

НАУКОВО-ТЕХНІЧНІ ОСНОВИ ПІДВИЩЕННЯ ТОЧНОСТІ ПРЕЦИЗІЙНИХ КОНДУКТОМЕТРИЧНИХ ВИМІРЮВАНЬ

О.О. Міхаль, докт. техн. наук
Інститут електродинаміки НАН України,
пр. Перемоги, 56, Київ, 03057, Україна
e-mail: a_mikhal@ukr.net

У роботі розглянуто матеріали досліджень, отриманих під час виконання НДР за темою "Створення науково-методичної бази підвищення точності кондуктометричних вимірювань". Основні науково-технічні результати направлено на подальший розвиток теорії вимірювання імпедансу провідників другого роду з іонним типом провідності і полягають у розробці трьох математичних моделей для обчислення методичної похибки, побудованих на основі коло-польових задач, які дають змогу врахувати викривлення та нерівномірність щільності силових ліній струму, зумовлених змінним характером робочого струму, зокрема впливом векторного магнітного потенціалу, граничними умовами на струмових та потенціальних електродах, реальною геометрією струмових електродів (наявність отворів та конусних заглиблень); двох методів побудови компенсаційно мостових вимірювальних кіл, що забезпечують інваріантність перетворення до неінформативних параметрів електричної моделі, які співмірні з інформативним параметром або суттєво його перевищують; двох методів визначення основних метрологічних характеристик 6 – 8-декадних трансформаторних мостів для вимірювання опору давачів. Бібл. 12, рис. 13.

Ключові слова: кондуктометрія, комірка, електролітична провідність, похибка, імпеданс.

Світовий океан або тепловий котел АЕС (ТЕС), кров'яну судину або гілку лози можна вважати ємністю, що заповнена електролітом. Електроліт – це розчин солей сильних кислот та основ, що в розчиннику (здебільшого це вода) розпадаються на окремі іони. Тому визначення концентрації солі відіграє надзвичайно важливу роль у дослідженні нових закономірностей, продуктивності та якості технологічних процесів і діагностики в океанології, метеорології, енергетиці, екології, медицині. Наявність іонів у розчині електроліту зумовлює його електричні властивості. Основною електричною характеристикою є питома (для електролітів вона називається електролітична) провідність (ЕП). Між концентрацією та ЕП існує певний зв'язок, який ще наприкінці позаминулого століття досліджував Кольрауш. Нині ЕП є самостійною фізичною величиною, що може бути швидко і точно виміряна електричними методами, які отримали назву кондуктометричних.

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 таких процесів до цього часу не розроблена. На фоні постійно зростаючої тенденції – збільшення вимог до метрологічних характеристик засобів вимірювання ЕП – це створює проблеми (знижує якість та достовірність вимірювань) на шляху розвитку галузі вимірювань. Тому актуальними залишаються дослідження, що пов'язані зі створенням науково-методичних основ підвищення точності вимірювання ЕП рідин, які проводять електричний струм.

Для досягнення мети наукові дослідження проводились за трьома напрямками. Їх загальна направленість полягає в необхідності розробки:

1) математичних та електричних моделей кондуктометричних давачів для визначення їх функції перетворення та оцінки методичних похибок, зумовлених різноманітними факторами впливу: нерівномірним розподілом щільності струму в провіднику, геометрією

струмових та потенціальних електродів, реальними співвідношеннями між конструктивними елементами комірки, технологією виготовлення, ефектами шунтування чутливого елемента;

2) методів побудови вимірювальних кіл для зменшення впливу на результат вимірювання неінформативних параметрів;

3) методів визначення надмалих рівнів похибок (адитивної похибки і похибки лінійності) мостів для вимірювання опору за умови, що мір опору відповідної точності не існує.

Суть досліджень тезово можна виразити у такій спосіб.

Прецизійне вимірювання ЕП рідин ґрунтується на рівнянні

$$k = \frac{K(1 + \alpha_{25} T_{25})}{R}, \quad (1)$$

де K – константа комірки, визначається в процесі калібрування або для еталонних комірок у випадку ідеального об'єкта обчислюється за відомими довжиною – L та площею перетину комірки – S , ($K = L/S$); α_{25} – температурний коефіцієнт; T_{25} – відхилення температури розчину від 25°C (вимірюється); R – активна складова імпедансу комірки (вимірюється).

У 1964 році Каткоскі запропонував використовувати чотирипарнозажимний (ЧПЗ) об'єкт для прецизійних вимірювань опору змінному струму [1]. Цей підхід широко застосовується і в наш час [2, 3]. На рис.1 наведено узагальнену схему, що представляє принцип роботи засобу вимірювання з ЧПЗ кондуктометричною коміркою. Робочий струм I_X від джерела змінного струму (ДС) створює падіння напруг U_X , U_0 на інформативному параметрі Z_X та мірі опору R_0 , що вимірюються векторними вольтметрами ВВ1 та ВВ2. Результатом перетворення є

$$R_x = \operatorname{Re}(U_x) \frac{R_0}{U_0} \quad (2)$$

Відмінною ознакою ЧПЗ об'єкта вимірювання є наявність екрана (Е), потенціал якого дорівнює нулю та рівність струмів: прямого (зажими I_1 , I_2) та зворотного (зажими I_1^* , I_2^*).

В рамках **першого напрямку** поставлено та вирішено такі задачі.

1.1 Для ЧПЗ об'єкта у формі прямого кругового циліндра представлено фізичну модель (рис. 2 [4, 5]), що дає змогу визначити вплив змінного характеру робочого струму на похибку вимірювання опору. У прямому провіднику 1 діаметром D та зворотному нитковому провіднику 2, що розташований на відстані h аксіально відносно прямого провідника протікають у протилежних напрямках два однакових струми. На відстані L у точках a і b знімається падіння напруги U_X .

На основі одного з рівнянь Максвелла, а саме

$$\mathbf{E} = -\operatorname{grad}\phi - \partial\mathbf{A} / \partial t, \quad (3)$$

де $\phi = \phi(r, t)$ і $\mathbf{A} = \mathbf{A}(r, t)$ відповідно електричний скалярний і векторний магнітний потенціали (величини, що є функціями просторових координат r та часу t), сформована коло-польова задача. Досліджувався вплив явищ самоіндукції (нерівномірності щільності струму) в середині провідника 1 та індукції ЕДС у потенціальних провідниках 4 (рис.2) у широкому діапазоні питомих провідностей: від провідників першого роду (металів σ) до провідників другого роду (розчинів електrolітів k).

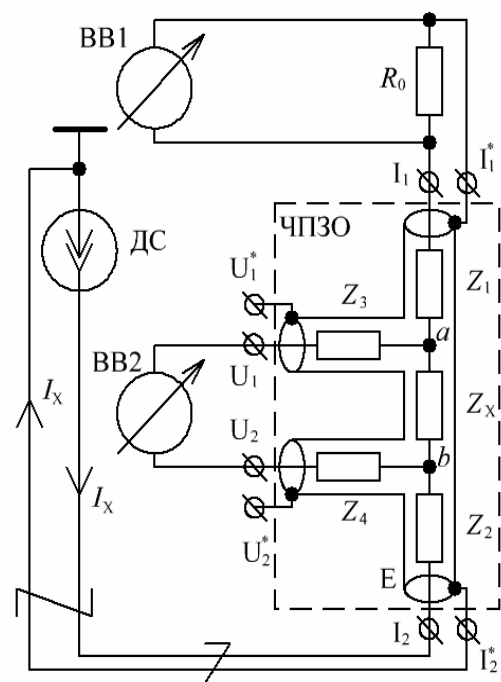


Рис. 1

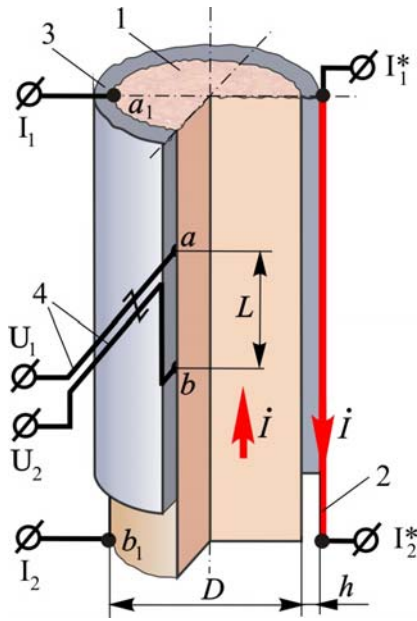


Рис. 2

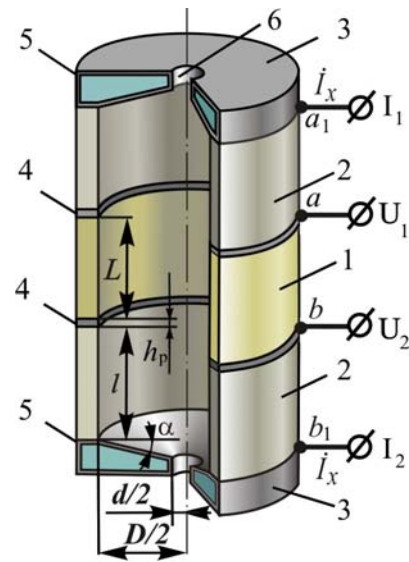


Рис. 3

Отримано формули для розрахунку складових імпедансу ділянки провідника відносно векторного магнітного потенціалу, що змінюється за гармонічним законом $A(r) = A_m(r)e^{j\omega t}$:

$$R_x = \text{Re}(Z_x) = R_{Hom} + \text{Re} \left[\frac{1}{I} \left(\frac{j\omega l}{S} \int_s A(r) ds - j\omega A(r)l \right) \right]. \quad (4)$$

Завдання полягало в обчисленні зведеної методичної похибки, зумовленої змінним характером робочого струму, що має вигляд

$$\delta(\sigma, \omega) = \frac{R_x(\sigma, \omega) - R_{Hom}(\sigma)}{R_{Hom}(\sigma)}, \quad (5)$$

де R_{Hom} – опір, що відповідає ідеалізованій моделі з рівномірно розподіленими силовими лініями струму в однорідному середовищі в точках a і b ; R_x – опір, що відповідає результату вимірювання або реальній моделі (4), характерній для змінного струму синусоїдальної форми.

Згідно з (5) побудовано низку залежностей у широкому діапазоні частот та питомих провідностей σ (для розчинів електролітів за визначенням $\sigma = k$).

Встановлено, що:

- похибка зростає пропорційно питомій σ або електролітичній k (1) провідності;
- похибкою, зумовленою вихровим характером поля змінного струму, для розчинів електролітів можна знехтувати, бо найбільша з них на частоті 100 кГц не перевищує 10^{-8} (відповідно з цією похибкою можна вважати, що в рівнянні (3) $\Delta/\partial t = 0$) [4, 5];

– похибки, зумовлені вихровим характером поля змінного струму, для металів необхідно враховувати навіть на частоті 1 кГц, де вони можуть сягати десятків відсотків для масивних провідників; вплив близькості провідника зі зворотним струмом призводить до переходу залежності похибки через нуль. Це явище можна використовувати для розробки безіндукційних низькоомних шунтів.

1.2. Встановлено вимоги до конструкції чотириелектродної комірки, що має розрахункову константу. В основі фізичної моделі такої комірки (рис. 3) є три співвісно розташовані трубки з кварцового скла. На торцях середньої трубки 1 нанесено тонкі платинові електроди 3. Кінці крайніх трубок 2 прикривають кварцові диски, на внутрішню поверхню яких нанесено струмові електроди 5. Для заповнення комірки розчином струмові електроди мають отвори 6. Для ефективного видалення бульбашок кисню форма поверхні струмових електродів має конусний нахил з кутом α . В ідеальному випадку константа

комірки K обчислюється за формулою

$$K = R_x k^{id} = 4L / \pi D^2. \quad (6)$$

В реальних комірках опір $R_x \neq L/kS$, у результаті виникає систематична методична похибка (5). Для її обчислення сформовано коло-польову задачу для фізичної моделі (рис. 3). Оскільки за попередньою моделлю поле всередині кондуктометричних давачів є безвихровим, то для рідких провідників у основі математичної моделі є рівняння Лапласа [4, 6]

$$\nabla k \nabla \phi(r) = 0. \quad (7)$$

З використанням числових методів розрахунку було побудовано групи залежностей похибки від різноманітних факторів впливу. Зокрема, похибки для розбавлених розчинів, що зумовлені струмами зміщення, похибки для концентрованих розчинів, що зумовлені порушенням екіпотенційності струмових електродів, та похибки від двох груп геометричних параметрів комірки. Перша група параметрів є збурюючим фактором, або джерелом похибки, і представлена відносною величиною d/D та абсолютною величиною – кутом α . Друга група є демпфуючим фактором і представлена відносними величинами l/L і L/D .

Висновки з аналізу залежностей полягають у тому, що:

- користуватися співвідношення L/D для мінімізації похибки недоцільно;
- для підвищення точності розрахунків бажано надавати перевагу давачам з більш високими значеннями констант;

- за умови $l/L = 1$ похибка обчислень менша за 5×10^{-6} , тому нею можна знехтувати. Водночас слід зазначити, що похибка змінюється в 2 – 4 рази в діапазоні варіацій параметра d/D і в 5 – 8 разів у діапазоні варіацій кута α . Вона також змінюється на три порядки за зміни параметра L/D у півтора раза. Отже, по відношенню до збурюючих факторів масштаб шкали є лінійним, а по відношенню до демпфуючих факторів – логарифмічним.

1.3. Розглянуто два методи (лінійної інтерполяції та еквівалентних трикутників) зменшення похибок, обумовлених технологією виготовлення центральної секції трубки 1 (рис. 3). За сучасних технологій обробки кварцового скла трубку зі стабільним значенням довжини виготовити значно простіше, ніж трубку зі стабільним внутрішнім діаметром. Використовуючи експериментальні дані, можна спостерігати спотворення внутрішнього профілю двох видів. Перший – відхилення профілю трубки від прямокутника вздовж поздовжнього перетину. Причиною є прецесія шліфувального інструмента. Другий – відхилення профілю трубки від кола в поперечному перетині. Причиною є наявність клиноподібних заглиблень на внутрішній поверхні заготовок. Розроблений метод лінійної інтерполяції профілю трубки дає змогу навіть для великих відхилень діаметру 20 – 30 мкм отримати зменшення СКВ похибки обчислення константи в 12 – 15 разів. Метод еквівалентних трикутників дає змогу зменшити СКВ похибки, зумовлені заглибленнями, в 2 – 3 рази [7, 8].

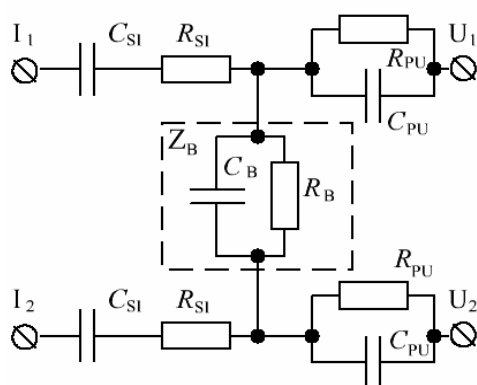


Рис. 4

1.4. На основі аналізу моделі кондуктометричного інтерфейсу, що містить два послідовно включених імпеданса (електрохімічний та об'ємний) запропоновано спрощену еквівалентну схему чотириелектродного кондуктометричного давача з розрахунковою константою (рис. 4). Вона дає змогу сформулювати вимоги до структурних елементів вимірювального кола кондуктометра.

1.5. Розглянуто диференціальні кондуктометричні давачі з планарно розташованими гребінчастими електродами, що використовуються у високочутливих кондуктометричних вимірювальних системах, наприклад, біосенсорних. Для цих давачів

розроблено топологічну і математичну моделі, що дає змогу обчислити функцію перетворення. В основі моделі закладено принцип монотонності силових ліній поля (рис. 5)

та виключення ефекту їх нашарування. У результаті такого підходу електричне поле за принципом суперпозиції буде визначати сумарну провідність, що має чотири складові G_λ , G_ξ , G_μ і G_χ (рис. 5), кожен з яких можна обчислити окремо, використовуючи аналітичні методи.

Повний вираз для функції перетворення давача має вигляд

$$M_C = \frac{G_\xi + G_\lambda + G_\mu + G_\chi}{k} \quad (8)$$

Наприклад, для основної складової, котра враховує внесок силових ліній поля електродної системи, що періодично повторюється (зона ξ рис. 5), складова коефіцієнта перетворення має вигляд

$$\frac{G_\xi}{k} = \frac{K(q_1)}{K(q_1')} (N-1) L_2, \quad (9)$$

де K – повний еліптичний інтеграл першого роду; q_1 та q_1' – модулі еліптичних інтегралів, що залежать від параметрів a , b (ширина електродів) і c (відстань між електродами); N – кількість потенціальних електродів; L_2 - довжина електродної системи.

Інші складові рівняння (8) визначаються шляхом застосування аналогічних виразів через відношення еліптичних інтегралів з відповідними модулями. Топологічна модель забезпечує розрахунковість функції перетворення системи планарно розташованих гребінчастих електродів, поле яких у верхньому напівпросторі описується 3D моделями відповідно до методів 2D аналізу, а саме теорії функцій комплексної змінної та конформних перетворень.

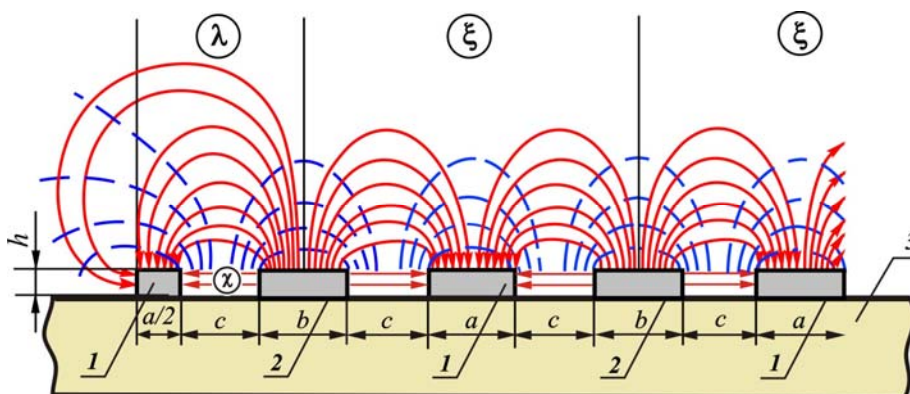


Рис. 5

Оцінка складових топологічної моделі (8, 9) дає змогу на етапі розробки нових типів диференціальних кондуктометричних давачів для біосенсорних перетворювачів визначати оптимальні розміри електродної системи, проводити експериментальні дослідження впливу електрохімічних явищ, зокрема типу металу електродів.

Другий напрямок спрямований на розробку нових методів вимірювального перетворення, що забезпечують інваріантність до неінформативних параметрів еквівалентних схем прецизійних кондуктометричних давачів. У прецизійних кондуктометричних вимірюваннях практично завжди з високою точністю стабілізують температуру рідини, вимірюють її дійсне значення та приводять результат за формулою (1) зазвичай до температури 25 °С. Причому вимоги до похибки вимірювання опору платинового термоперетворювача на порядок жорсткіші, ніж до похибки вимірювання опору комірки і складають 10^{-6} – 10^{-7} . Тому для вимірювання ЕП з похибкою на рівні державного еталону мають застосовуватись засоби вимірювання температури, що також практично відповідають вимогам до характеристик еталону температури.

В рамках **другого напрямку** поставлено та вирішено такі задачі.

2.1. Для зменшення ефектів шунтування в струмовому чи потенціальному контурах кондуктометричних вимірювальних кіл запропоновано об'єднати метод еквіпотенціального та магнітного захисту. В результаті отримуємо нове визначення – коаксіальний подвійно-екранований об'єкт вимірювання. Нове визначення об'єкта вимірювання має конфігурацію портів і зажимів типу 4×3. Від відомого чотирипарного чотиріполосника (рис. 1) новий об'єкт відрізняється тим, що кожен порт забезпечується третім зажимом для еквіпотенціального захисту. Його схему підключення і позначення режимів на зажимах зображено на рис. 6. Реалізацію цих підходів для термометричних мостових кіл розглянуто в [9]. Кондуктометричні кола мають деяку специфіку.

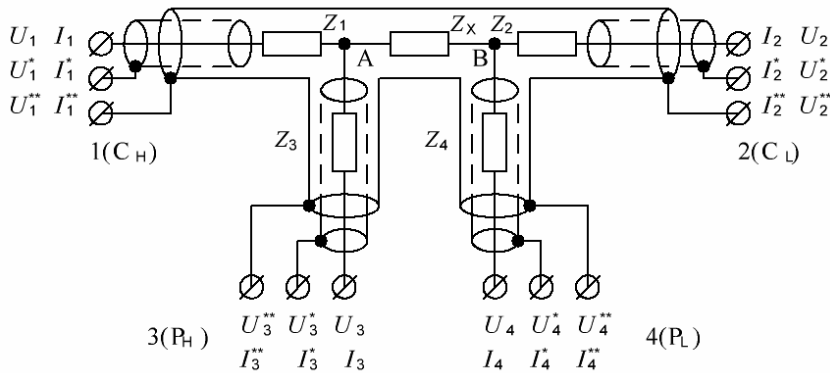


Рис. 6

Еталонна кондуктометрична комірка розміщується в термостаті. Корпус термостата може виконувати функцію екрана від електричних і магнітних наводок. Однак з міркувань безпеки корпус має бути заземлений. Через корпус можуть замикатися струми конденсаторів мережевого фільтра. З цієї причини нецільно використовувати корпус термостата як оболонку

для чотирипарного включення. Більш прийнятним є застосування ділянки металевої фольги або сітки S, закріпленої відразу за захисною кварцовою трубкою ЧКД (рис. 7). У такому разі 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. Схему такого еквіпотенціального захисту прецизійного ЧКД показано на рис. 7. У ній реалізовано конфігурацію підключення 4×2, тобто чотири порти по два зажими.

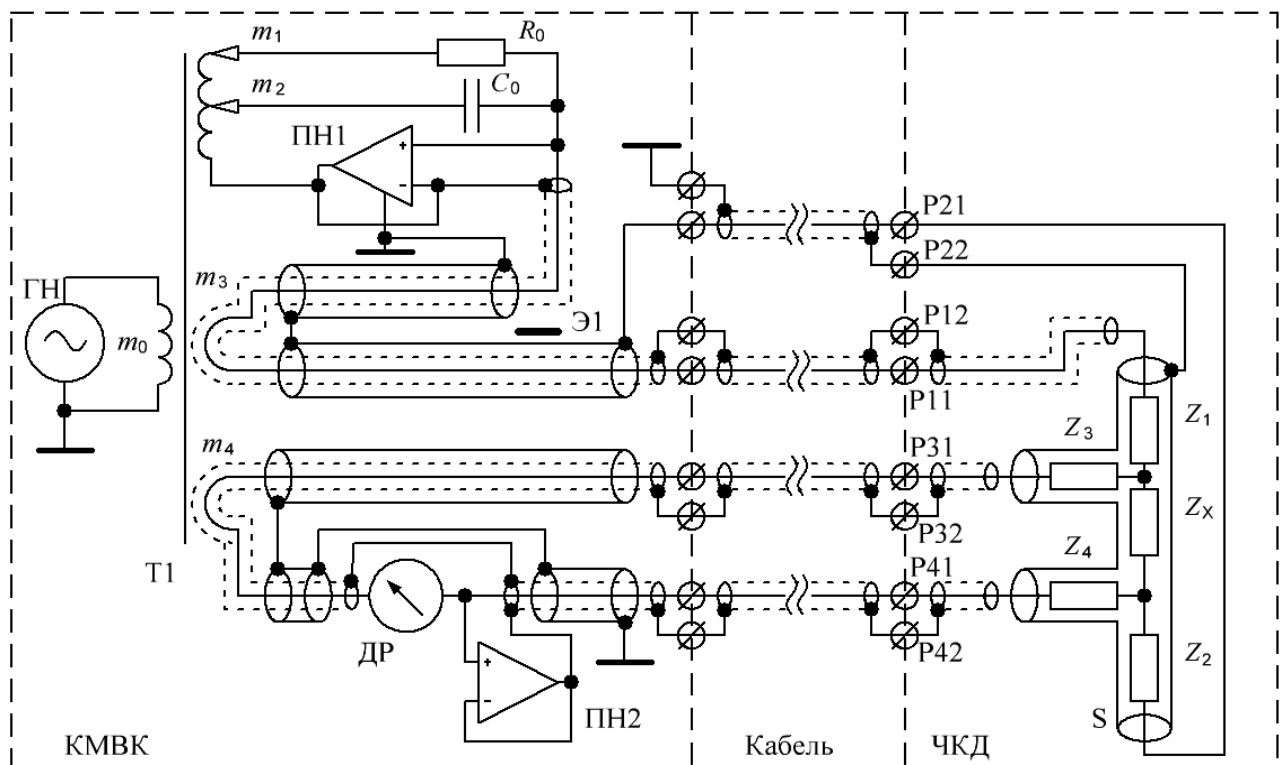


Рис. 7

Ця конфігурація кардинально відрізняється від відомого чотирипарного підключення (рис.1) тим, що кожен з екранів має свій окремий потенціал, близький (в ідеалі рівний) потенціалу центрального проводу. Таке підключення дає змогу забезпечити повний еквіпотенціальний захист, включаючи захист всередині давача аж до чутливого елемента. У той же час всередині приладу можна реалізувати коаксіальне подвійноекрановане підключення з конфігурацією 3×3, тобто три порти по три зажими. Це дозволить зменшити до мінімуму площу струмових і потенціальних контурів, а значить, знизити рівень наводки (включаючи синфазну), яка обумовлена магнітними зв'язками всередині приладу.

2.2. Розглянуто спільні та відмінні ознаки двох типів приладів: логометричного і мостового. Використання додаткової структурної ознаки, як-от наявність двох каналів, дає змогу об'єднати мостові та логометричні методи в один тип двоканальних приладів, інваріантних до параметрів джерела живлення. Водночас це дозволить застосовувати такі методи для розробки оптимальних приладів щодо показників точність/складність/вартість. Приклади вимірювальних кіл змінного струму на основі логометричних АЦП (ЛІАЦП) наведено на рис. 8. На рис. 8, а зображено схему, яка забезпечує процес перетворення активної складової імпедансу на робочій частоті f_M практично без використання операційних підсилювачів чи інших активних елементів завдяки синхронній роботі ключів $S_1 - S_6$. У схемі на рис. 8, б завдяки трансформатору T з тісним магнітним зв'язком між обмотками m_1 та m_2 з похибкою, меншою за 0,1 ppm, можна зміщувати початкову точку шкали або вимірювати приріст опору у вузькому діапазоні.

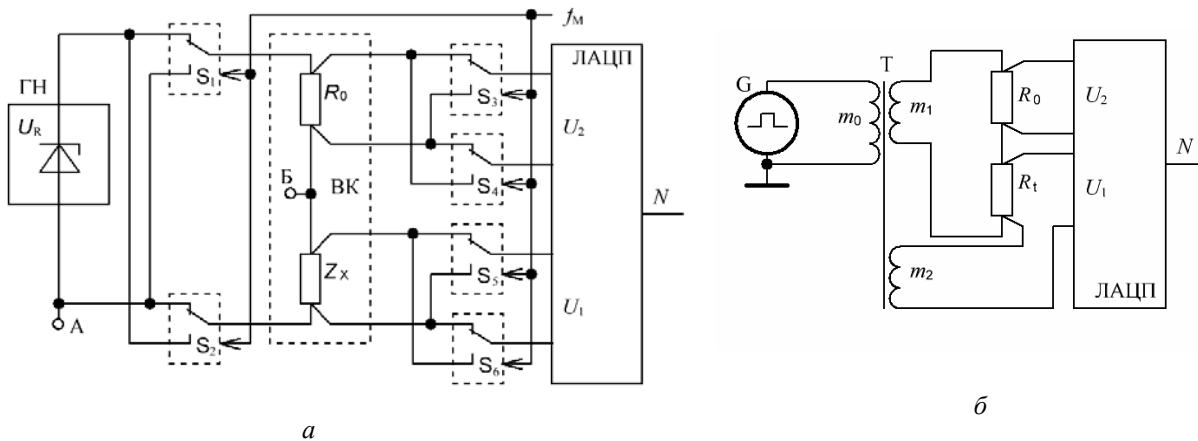


Рис. 8

Можна, наприклад, за допомогою платинового термоперетворювача опору вимірювати різницю температур 10 К з одиницею молодшого розряду 10 мкК. Метрологічні характеристики обох схем обмежено метрологічними характеристиками АЦП. Тож за умов використання Σ/Δ АЦП вони можуть відповідати характеристикам чутливості 6-декадних трансформаторних мостів.

2.3. Наведено електричну модель кондуктометричного диференціального імпедансного давача, що складається в загальному випадку з двох гальванічно не пов'язаних імпедансів Z_1 і Z_2 . Обидва імпеданси мають однакову двоелементну ємнісну послідовну схему заміщення (рис. 9, а). Але корисним сигналом у моделі імпедансу Z_1 є активна складова провідності G_x . Труднощі виділення корисного сигналу

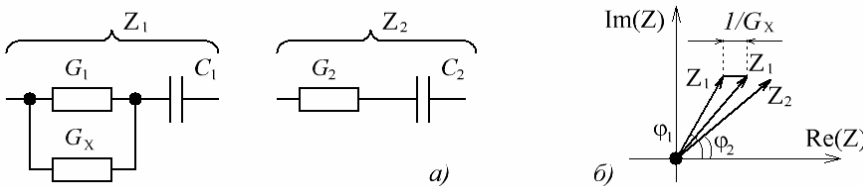


Рис. 9

полягають у тому, що: а) інформативний параметр G_x на два порядки менший від неінформативного параметра G_1 ; б) модулі й фази імпедансів Z_1 і Z_2 можуть відрізнитися на

десятки відсотків; в) тангенс фазового кута імпедансів Z_1 і Z_2 близький до одиниці (рис. 9, б) і на етапі вибору типу металу електродів може змінюватися в широких межах. Відомий диференціальний метод, який дає хороші результати при перетворенні скалярних фізичних величин (наприклад, ємнісний датчик), для векторних величин з перерахованими властивостями втрачає свою ефективність.

Для мінімізації впливу неінформативних параметрів, що суттєво (на два порядки) перевищують інформативний параметр, пропонуються два методи перетворення імпедансів Z_1 і Z_2 : метод колінеарності векторів (КВ) або метод зміни кута фаз векторів до збігу з дійсною віссю (рис. 10) і метод попереднього функціонального перетворення (ФП) (рис. 11).

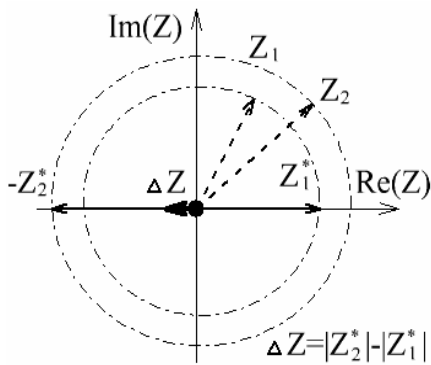


Рис. 10

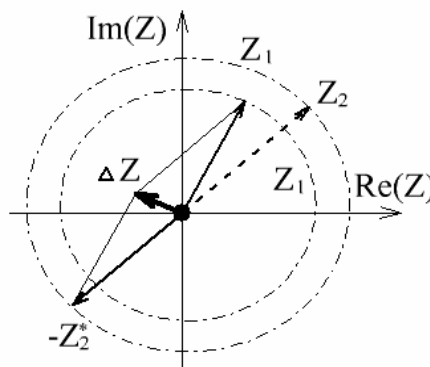


Рис. 11

Метод колінеарності, заснований на перетворенні векторів Z_1 і Z_2 у такі вектори Z_1^* і Z_2^* , у яких відсутня уявна складова. Метод складається з кількох етапів перетворення. Спочатку (за допомогою першого зрівноваженого кола) змінюють кут фази вектора Z_1 до збігу його з дійсною

віссю. Потім (за допомогою другого зрівноваженого кола) змінюють кут фази вектора Z_2 до тих пір, поки він не стане колінеарним і протилежним за знаком вектору Z_1 . Далі порівнюють перетворені вектори Z_1^* і Z_2^* , а сигнал, пропорційний різницевому вектору ΔZ , який лежить на дійсній осі, зрівноважують як скалярну величину (за допомогою третього зрівноваженого кола). Вимірвальні кола, що реалізують цей метод, відносяться до схем аномального типу. Вони мають змінну чутливість та нелінійну функцію перетворення.

Метод функціонального перетворення полягає у формуванні на виході аналогового функціонального перетворювача сигнала, 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 баласують за допомогою системи автоматичного зрівноважування. Метод з функціональним перетворенням є простішим за попередній (рис. 10), бо має тільки один контур зрівноважування. Але для його реалізації необхідно пам'ятати, що фаза вектора ΔZ може набувати значення в діапазоні $(0 - 2\pi)$.

Третій напрямок стосується метрологічного забезпечення засобів вимірювань.

В рамках **третього напрямку** поставлено та вирішено такі задачі.

3.1. Основними метрологічними характеристиками мостів для вимірювання опору, зокрема термометричних мостів, є адитивна похибка та нелінійність.

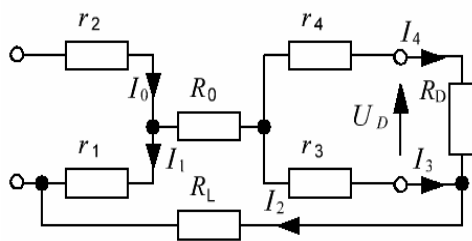


Рис. 12

Розглянуто електричну модель міри нульового опору (рис. 12). Модель враховує замикання струмових та потенціальних затискачів 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 представлено вхідний опір детектора рівноваги R_D і опір R_L , що враховує процеси витoku на загальний провід.

Отримано вираз для обчислення

еквівалентного опору моделі:

$$R_X = \frac{r_1 r_3}{\left[R_0 + R_L + r_1 + \frac{r_3(1+r_4/R_D)}{1+(r_3+r_4)/R_D} \right] \left[1 + \frac{r_3}{(R_D+r_4)} \right]} \tag{10}$$

Показано, що розрахункове значення еквівалентного опору R_X не буде перевищувати 10^{-10} Ом. Ця величина є на чотири порядки меншою, ніж одиниця молодшого розряду найбільш чутливого термометричного моста. Відповідно об’єкт за схемою на рис. 12 може виконувати функцію міри нульового опору.

Запропоновано новий метод контролю адитивної складової похибки термометричних мостів, що полягає в новому підключенні чотиризажимної міри (еталона) опору практично будь-якого номіналу [10]. Відмінність полягає в тому, що дійсний опір еталона виступає не як інформативний параметр, а як перемичка, що з’єднує потенціальний і струмовий контури (рис.12). Проведено експериментальну перевірку методу з використанням чотиризажимних еталонів опору з номінальним значенням R_0 у діапазоні від 1 Ом до 1 МОм. Розроблено нові методи (рівноінтервальний та бісекційний [11]) для вимірювання надмалих (менше 0,1 ppm) відхилень від лінійності функції перетворення мостів за умови, що мір опору відповідної точності в природі не існує.

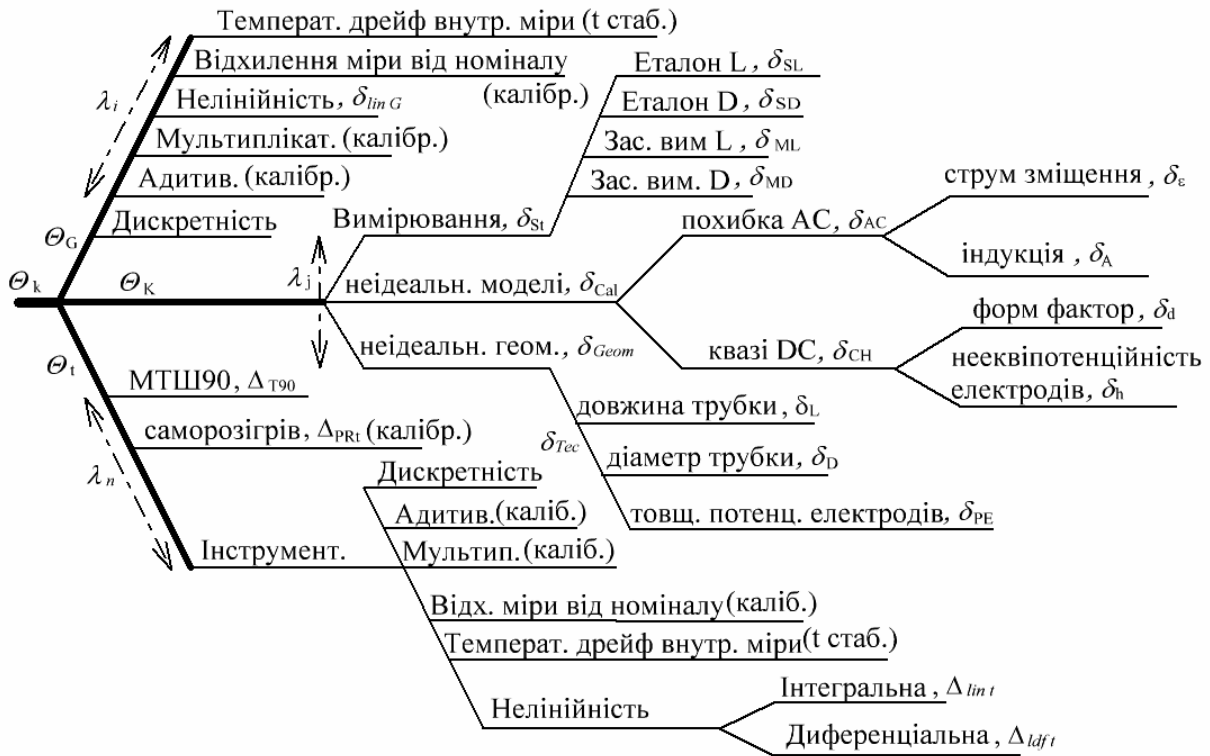


Рис. 13

3.2. На основі структурної схеми еталона одиниці електролітичної провідності сформовано бюджет систематичних похибок [12]. Три напрямки (стратегії) для мінімізації невилученої систематичної похибки θ_k пов’язані з вибором таких рішень (розрахункові методи, стабілізація кліматичних параметрів, термостатування, калібрування), які при обчисленні функції перетворення мають близькі до нуля коефіцієнти впливу $A(\lambda)$ до параметра фактора λ , мінімальний рівень кожної зі складових похибки $\delta(\lambda)$ та можливість урахування максимального числа поправок δ_m до систематичної похибки.

Зазначені напрямки можна об’єднати в одну задачу такого вигляду:

$$\theta_k = \min_{A(\lambda) \rightarrow 0} \left\{ \min_{\delta(\lambda) \rightarrow \min} \left\{ \min_{m \rightarrow N \wedge M \wedge H} \left\{ \Phi \left[A(\lambda), \delta(\lambda) - \delta_m \right] \right\} \right\} \right\} \tag{11}$$

Реалізація стратегій та подальший аналіз дали змогу послідовно зменшити кількість складових невилученої систематичної похибки, що мають суттєвий вплив, спочатку з 44 до 26 (рис. 13), а в кінцевому випадку до 7 складових, що входять до протоколів міжнародних звірянь. Це дало змогу мінімізувати невизначеність до рівня результатів, отриманих у кращих метрологічних лабораторіях світу.

Таким чином, основні науково-технічні результати за темою направлено на подальший розвиток теорії вимірювання імітансу провідників другого роду з іонним типом провідності. Вони полягають у розробці трьох математичних моделей для обчислення методичної похибки, що побудовані на основі коло-польових задач і дають змогу врахувати нерівномірність щільності силових ліній струму, зумовлених змінним характером робочого струму, зокрема впливом векторного магнітного потенціалу, граничними умовами на струмових та потенціальних електродах, реальною геометрією струмових електродів (наявністю отворів та конусних заглиблень); двох методів побудови компенсаційно мостових вимірювальних кіл, що забезпечують інваріантність перетворення до неінформативних параметрів електричної моделі, що співмірні з інформативним параметром або суттєво його перевищують; двох методів визначення основних метрологічних характеристик 6 – 8-декадних трансформаторних мостів для вимірювання опору давачів.

У результаті розрахункові методи оцінки систематичної похибки державного еталона одиниці електролітичної провідності, їх аналіз та методи корекції дали змогу практично в чотири рази скоротити кількість складових систематичної похибки, науково обґрунтувати високі показники кондуктометричного еталону України та спростити процедуру обробки даних подальших міжнародних звірянь. Науково-технічні результати за темою «Диполь» створили умови для вдосконалення технології виготовлення та розробки вимог до конструкторської документації комірок державного еталона ЕП сучасного типу з розрахунковою константою, що за принципом дії не має світових аналогів.

Крім того, в рамках теми "Диполь" розроблено документацію та проведено налагодження вимірювача "Delta R". Він призначений для вимірювання температури в калориметрі за допомогою платинового термоперетворювача опору у вузькому діапазоні з високою роздільною здатністю. Основні характеристики: номінальний опір давача за 0 °С – 1 КОм; діапазон вимірювання приросту опору – 32 Ом, що відповідає діапазону температури 24-32 °С; одиниця молодшого розряду – 32 мкОм, відповідає температурі – 0,000008 °С; СКВ результатів спостереження – 200 мкОм. Вимірювач "Delta R" впроваджено в національному еталоні одиниці згорання ДЕТУ 06-04-97 у ННЦ «Метрологія», Харків, Україна.

Всього за матеріалами досліджень у звітному періоді опубліковано 25 наукових робіт, підготовлено та на початку 2019 року захищено дисертаційну роботу на здобуття наукового ступеня доктора технічних наук (Міхаль О.О. Розвиток теорії і практична реалізація імітансних методів перетворення для еталонних термо- та кондуктометричних вимірювань. автореферат дис. доктора техн. наук / Інститут електродинаміки НАН України, Київ, 2018. 37 с.).

Стаття написана в рамках держбюджетної теми "Створення науково-методичної бази підвищення точності кондуктометричних вимірювань" (шифр "ДИПОЛЬ"), що виконувалася за Постановою Бюро ВФТПЕ 15.10.2013р., протокол № 14 . Державний реєстраційний номер роботи 0113U006533.

1. Cutkosky R.D. Four-terminal pair networks as precision admittance and impedance standards. *IEEE Trans. Commun. Electron.* 1964. Vol. 80 (70). Pp. 19 – 22.
2. Kibble B.P., Rayner G.N. Coaxial AC Bridges. Teddington: NPL Management Ltd. 1984. 203 p.
3. Awan S., Kibble B., Schurr J. Coaxial Electrical Circuits for Interference-free Measurements. London: *The Institution of Engineering and Technology.* 2011. 321 p.
4. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Impact of AC electric field non-uniformity on impedance of the conductivity cell. *XXI IMEKO World Congress. Measurement in Research and Industry.* August 30 – September 4, 2015. Prague, Czech Republic. Pp. 2266 – 2270.
5. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Influence of AC field distribution on impedance of the conductivity cell. *Measurement Automation Monitoring* Nov. 2015. Vol. 61. No 11. Pp. 521 – 525.
6. 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.

7. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Geometric part of uncertainties in the calculation constant of the primary four electrode conductivity cell. *ACTA IMEKO* June 2015. Vol. 4. No 2. Pp.18 – 22.
8. Mikhal A.A., Warsza Z.L., Gavrylkin V.G. Correction of not Ideal Geometric Profile on the Constant of Primary Cell. *Advanced Mechatronics Solutions. Advances in Intelligent Systems and Computing* 414. Springer. 2015. Pp. 239 – 252.
9. 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. Pp.147 – 156.
10. 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.
11. Mikhal A.A., Warsza Z.L. Bisection method for measuring the Integral Nonlinearity of high Precision Thermometric Bridges. *Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science, TEMPMEKO 2016. Poland, Zakopane. June 26 – July 01, 2016. Pp. 281.*
12. 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.

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ПОВЫШЕНИЯ ТОЧНОСТИ ПРЕЦИЗИОННЫХ КОНДУКТОМЕТРИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ

А.А. Михаль, докт. техн. наук

Институт электродинамики НАН Украины,

пр. Победы, 56, Киев, 03057, Украина

e-mail: a_mikhal@ukr.net

В работе рассмотрены материалы исследований, полученные при выполнении НИР по теме "Создание научно-методической базы повышения точности кондуктометрических измерений. Основные научно-технические результаты направлены на дальнейшее развитие теории измерения иммитанса проводников первого рода с ионным типом проводимости и заключаются в разработке трех математических моделей для вычисления методической погрешности, построенные на основе цепно-полевых задач и позволяющие учесть неравномерность плотности силовых линий тока, обусловленных переменным характером рабочего тока, в частности, влиянием векторного магнитного потенциала, граничными условиями на токовых и потенциальных электродах, реальной геометрией токовых электродов (наличием отверстий и конусных углублений); двух методов построения компенсационно-мостовых измерительных цепей, обеспечивающих инвариантность преобразования неинформативных параметров электрической модели, которые сопоставимы с информативным параметром или существенно его превышают; двух методов определения основных метрологических характеристик 6 – 8-декадных трансформаторных мостов для измерения сопротивления датчиков. Библиография: 12, рис. 13.

Ключевые слова: кондуктометрия, ячейка, электролитическая проводимость, погрешность, импеданс.

SCIENTIFIC AND TECHNICAL BASES OF ENHANCEMENT OF PRECISION CONDUCTOMETRIC MEASUREMENTS

O.O. Mikhal

Institute of Electrodynamics of the National Academy of Sciences of Ukraine,

pr. Peremohy, 56, Kyiv, 03057, Ukraine,

e-mail: a_mikhal@ukr.net

The paper considers the research materials obtained during the research work on the topic "Creation of a scientific and methodological basis for improving the accuracy of conductometric measurements". The main scientific and technical results are aimed at the further development of the theory of measuring the immitation of conductors with an ionic conductivity type and consists in the development of three mathematical models for calculating errors built on the basis of chain-field problems and allowing to take into account nonlinearity of power lines of current density predetermined: changes the nature of the operating current, in particular the influence of the vector magnetic potential, the presence and boundary conditions on current and potential electrodes, the real geometry of current electrodes (the presence of openings and conical holes); two methods of constructing balancing bridge measuring circles that provide the invariance of transformation to non-informative parameters of the electric mode, which are commensurable or significantly exceed the informative parameter; two methods for determining the main metrological characteristics of 6-8 decades transformer bridges for measuring resistance sensors. References 12, fig. 13.

Key words: conductometry, cell, electrolytic conductivity, error, impedance

Надійшла 13.06.2019

Received 13.06.2019