексу таких структурних елементів:

- комплект кондуктометричних комірок;
- система вимірювань електричної провідності;
- система вимірювань температури та термостатування кондуктометричних комірок;
- система приготування еталонних розчинів;
- система автоматизованого оброблення результатів вимірювань;
- еталонні розчини для проведення міжнародних звірень.

2.4 Діапазон значень електролітичної провідності рідин, що відтворюється еталоном, становить від $1 \cdot 10^{-4}$ до 60 См/м.

2.5 Державний первинний еталон забезпечує відтворення одиниці електролітичної провідності рідин і передавання її розміру із відносним середнім квадратичним відхиленням результату вимірювань S_B , %, для 15 незалежних спостережень, що не перевищує значень в інтервалах діапазону:

- від $1 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}$ См/м $1 \cdot 10^{-2}$;
- від $1 \cdot 10^{-2}$ до 60 См/м $5 \cdot 10^{-3}$.

2.6 Відносна невилучена систематична похибка державного первинного еталона θ_B , %, не перевищує значень в інтервалах діапазону:

- від $1 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-2}$ См/м $4 \cdot 10^{-2}$;
- від $5 \cdot 10^{-2}$ до 6 См/м $1 \cdot 10^{-2}$;
- від 6 до 30 См/м $2 \cdot 10^{-2}$;
- від 30 до 60 См/м $5 \cdot 10^{-2}$.

2.7 Відносна нестабільність еталона за рік ν_B , %, не більше $2 \cdot 10^{-3}$.

2.8 Метрологічні характеристики еталона визначені для температури рідини - 298,15 К.

2.9 Державний первинний еталон застосовують для передавання розміру одиниці електролітичної провідності рідин робочим еталонам 0-го і 1-го розряду методом прямих вимірювань.

2.10 Відтворення одиниці електролітичної провідності рідин із зазначеною точністю забезпечують дотриманням правил зберігання та застосування державного первинного еталона, затверджених в установленому порядку.

3 РОБОЧІ ЕТАЛОНИ

3.1 Робочі еталони 0-го розряду

3.1.1 Як робочі еталони 0-го розряду (у тому числі стандартні зразки відносної електролітичної провідності морської води) використовують водні розчини хлориду калію та хлористої кислоти з діапазоном електролітичної провідності від $1 \cdot 10^{-4}$ до 60 См/м.

3.1.2 Довірчі границі відносної похибки $\delta_{\text{в}}$ робочих еталонів 0-го розряду складають від 0,05 до 0,1 % при довірчій імовірності 0,95 для 10 незалежних спостережень.

3.1.3 Робочі еталони 0-го розряду застосовують для передавання розміру одиниці електролітичної провідності рідин робочим еталонам 1-го розряду зв'язанням з допомогою компаратора та методом прямих вимірювань.

3.2 Робочі еталони 1-го розряду

3.2.1 Як робочі еталони 1-го розряду використовують еталонні кондуктометричні установки та солеміри в діапазоні вимірювань від $1 \cdot 10^{-4}$ до 100 См/м та водні розчини хлориду калію та хлористої кислоти з діапазоном електролітичної провідності від $1 \cdot 10^{-4}$ до 60 См/м.

3.2.2 Довірчі границі відносної похибки $\delta_{\text{в}}$ робочих еталонів 1-го розряду становлять від 0,1 до 0,25 % при довірчій імовірності 0,95.

3.2.3 Робочі еталони 1-го розряду застосовують для передавання розміру одиниці електролітичної провідності рідин робочим еталонам 2-го розряду безпосереднім зв'язанням, методом прямих вимірювань або зв'язанням за допомогою компаратора та робочим ЗВТ – методом прямих вимірювань.

3.3 Робочі еталони 2-го розряду

3.3.1 Як робочі еталони 2-го розряду використовують еталонні кондуктометри та солеміри, а також водні розчини хлориду калію та кислот в діапазоні від $1 \cdot 10^{-4}$ до 100 См/м.

3.3.2 Довірчі границі відносної похибки $\delta_{\text{в}}$ робочих еталонів 2-го розряду становлять від 0,25 до 1 % при довірчій імовірності 0,95.

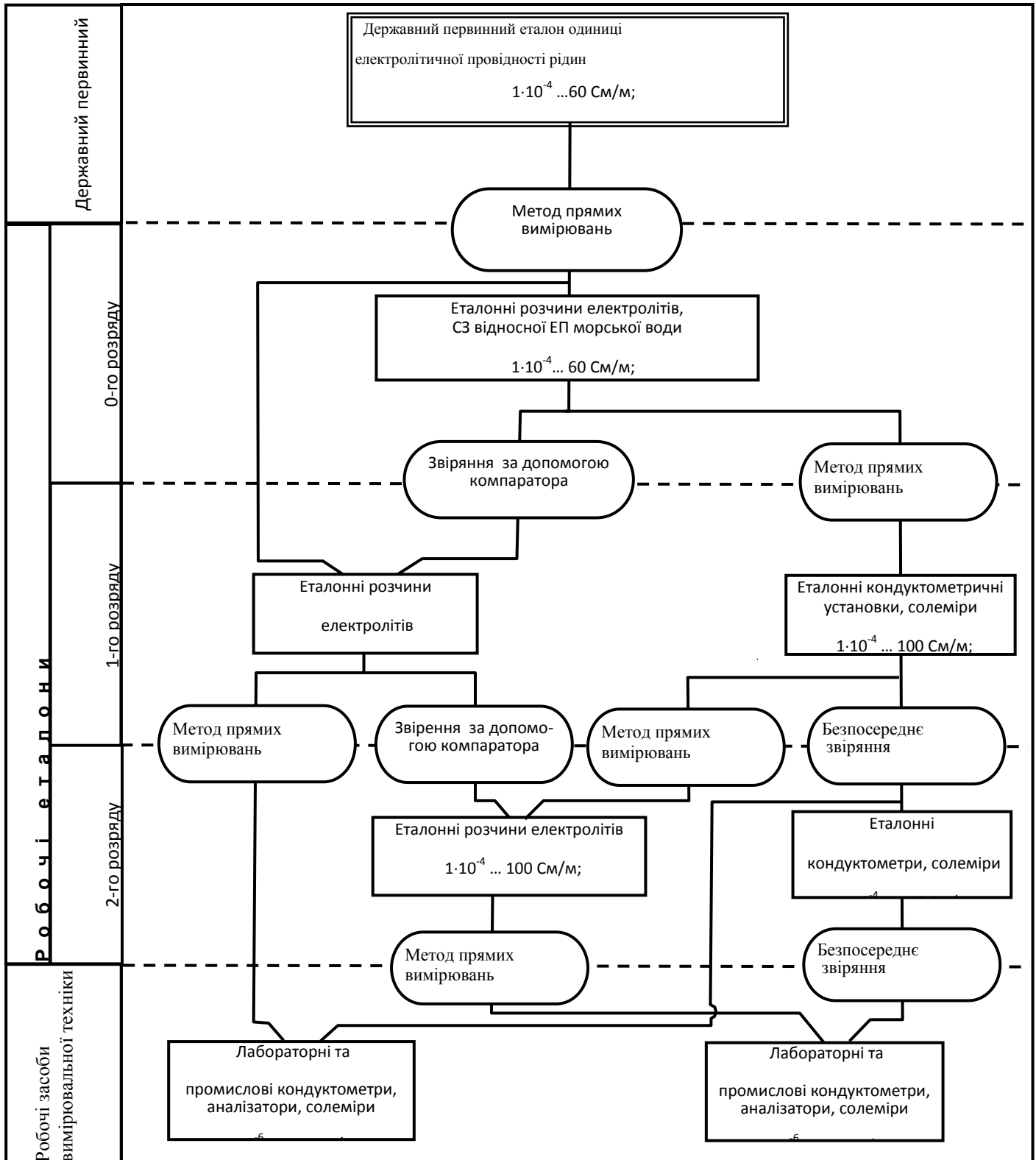
3.3.3 Робочі еталони 2-го розряду застосовують для передавання розміру одиниці електролітичної провідності рідин робочим ЗВТ методами прямих вимірювань та безпосереднім зв'язанням.

4 РОБОЧІ ЗАСОБИ ВИМІРЮВАЛЬНОЇ ТЕХНІКИ

4.1 Як робочі ЗВТ використовують кондуктометри лабораторні і промислові, кондуктометричні аналізатори та солеміри в діапазоні від $1 \cdot 10^{-6}$ до 200 См/м.

4.2 Границі допустимої відносної похибки $\Delta_{\text{в}}$ робочих засобів вимірювальної техніки становлять від 0,3 до 15 %.

ДЕРЖАВНА ПОВІРОЧНА СХЕМА ДЛЯ ЗАСОБІВ ВИМІРЮВАНЬ ЕЛЕКТРОЛІТИЧНОЇ ПРОВІДНОСТІ РІДИН



Позначення: Δ_6 - границі допустимої відносної похибки, δ_6 - довірча відносна похибка, Θ_6 – границі невиключеної систематичної відносної похибки еталона, S_6 – відносне середнє квадратичне відхилення результату вимірювань