

На правах рукописи



Мазур Владимир Геннадьевич

АППАРАТНО-ПРОГРАММНЫЙ КОМПЛЕКС ДЛЯ НЕПРЕРЫВНОГО КОНТРОЛЯ
ВЛАЖНОСТИ ОРГАНИЧЕСКИХ ЖИДКОСТЕЙ

Специальность 05.11.13 – Приборы и методы контроля природной среды, веществ,
материалов и изделий (технические науки)

Автореферат диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Томск – 2014

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Ангарская государственная техническая академия» (ФГБОУ ВПО АГТА) и в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет».

Научный руководитель: Пудалов Алексей Дмитриевич,
кандидат технических наук, доцент.

Официальные оппоненты: Тихомиров Александр Алексеевич, доктор технических наук, профессор, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт мониторинга климатических и экологических систем Сибирского отделения Российской академии наук, заведующий отделением института мониторинга климата и экологических систем.

Поплавский Юрий Андреевич, научный сотрудник, кандидат технических наук, Лаборатория молекулярной спектроскопии, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт оптики атмосферы им. В. Е. Зуева Сибирского отделения Российской академии наук.

Ведущая организация: Восточно-сибирский филиал Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений», г. Иркутск

Защита состоится «7» октября 2014 г. в 15.00 на заседании диссертационного совета Д 212.269.09 при ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» по адресу: 634028, г. Томск, ул. Савиных, 7, ауд. 215, e-mail: tvm@tpu.ru.

С диссертационной работой можно ознакомиться в научно-технической библиотеке Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» по адресу: 634034, г. Томск, ул. Белинского, 55 и на сайте <http://portal.tpu.ru/council/916/worklist>.

Автореферат разослан « ____ » _____ 2014 г.

Ученый секретарь диссертационного совета
кандидат технических наук, доцент



Е. А. Васендина

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы

Среди аналитических измерений, используемых в автоматических системах управления технологическими процессами (АСУТП), важную роль играют измерения влажности веществ, своевременная информация о которой служит основанием для принятия решений, влияющих на качество готовой продукции.

К наиболее распространенным методам измерения влажности органических жидкостей можно отнести: химические, кулонометрический, емкостной, оптический, диэлькометрический и ядерного магнитного резонанса. К особенностям указанных методов можно отнести:

- не обеспечивают своевременный результат о влажности веществ при непрерывных измерениях (химические, кулонометрический);
- большая сложность внедрения влагомеров на их основе в АСУТП (химические, кулонометрический, ядерно-магнитного резонанса);
- не обеспечивают измерения влажности в диапазоне от микро- до макроконцентраций (кулонометрический, емкостной, диэлькометрический, оптический);
- после анализа образцы не пригодны для дальнейшего использования (химические).

Несмотря на то, что из указанных методов только химические не обеспечивают неразрушающий контроль, подавляющее большинство влагомеров органических жидкостей осуществляют анализ на основе этих методов, среди которых наибольшую популярность получил метод К. Фишера. Он используется для определения микро- и макроконцентраций воды в анализируемой пробе, обладает универсальностью и имеет высокую точность анализа. Но при этом следует отметить, что для приготовления реактива Фишера затрачивается значительное время и его качество необходимо контролировать каждые 2-3 дня.

На установке ГК-3 НПЗ ОАО «АНХК» для контроля влажности органических жидкостей, таких как: прямогонный бензин, фракция бензиновая НК-130, легкий газойль, тяжелый газойль, фракция НК-115, дистиллят топлива ТС-1, компоненты автомобильных бензинов, дизельное топливо прямогонное и др., используются приборы, в основе работы которых лежит метод К. Фишера, что зачастую не отвечает современным требованиям к быстродействию проведения анализа.

Поэтому разработка измерительного комплекса, осуществляющего контроль влажности органических жидкостей, лишенного указанных недостатков и отвечающего современным требованиям АСУТП, является актуальной задачей.

Цель диссертационной работы – разработка аппаратно-программного комплекса, обеспечивающего непрерывные измерения влажности органических жидкостей при их неразрушающем контроле в автоматизированных системах управления технологическими процессами.

Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие задачи:

1. Провести теоретический анализ современного состояния вопросов измерения влажности органических жидкостей. Из рассмотренных методов выбрать наиболее подходящий для обеспечения непрерывных измерений влажности органических жидкостей при их неразрушающем контроле в АСУТП.
2. Разработать широкодиапазонный чувствительный элемент для непрерывных измерений влажности в диапазоне микро-, средних и макроконцентраций. Разработать его математическую модель. Провести анализ чувствительности и исследовать динамические характеристики разработанного чувствительного элемента.
3. Сконструировать лабораторную установку и приготовить образцы органических жидкостей для проведения экспериментальных исследований. Спроектировать и изготовить схему первичного измерительного преобразователя, обеспечивающего контроль влажности органических жидкостей. Провести экспериментальные исследования измерений влажности органических жидкостей, по результатам которых произвести идентификацию параметров математических моделей чувствительных элементов.
4. Спроектировать и изготовить макет аппаратно-программного комплекса непрерывного действия, работающего на основе выбранного метода. Разработать управляющую программу, обеспечивающую работу комплекса и позволяющую передавать информацию о результатах измерений в АСУТП. Проанализировать возможность непрерывного измерения влажности органических жидкостей разработанным макетом на установке ГК-3 НПЗ ОАО «АНХК».
5. Разработать метрологическое обеспечение для макета аппаратно-программного комплекса.

Методы исследования

В диссертационной работе использованы методы аналитической алгебры, математического и компьютерного моделирования, анализа функций, схемотехнического моделирования, математической статистики, численные и экспериментальные методы исследования и обработки информации.

Положения, выносимые на защиту:

1. Использование сорбционно-частотного метода (СЧМ) для измерений влажности органических жидкостей.
2. Применение метода с использованием насыщенных растворов солей для приготовления образцов органических жидкостей известной влажности.
3. Широкодиапазонные пьезо-сорбционные чувствительных элементы (ПСЧЭ) для непрерывного измерения влажности в диапазоне микро-, средних и макроконцентраций. Статические характеристики (СХ) широкодиапазонных ПСЧЭ при одновременном использовании двух сорбентов: силикагеля и поли-ε-капроамида.

4. Разработанный аппаратно-программный комплекс, позволяющий проводить непрерывные измерения влажности органических жидкостей с суммарной погрешностью, не превышающей $\pm 2,4$ % и временем установления показаний не более 40 секунд.

Научная новизна работы:

1. Впервые экспериментально установлено, что СЧМ обеспечивает непрерывные измерения влажности органических жидкостей при их неразрушающем контроле в АСУТП и при этом имеет высокие метрологические характеристики, суммарная погрешность прибора на основе данного метода составляет менее $\pm 2,4$ %.
2. Впервые разработаны широкодиапазонные ПСЧЭ для непрерывного измерения влажности в диапазоне микро-, средних и макроконцентраций. Предложены и экспериментально подтверждены их СХ при одновременном использовании двух сорбентов: силикагеля и поли- ϵ -капроамида.
3. Предложен эффективный способ изготовления широкодиапазонных ПСЧЭ, заключающийся в нанесении различных сорбентов на разные стороны одной пьезокварцевой пластины. Эффективность данного способа подтверждена исследованием динамических характеристик и анализом чувствительности широкодиапазонных ПСЧЭ.
4. Впервые установлено, что для широкодиапазонного ПСЧЭ оптимальное соотношение сорбентов силикагеля и поли- ϵ -капроамида составляет соответственно 91 % и 9 %, исходя из критерия их максимальной чувствительности в диапазоне относительной влажности от 0 до 1.
5. Впервые предложено применение метода с использованием насыщенных растворов солей для приготовления образцов органических жидкостей известной влажности; создаваемая этими растворами относительная влажность совпадает с той, которую они создают в газах. Экспериментально установлено, что органические жидкости не сольватируют эти растворы.

Практическая значимость работы

1. Сконструирован макет аппаратно-программного комплекса с микропроцессорным управлением, обеспечивающий непрерывные измерения влажности органических жидкостей при их неразрушающем контроле в АСУТП с суммарной погрешностью, не превышающей $\pm 2,4$ %, временем установления показаний не более 40 секунд и имеющий стандартизированный токовый выход в диапазоне 4...20 мА, а также позволяющий передавать информацию о результатах измерений по протоколу RS-485.
2. Впервые спроектирована и изготовлена схема первичного измерительного преобразователя, обеспечивающего контроль влажности органических жидкостей в автоматическом режиме в диапазонах динамической вязкости до 2 мПа·с и частот ПСЧЭ от 5 до 12 МГц.
3. Предложенный в диссертации метод приготовления органических жидкостей с известной влажностью с использованием насыщенных растворов солей может быть применен для калибровки и юстировки влагомеров.

4. Установлено, что сконструированный макет аппаратно-программного комплекса позволяет автоматизировать контроль влажности фракций 30-180 и 130-КК на комбинированной установке ГК-3 НПЗ ОАО «АНХК» блоков АТ и КК цеха №11 линий 91в и 514.
5. Получено заключение о возможности использования результатов диссертационной работы для осуществления автоматизированного контроля влажности продуктов нефтепереработки на установке ГК-3 НПЗ ОАО «АНХК». Результаты диссертационной работы рекомендованы к внедрению при проведении лабораторных анализов топлив на ФГКУ комбинат «Прибайкалье» Росрезерва, г. Усолье-Сибирское, а также в учебном процессе в Ангарской государственной технической академии при изучении следующих дисциплин: «Электрические измерения неэлектрических величин», «Метрология, стандартизация и сертификация», «Эффективность информационно-измерительных систем».

Личный вклад

Разработан и изготовлен макет аппаратно-программного комплекса для непрерывного контроля влажности органических жидкостей. Предложен эффективный способ нанесения двух различных сорбентов на одну пьезокварцевую пластину для расширения диапазона измерений влажности от микро- до макроконцентраций. Предложены СХ широкодиапазонных ПСЧЭ. Разработана лабораторная установка и проведены эксперименты по измерению влажности гексана, бензола и толуола. Осуществлена обработка результатов экспериментов.

Апробация работы

Основные положения диссертационной работы докладывались и обсуждались на:

- IX-XII Всероссийских научно-технических конференциях «Современные проблемы радиоэлектроники и связи», г. Иркутск, ИрГТУ, 2010-2013 г.;
- 2-ой школе-семинаре IEEE по фундаментальным проблемам микро/наносистемной техники MNST-2010, г. Новосибирск, НГТУ, 2010 г.;
- научно-технических конференциях «Современные технологии и научно-технический прогресс», г. Ангарск, АГТА, 2010-2014 г.;
- конкурсах научных и технических работ среди молодых ученых АГТА по направлению «Техническая кибернетика и электроэнергетика», г. Ангарск, АГТА, 2011-2014 г.;
- XXV Международной научной конференции «Математические методы в технике и технологиях», г. Волгоград, ВолгГТУ, 2012 г.;
- Международном молодежном конкурсе научно-исследовательских работ «Студент и научно-технический прогресс», г. Таганрог, ЮФУ, 2012 г.;
- Областном конкурсе в сфере науки и техники, г. Иркутск, 2012 г.;
- II Всероссийской научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Электронные приборы, системы и технологии», г. Томск, ТПУ, 2012 г.;

- XXVI Международной научной конференции «Математические методы в технике и технологиях», г. Ангарск, АГТА, 2013 г.

Публикации

По результатам исследований опубликованы 22 научные работы, в том числе 4 статьи в изданиях, рекомендованных ВАК РФ; без соавторов опубликована 1 работа.

По результатам международного молодежного конкурса научно-исследовательских работ «Студент и научно-технический прогресс», г. Таганрог, получен диплом за лучшую инновационную разработку в 2012 г.

По результатам конкурса «Научных и технических работ среди молодых ученых АГТА», г. Ангарск, получены дипломы первой степени в 2012 г и в 2014 г.

По результатам «II Всероссийской научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Электронные приборы, системы и технологии», г. Томск, получен диплом первой степени в 2012 г.

По результатам диссертационных исследований поданы три заявки о выдаче патентов РФ на изобретения (регистрационные номера: 2013154908, 2013154910, 2013154912) и одна заявка на полезную модель (регистрационный номер 2014116440).

Структура и объем работы

Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения, списка литературы из 125 наименований и 12 приложений. Общий объем работы 136 страниц, которые содержат 25 таблиц и 51 рисунок.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность разработки аппаратно-программного комплекса, обеспечивающего непрерывные измерения влажности органических жидкостей при их неразрушающем контроле в АСУТП. Отражена научная ценность работы и ее практическая значимость. Приведено краткое содержание по главам.

Первая глава посвящена проблеме контроля влажности органических жидкостей в АСУТП. Проведен литературный обзор существующих методов и приборов на их основе для измерений влажности органических жидкостей. Обоснован выбор исследуемого метода, наиболее подходящего для изготовления на его основе аппаратно-программного комплекса, позволяющего обеспечить непрерывные измерения влажности органических жидкостей. Поставлена цель и определены задачи исследований.

Проведенный обзор показал, что применяемые в промышленности влагомеры позволяют осуществлять измерения либо в диапазоне микро-, либо в диапазоне макроконцентраций влажности. В области микроконцентраций в основном используются измерители, работающие на химических методах, в области макроконцентраций – на методах ядерного магнитного резонанса, оптическом и др. Приборы, которые бы охватывали весь диапазон измерений, включая низкие, средние и макроконцентрации влажности, и при этом позволяли проводить непрерывный анализ, – в настоящее время отсутствуют, что зачастую не удовлетворяет потребностям производства.

Среди небольшого числа методов, пригодных для измерений газообразных сред в широком диапазоне влажности, можно выделить СЧМ, который на протяжении последних десятилетий широко применяется в аналитическом приборостроении, например, американской химической компанией DuPont и в Ангарском ОКБА. Этот метод основан на зависимости частоты колебаний ПСЧЭ от влажности анализируемой среды. ПСЧЭ представляет собой кварцевый резонатор (КР), на поверхность которого в виде пленки нанесен влагопоглощающий сорбент, который избирательно присоединяет влагу, что приводит к изменению его массы и соответственно частоты колебаний ПСЧЭ.

К достоинствам СЧМ следует отнести:

- анализируемая среда не претерпевает изменений;
- возможность непрерывных автоматизированных измерений;
- высокую чувствительность, обеспечивающую измерение объемной доли влажности газов на уровне $0,1 \text{ млн}^{-1}$;
- широкий диапазон измерений влажности различных по составу газовых сред в диапазоне от $0,1$ до 10^6 млн^{-1} , что достигается подбором соответствующих веществ, избирательно сорбирующих влагу из анализируемой среды;
- возможность измерения влажности газов в широких диапазонах температур и давлений. Выпускаемые промышленностью КР, являющиеся основой для производства ПСЧЭ, имеют интервал рабочих температур от минус 60 до плюс $125 \text{ }^\circ\text{C}$ и сохраняют работоспособность, как в условиях глубокого вакуума, так и при избыточных давлениях газа до 40 МПа ;
- небольшое время переходных процессов. При нанесении сорбционных покрытий толщиной менее 1 мкм , постоянная времени составляет доли секунды;
- устойчивость ПСЧЭ к перегрузкам по влажности;
- малые габариты ПСЧЭ;
- частотный выходной сигнал, легко преобразуемый в цифровую форму;
- невысокая стоимость датчика.

СЧМ принципиально пригоден для создания высокоточных, быстродействующих измерительных приборов, работающих в непрерывном режиме измерений.

Во второй главе предложен способ измерения влажности в диапазоне микро- и макроконцентраций одним широкодиапазонным ПСЧЭ, содержащим два сорбента: поли-ε-капроамид и силикагель.

Диапазон относительной влажности условно разбит на три интервала: микроконцентраций ($0 \dots 0,15$), средних ($0,15 \dots 0,5$) и макроконцентраций ($0,5 \dots 1$).

В Ангарском ОКБА проводились многолетние исследования по подбору сорбентов, свойства которых наиболее пригодны для использования в датчиках измерения влажности газов. В результате было установлено, что в области микроконцентраций наиболее подходящим является силикагель, который применяется в серии приборов «Исток», а в области макроконцентраций – поли-ε-капроамид, который используется в серии приборов «Волна».

Для разработки широкодиапазонного измерителя влажности СЧМ были выбраны указанные сорбенты. Основой для широкодиапазонной модели послужили СХ

ПСЧЭ для каждого из сорбентов. Для силикагеля эту характеристику можно представить составным уравнением сорбции для неоднородных сорбентов:

$$\frac{\Delta F_{H_2O}}{\Delta F_S} = \left(C_1 \varphi + \frac{k' k \varphi}{1 + k \varphi} \right), \quad (1)$$

где ΔF_S – изменение частоты ПСЧЭ от массы нанесенного силикагеля;

ΔF_{H_2O} – изменение частоты ПСЧЭ в результате сорбции воды;

k' – коэффициент, характеризующий емкость монослоя молекул воды, покрывающего поверхность сорбента;

k – коэффициент, характеризующий чистую мольную теплоту адсорбции;

C_1 – кинетическая константа, характеризующая адсорбцию по типу Дубинина-Серпинского на вторичных слоях (имеет вес в области больших концентраций влажности);

φ – относительная влажность.

Для поли-ε-капроамида СХ ПСЧЭ описывается уравнением Рунсли:

$$\frac{\Delta F_{H_2O}}{\Delta F_K} = \frac{BC\varphi}{1 + (C-1)\varphi} \left(\frac{1 - \varphi^n}{1 - \varphi} \right), \quad (2)$$

где n – максимальное число адсорбционных слоев;

ΔF_K – изменение частоты ПСЧЭ от массы нанесенного поли-ε-капроамида;

B – коэффициент, характеризующий емкость монослоя молекул воды, покрывающего поверхность сорбента;

C – коэффициент, характеризующий чистую мольную теплоту адсорбции.

Учитывая сорбционные свойства указанных сорбентов, можно комбинировать их соотношения, достигая оптимального результата по чувствительности ПСЧЭ в нужном диапазоне измерений.

Одна из проблем, которая возникнет при изготовлении ПСЧЭ с двумя сорбентами, связана с выбором способа нанесения сорбентов на КР. Сорбенты могут быть нанесены тремя способами: один поверх другого – полимерное покрытие наносится на силикагель (рисунок 1 а); в один слой, но чтобы массы сорбционных пленок с обеих сторон КР были одинаковы (рисунок 1 б); отдельно друг от друга – на разные стороны КР (рисунок 1 в).

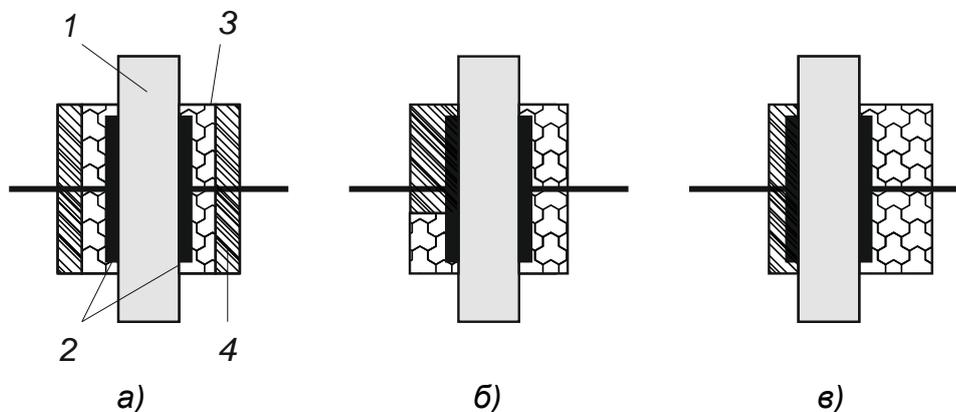


Рисунок 1 – Способы нанесения сорбентов на кварцевый резонатор:
 а – с обеих сторон один сорбент поверх другого; б – с обеих сторон с одинаковой массой; в – по разные стороны с разной массой

На рисунке 1 обозначено: 1 – пластина кварца; 2 – электроды; 3 – силикагель; 4 – поли-ε-капроамид.

ПСЧЭ, изготовленные первым из указанных способов (рисунок 1 а), имеют два существенных недостатка. Один из них связан с ухудшением динамических свойств ПСЧЭ в области микроконцентраций влаги. Это объясняется тем, что при диффузии молекул воды через наружный слой поли-ε-капроамида, который не задействован в области микроконцентраций, затрачивается дополнительное время, так как время установления равновесия прямопропорционально квадрату толщины слоя. Вторым недостатком заключается в том, что при двухслойном способе нанесения сорбентов понижается чувствительность ПСЧЭ примерно на 10 % за счет частичного блокирования полиамидом активных центров адсорбции силикагеля. В этом случае СХ ПСЧЭ принимает следующий вид:

$$\frac{\Delta F_{H_2O}}{\Delta F_{SK}} = q \left(C_1 \varphi + \frac{k'k\varphi}{1+k\varphi} \right) + (1-q) \frac{BC\varphi}{1+(C-1)\varphi} \left(\frac{1-\varphi^n}{1-\varphi} \right) + P(C_1, k', \varphi, D), \quad (3)$$

где q – весовой коэффициент, показывающий долю нанесенного силикагеля по отношению к поли-ε-капроамиду;

ΔF_{SK} – изменение частоты ПСЧЭ за счет нанесенных на него двух сорбентов;

$P(C_1, k', \varphi, D)$ – функционал, определяемый экспериментально и зависящий от параметров СХ силикагеля, влажности и площади D нанесенного полиамида на поверхность силикагеля.

При изготовлении ПСЧЭ вторым способом (рисунок 1 б), массы пленок сорбентов одинаковы. Поэтому динамические характеристики будут лучше, чем у первого способа. Однако данный вариант нанесения сорбентов на кварцевую пластину технически сложно реализовать.

В свою очередь, способ нанесения сорбентов на разные стороны кварцевой пластины лишен указанных недостатков (рисунок 1 в), поэтому был выбран для дальнейших исследований. СХ ПСЧЭ с таким способом нанесения сорбентов может быть описана следующим выражением:

$$\frac{\Delta F_{H_2O}}{\Delta F_{SK}} = q \left(C_1 \varphi + \frac{k'k\varphi}{1+k\varphi} \right) + (1-q) \frac{BC\varphi}{1+(C-1)\varphi} \left(\frac{1-\varphi^n}{1-\varphi} \right), \quad (4)$$

На рисунке 2 представлены СХ ПСЧЭ при различных значениях коэффициента q .

Как видно из рисунка 2, СХ ПСЧЭ с двумя сорбентами располагаются между СХ ПСЧЭ с чистыми поли-ε-капроамидом и силикагелем.

Чувствительность может быть оценена по следующему выражению:

$$S(\varphi) = \frac{\partial}{\partial \varphi} \left(\frac{\Delta F_{H_2O}}{\Delta F_C} \right), \quad (5)$$

где ΔF_C – изменение частоты кварцевого резонатора после нанесения на него сорбента.

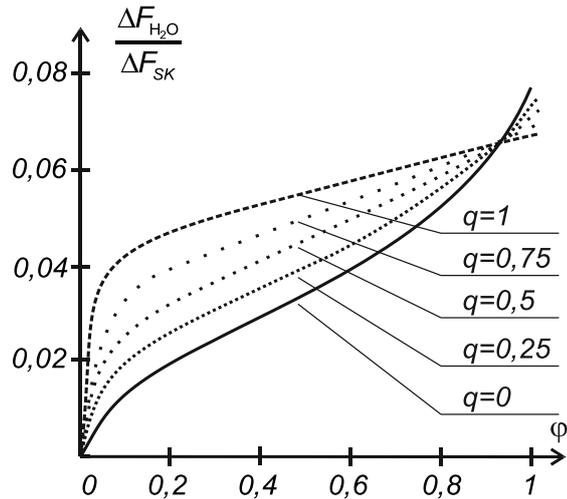


Рисунок 2 – Статические характеристики ПСЧЭ при различных значениях коэффициента q

Исходя из выражения (4), была найдена чувствительность для СХ ПСЧЭ с двумя сорбентами:

$$S(\varphi, q) = q \left(C_1 + \frac{kk'}{k\varphi + 1} - \frac{k^2 k' \varphi}{(k\varphi + 1)^2} \right) + BC(q - 1) \times \frac{(C\varphi^{n+2} - C\varphi^2 - 2n\varphi^{n+1} + n\varphi^{n+2} - \varphi^{n+2} + \varphi^2 + n\varphi^n + \varphi^n + Cn\varphi^{n+1} - Cn\varphi^{n+2} - 1)}{(\varphi - 1)^2 (C\varphi - \varphi + 1)} \quad (6)$$

На рисунке 3 приведены графики зависимости чувствительности ПСЧЭ от влажности, построенные по выражению (6), с тем же соотношением сорбентов, что и для рисунка 2.

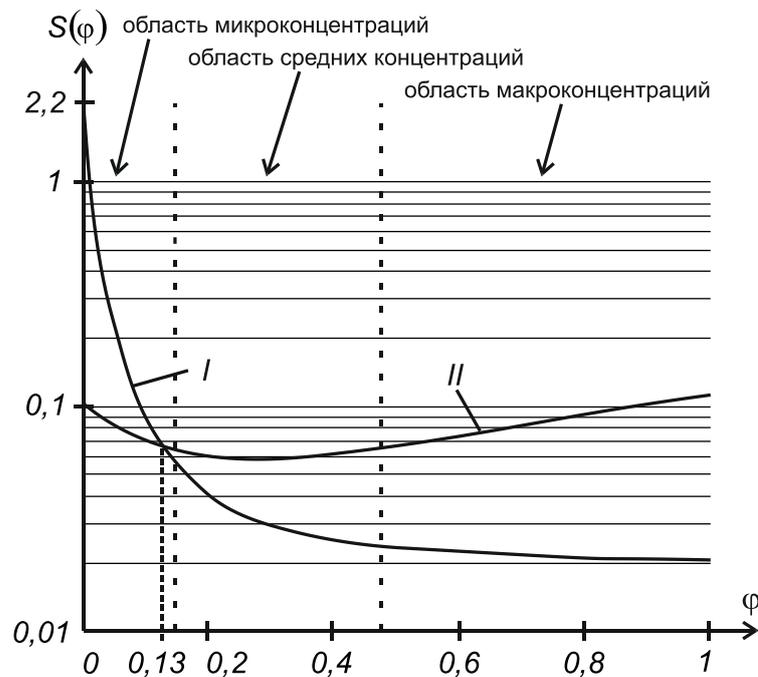


Рисунок 3 – Зависимости чувствительности ПСЧЭ от влажности при различном соотношении поли-ε-капроамида и силикагеля

При помощи метода наименьших квадратов в программе MathCAD 15 были рассчитаны оптимальные соотношения сорбентов для различных диапазонов влажности, исходя из критерия максимальной чувствительности ПСЧЭ к влаге, по следующему выражению:

$$\frac{\partial}{\partial q} \left[\sum_{i=\varphi_1}^{\varphi_0} (S(q, \varphi_i) - S_S(\varphi_i))^2 + \sum_{i=\varphi_0}^{\varphi_2} (S(q, \varphi_i) - S_K(\varphi_i))^2 \right] = 0, \quad (7)$$

где i – количество экспериментальных отсчетов;

φ_1 и φ_2 – нижний и верхний пределы диапазона влажности соответственно;

φ_0 – влажность, определяемая из условия равенства выражений СХ сорбентов.

Соотношения были найдены при помощи метода Левенберга-Марквардта, так как он показал наилучшую сходимость. Найдя вторую производную, было установлено, что точка экстремума является максимумом, а значит чувствительность в этой точке максимальна. Оптимальное соотношение сорбентов для диапазона влажности от 0 до 1 составляет 0,91 силикагеля и 0,09 поли-ε-капроамида.

Для подтверждения модели были изготовлены по три ПСЧЭ со следующими соотношениями сорбентов поли-ε-капроамид/силикагель: 1/3, 1/1, 3/1. При помощи генератора влажного газа, работающего на методе двух давлений, были сняты СХ ПСЧЭ для азота, которые приведены на рисунке 4.

На графике сплошной линией показана теоретическая СХ, рассчитанная по формуле (4), точками – усредненная экспериментальная СХ, построенная по 12 наблюдениям при относительной влажности азота: 0,05; 0,15; 0,30; 0,45; 0,60; 0,90; 0,98. Погрешность аппроксимации не превысила ±5%.

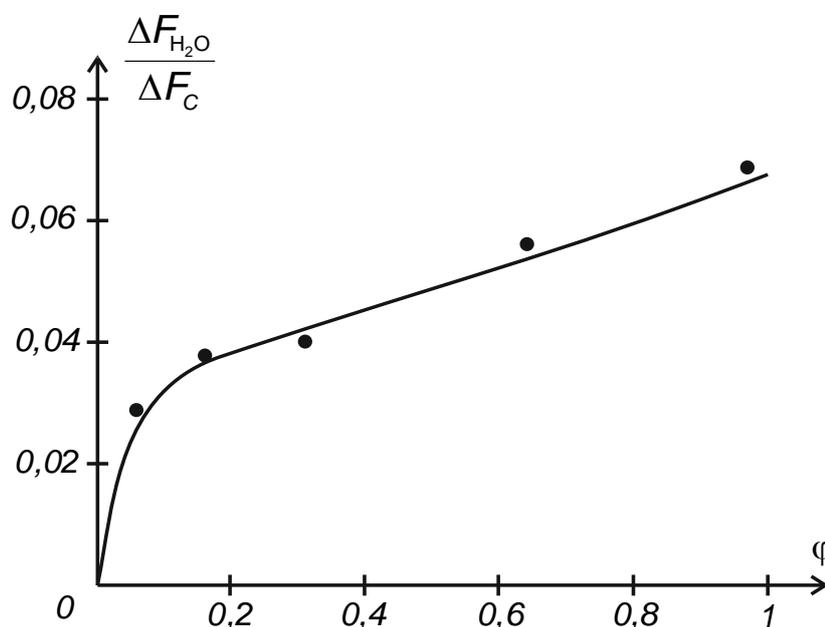


Рисунок 4 – Теоретическая и экспериментальная статические характеристики ПСЧЭ с сорбентами поли-ε-капроамида и силикагеля в пропорции 1/3

Установлено, что разработанный широкодиапазонный чувствительный элемент позволяет измерять влажность в диапазоне микро-, средних и макроконцентраций.

Третья глава посвящена разработке макета аппаратно-программного комплекса для автоматического непрерывного контроля влажности органических жидкостей.

Для проведения исследований возникла необходимость разработать схему генератора для первичного измерительного преобразователя, обеспечивающую стабильную работу ПСЧЭ в органических жидкостях, так как это не позволили осуществить классические генераторы, собранные по схемам Батлера, Колпитца, Хартли. При расчете схемы учитывались следующие требования:

1. Обеспечение стабильных колебаний ПСЧЭ в органических жидкостях с динамической вязкостью до 2 мПа·с, так как основная их масса имеет меньшую вязкость.
2. Минимум рассеиваемой мощности на ПСЧЭ (условие обеспечения стабильной работы датчика).
3. Диапазон рабочих частот от 5 до 12 МГц (необходимо для обеспечения работы датчиков с разной резонансной частотой).

На основании результатов расчета параметров элементов схемы было произведено моделирование ее работы в программе PSpice 16.5.

По результатам моделирования был собран макет первичного измерительного преобразователя. С помощью цифрового осциллографа «PCSU1000» было подтверждено, что форма и параметры сигнала на выходе преобразователя и на самом ПСЧЭ показали близкие значения к полученным в результате моделирования. При проведении опытов с органическими жидкостями (гексан, бензол и толуол), размещаемыми магнитной мешалкой, работа генератора оставалась стабильной в течении суток. Таким образом, разработанный макет первичного измерительного преобразователя полностью отвечает предъявленным требованиям и может быть использован для проведения экспериментов по измерению влажности органических жидкостей.

Приготовление образцов жидкостей с известной влажностью осуществлялось методом с использованием насыщенных растворов солей. Известно, что над ними, при неизменной температуре, влажность газа постоянна и зависит от используемой соли. В ходе эксперимента использовались насыщенные растворы следующих солей: LiBr, LiCl, MgCl₂, NaBr, NaCl и KCl, создающие при температуре плюс (20±0,1) °С относительную влажность 6 %, 12 %, 33 %, 59 %, 75 % и 85 % соответственно. Эти значения равномерно охватывают весь интервал относительной влажности от 0 до 1, поэтому подходят для проведения эксперимента.

Методом пьезокварцевого микровзвешивания было подтверждено, что используемые соли не растворяются в анализируемых образцах органических жидкостей.

Было установлено, что создаваемая насыщенными растворами солей относительная влажность совпадает с той, которую эти же растворы создают в газах. Полученные результаты были подтверждены измерениями контрольным прибором «АКВА-901». При помощи данного метода были приготовлены образцы исследуемых органических жидкостей с известной влажностью. Например, были приготовлены образцы бензола с объемными долями влаги: (36±1) млн⁻¹; (65±1) млн⁻¹; (178±4) млн⁻¹; (311±6) млн⁻¹; (459±9) млн⁻¹.

Путем осушки исследуемой жидкости или добавлением в нее воды в таком количестве, чтобы на дне сосуда она находилась в свободном виде, были получены образцы с влажностью около 0 % и около 98 % соответственно, что, например, для бензола составляет около $0,1 \text{ млн}^{-1}$ и $(540 \pm 11) \text{ млн}^{-1}$.

Для проведения экспериментов была собрана лабораторная установка, структурная схема которой показана на рисунке 5, включающая в себя следующее оборудование и химические вещества: кварцевый генератор; три ПСЧЭ с поли-ε-капроамидом и два ПСЧЭ силикагелем; лабораторный термометр «ТЛ-4 №2»; частотомер «Gwinstek GFC-8010H»; термостат «ТС-16»; дистиллированная вода; химически чистые органические жидкости: гексан, бензол, толуол; химически чистые соли: LiBr, LiCl, MgCl₂, NaBr, NaCl и KCl, силикагель; магнитная мешалка; химическая посуда.

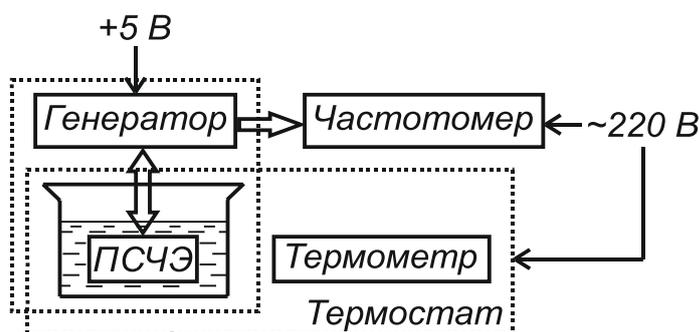


Рисунок 5 – Структурная схема лабораторной установки

Эксперимент проводился по следующей схеме. Водяным термостатом «ТС-16» задавалась температура исследуемой органической жидкости, равная плюс $(20 \pm 0,1) \text{ }^\circ\text{C}$. Контроль температуры осуществлялся лабораторным термометром «ТЛ-4 №2». ПСЧЭ погружались сначала в осушенный раствор органической жидкости, где фиксировались показания, затем последовательно в остальные растворы по мере повышения влажности. После фиксации показаний в насыщенном растворе с относительной влажностью около 98 % ПСЧЭ извлекали из исследуемого образца.

По указанной выше схеме, эксперимент проводился каждым ПСЧЭ по 12 раз во всех исследуемых органических жидкостях. Продолжительность всех экспериментов составила около 4 месяцев.

В экспериментах были использованы ПСЧЭ с силикагелем и поли-ε-капроамидом, поэтому полученные СХ могут быть описаны уравнениями (1) и (2) соответственно. При помощи этих уравнений была произведена аппроксимация экспериментальных данных для всех ПСЧЭ в исследуемых органических жидкостях. Для каждого датчика в исследуемых жидкостях были вычислены погрешности аппроксимации, которые не превысили $\pm 2,5 \%$. Методом наименьших квадратов была осуществлена параметрическая идентификация моделей. В таблице 1 представлены результаты вычислений для трех ПСЧЭ с поли-ε-капроамидом при измерениях в бензоле.

Таблица 1 – Расчетные коэффициенты уравнения (2) при измерениях в бензоле

Образцы ПСЧЭ	Значения коэффициентов		
	B	C	n
№1	$1,8 \cdot 10^{-3}$	4,48	3,5
№2	$1,9 \cdot 10^{-3}$	4,81	3,4
№3	$1,8 \cdot 10^{-3}$	4,75	3,5

Из таблицы 1 видно, что коэффициенты имеют расхождения не более 7 %, что указывает на высокую повторяемость параметров чувствительных элементов.

В качестве примера, на рисунке 6 в виде точек представлена усредненная СХ ПСЧЭ №1 в гексане. Линией построена функция по уравнению (2) с коэффициентами, взятыми из таблицы 1 для ПСЧЭ №1.

На практике наибольший интерес представляет не относительное, а абсолютное содержание влаги в органической жидкости, поэтому по оси абсцисс отложена влажность в миллионных долях.

В результате проведенных исследований на примере гексана, бензола и толуола была установлена возможность измерения влажности СЧМ жидких органических соединений. Получены зависимости частоты ПСЧЭ от влажности исследуемых органических жидкостей.

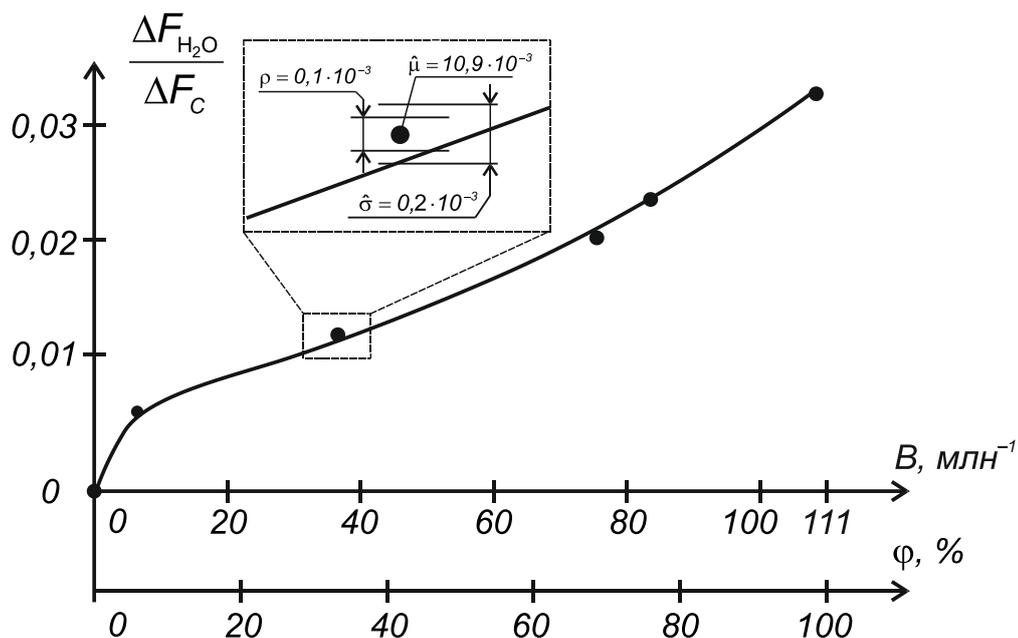


Рисунок 6 – Теоретическая и экспериментальная статические характеристики ПСЧЭ №1 в гексане

Были проведены исследования динамических характеристик процессов сорбции/десорбции ПСЧЭ с поли-ε-капроамидом и силикагелем, а также широкодиапазонными ПСЧЭ с соотношением сорбентов 1/1. Измерения проводились во всех исследуемых жидкостях.

Исследовались следующие динамические характеристики:

- время начала реагирования $T_{НР}$;
- время задержки начала процессов сорбции/десорбции $T_{0,1}$;

- постоянная времени процессов сорбции/десорбции τ ;
- время переходного процесса $T_{0,95}$;
- полное время установления показаний $T_{п}$.

Анализ динамических характеристик показал, что способ нанесения одного сорбента на одну сторону, а другого сорбента на другую сторону КР является наиболее эффективным.

По результатам экспериментов был спроектирован и изготовлен макет аппаратно-программного комплекса с микропроцессорным управлением, позволяющий осуществлять непрерывный контроль влажности органических жидкостей, структурная схема которого приведена на рисунке 7.

На рисунке 7 обозначено: ФНЧ – фильтр низкой частоты, УНЧ – усилитель низкой частоты.

В макете измерителя было использовано два датчика, которые одновременно погружаются в измеряемую среду. В качестве одного из них был использован ПСЧЭ, а в качестве другого – опорный кварцевый резонатор.

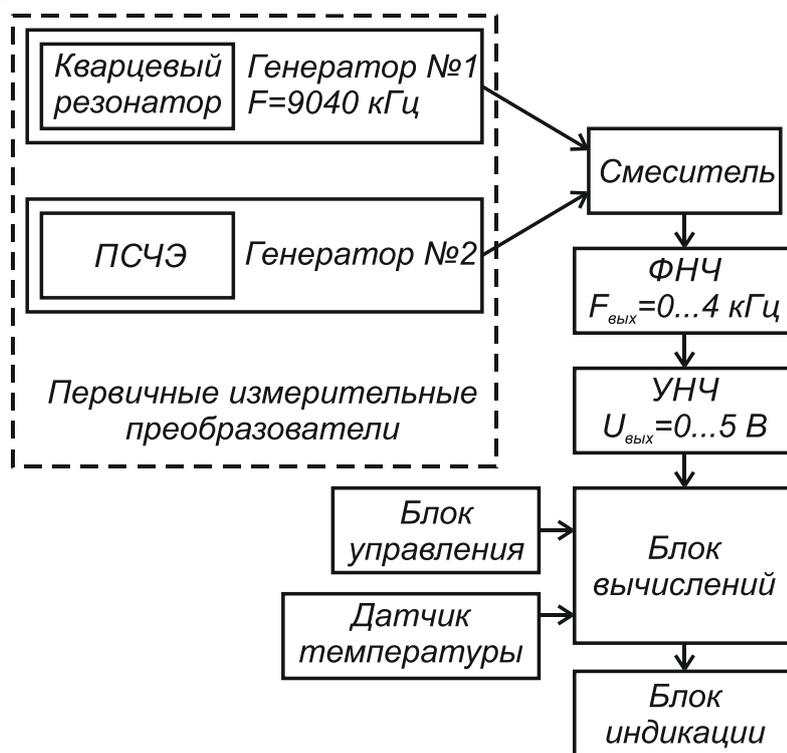


Рисунок 7 – Структурная схема макета аппаратно-программного комплекса

ПСЧЭ и кварцевый резонатор совместно со своими схемами генераторов образуют первичные измерительные преобразователи. Используемое схемное решение необходимо для уменьшения влияния вязкости анализируемых жидкостей, а также способствует уменьшению влияния дестабилизирующих факторов окружающей среды, например, температуры. Сигналы с первичных измерительных преобразователей поступают на смеситель, на выходе которого при помощи ФНЧ формируется разностная частота датчиков. Далее сигнал усиливается и передается на блок вычислений, в котором он обрабатывается в соответствии с параметрами, заданными блоком

управления. Блоком индикации отображается влажности в относительной и абсолютной величине.

Для микропроцессора, который находится в блоке вычислений, на языке программирования «С++» была написана управляющая программа. Для уменьшения погрешности аппроксимации и для увеличения быстродействия измерений в программе была реализована аппроксимация СХ полиномом 5-ой степени. В результате погрешность аппроксимации не превысила $\pm 10^{-5}$ %. Также в управляющей программе осуществлена поддержка передачи информации о результатах измерений в АСУТП по протоколу RS-485.

Для возможности внедрения результатов исследований был проведен анализ регламента комбинированной установки ГК-3 НПЗ ОАО «АНХК» который показал, что разработанный аппаратно-программный комплекс может быть использован для контроля влажности фракции 30-180 в блоке АТ и фракции 130-КК в блоке КК.

В четвертой главе разработаны математические модели погрешностей предложенных ПСЧЭ, а также метрологическое обеспечение для макета аппаратно-программного комплекса.

При условии статистической независимости всех составляющих суммарной погрешности разработанного макета аппаратно-программного комплекса, при температуре измерений плюс $(20 \pm 0,1)$ °С эта погрешность составляет $\pm 2,4$ %, при температуре плюс (20 ± 10) °С она составляет ± 6 %.

Была осуществлена проверка гипотезы о нормальности распределения суммарной погрешности макета измерителя при помощи критерия χ^2 -Пирсона. Гипотеза была подтверждена при уровне значимости критерия 0,05 и числе степеней свободы 3 по результатам проведения 60 опытов.

В заключении сформулированы основные результаты работы.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ РАБОТЫ

1. Теоретический анализ вопросов измерения влажности органических жидкостей в АСУТП указал на отсутствие методов, позволяющих изготавливать на их основе приборы, обеспечивающие непрерывный неразрушающий контроль влажности органических жидкостей. Экспериментально установлено, что для поставленной задачи подходит СЧМ.
2. Разработаны чувствительные элементы, позволяющие осуществлять измерения влажности в широком диапазоне ее концентраций. Экспериментально подтверждены математические модели широкодиапазонных чувствительных элементов для областей микро- и макроконцентраций влажности, основанные на одновременном использовании сорбентов силикагеля и поли-ε-капроамида на одной кварцевой пластине. Исследования динамических характеристик и анализ чувствительности ПСЧЭ показали, что наиболее эффективным способом является нанесение сорбентов по одному на каждую сторону кварцевой пластины. Оптимальное соотношение силикагеля и поли-ε-капроамида для диапазона от-

носительной влажности от 0 до 1, исходя из критерия максимальной чувствительности ПСЧЭ, составляет соответственно 91 % и 9 %. Расхождение между экспериментальными данными и предложенной моделью не превысило ± 5 %.

3. Сконструирована лабораторная установка для проведения экспериментальных исследований. Предложен способ приготовления органических жидкостей с известной влажностью с использованием насыщенных растворов солей, позволяющий осуществлять калибровку и юстировку влагомеров. Осуществлена идентификация параметров СХ ПСЧЭ со средней ошибкой аппроксимации, не превышающей $\pm 2,5$ %.
4. Разработан и изготовлен макет аппаратно-программного комплекса с микропроцессорным управлением, обеспечивающий непрерывные измерения влажности органических жидкостей при их неразрушающем контроле в АСУТП при времени установления показаний не более 40 секунд и имеющий стандартизированный токовый выход в диапазоне 4...20 мА. Для макета комплекса написана управляющая программа на языке программирования «С++», позволяющая передавать информацию о результатах измерений в АСУТП по протоколу RS-485. На основе проведенного анализа регламента установки ГК-3 НПЗ ОАО «АНХК» установлено, что разработанный макет позволяет осуществлять контроль влажности органических жидкостей при непрерывных измерениях на линиях 91в и 514 цеха №11 установки ГК-3 НПЗ ОАО «АНХК».
5. Разработано метрологическое обеспечение для макета аппаратно-программного комплекса. Проведен анализ составляющих суммарной погрешности разработанного комплекса, которая составила $\pm 2,4$ % при температуре измерений плюс $(20 \pm 0,1)$ °С, и ± 6 % при температуре плюс (20 ± 10) °С.

Получено заключение о возможности использования результатов диссертационной работы для осуществления автоматизированного контроля влажности продуктов нефтепереработки на установке ГК-3 НПЗ ОАО «АНХК». Результаты диссертационной работы рекомендованы к внедрению при проведении лабораторных анализов топлив на ФГКУ комбинат «Прибайкалье» Росрезерва, г. Усолжье–Сибирское, а также в учебном процессе в Ангарской государственной технической академии при изучении следующих дисциплин: «Электрические измерения неэлектрических величин», «Метрология, стандартизация и сертификация», «Эффективность информационно-измерительных систем».

ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

В изданиях, рекомендованных ВАК:

1. **Мазур, В. Г.** Исследование широкодиапазонных пьезокварцевых влагочувствительных элементов [Текст] / В. Е. Иващенко, В. Г. Мазур, А. Д. Пудалов // Известия Томского политехнического университета – Томск : Издательство ТПУ, 2012. – Т. 321, №4. – С. 160–165.
2. **Мазур, В. Г.** Применение сорбционно-частотного метода для измерения влажности неполярных органических жидкостей [Текст] / Т. С. Воронова, В. Г. Мазур,

- А. Д. Пудалов // Современные технологии. Системный анализ. Моделирование. – Иркутск : Издательство ИргУПС, 2012. – №2 (34). – С. 114 -118.
3. **Мазур, В. Г.** Исследование возможности применения сорбционно-емкостных датчиков для измерения влажности неполярных органических жидкостей на примере бензола [Текст] / В. Е. Иващенко, В. Г. Мазур, И. А. Мамруков, А. Д. Пудалов // Современные технологии. Системный анализ. Моделирование. Иркутск : Издательство ИргУПС, 2013. – №3 (39). – С. 215–220.
 4. **Мазур, В. Г.** Анализ суммарной погрешности сорбционно-частотного измерителя влажности органических жидкостей [Текст] / Ю. А. Липнин, В. Г. Мазур, А. Д. Пудалов // Современные технологии. Системный анализ. Моделирование. Иркутск : Издательство ИргУПС. – 2014. – № 1 (41). – С. 153–160.

В других изданиях:

5. **Мазур, В. Г.** Современные приборы и используемые ими методы для измерения влажности органических жидкостей [Текст] / В. Е. Иващенко, В. Г. Мазур // Современные проблемы радиоэлектроники и связи : материалы IX Всероссийской научно-технической конференции студентов, аспирантов и молодых учёных. – Иркутск : Издательство ИргТУ, 2010. – 280 с.
6. **Mazur, V. G.** Application of the sorption-frequency method in comparison with other methods for measurement of humidity nanoconcentrations in gases and liquids [Text] / V. E. Ivashenko, V. G. Mazur, M. A. Tomilin // IEEE 2nd Russia School and Seminar MNST. – Novosibirsk, 2010. – P. 45–47.
7. **Мазур, В. Г.** Применение сорбционно-частотного метода для измерения влажности неполярных органических жидкостей на примере бензола [Текст] / В. Г. Мазур, А. Д. Пудалов // Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения / Материалы Международной научно-технической конференции «INTERMATIC – 2012» / Под ред. академика РАН Сигова А. С. – М. : МГТУ МИРЭА – ИРЭ РАН, 2012. – Ч. 1. – С. 138–141.
8. **Мазур, В. Г.** Сорбционно-частотный метод измерения влажности газов и жидких органических соединений [Текст] / В. Е. Иващенко, В. Г. Мазур, А. Д. Пудалов // Математические методы в технике и технологиях : Сб. трудов XXV Междунар. науч. конф. – Волгоград : Изд-во ВолгГТУ, 2012. – Т. 11. – С. 11–16.
9. **Мазур, В. Г.** Измерение относительной влажности гексана сорбционно-частотным методом [Текст] / Т. С. Воронова, В. Г. Мазур, А. Д. Пудалов // Современные проблемы радиоэлектроники и связи: материалы X и XI Всеросс. научн.-техн. конф. студентов, аспирантов и молодых ученых / под ред. А. И. Агарышева, Е.М. Фискина. – Иркутск : Изд-во ИргТУ, 2012. – Ч. 1. – С. 86–90.
10. **Мазур, В. Г.** Исследование сорбционно-частотного метода при измерении влажности органической жидкости на примере гексана [Текст] / В. Г. Мазур // Сборник трудов международного молодежного конкурса научно-исследовательских работ «Студент и научно-технический прогресс» –Таганрог : Изд-во ЮФУ, 2012. – С. 200–203.
11. **Мазур, В. Г.** Измерение влажности бензола сорбционно-частотным методом [Текст] / В. Г. Мазур, А. Д. Пудалов // Электронные приборы, системы и технологии:

сборник научных трудов II Всероссийской научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых – Томск : Издательство ТПУ, 2012. – С. 52–55.

12. **Мазур, В. Г.** Измеритель эквивалентных параметров кварцевых резонаторов [Текст] / Р. О. Кузнецов, В. Г. Мазур, А. Д. Пудалов // Сборник научных трудов: Техническая кибернетика. Химия и химические технологии. Строительство. Общественные науки. Спортивная медицина. – Ангарск : Издательство АГТА, 2013. – С. 21–28.
13. **Мазур, В. Г.** Разработка и исследование схемы генератора для пьезо-сорбционного чувствительного элемента [Текст] / В. Г. Мазур, А. Д. Пудалов // Математические методы в технике и технологиях – ММТТ-26: сб. труд. XXVI Междунар. науч. конф.: в 2-х ч. – Ч. 1./ под общ. ред. А.А. Большакова. – Ангарск : Издательство АГТА, 2013. – С. 64–68.
14. **Мазур, В. Г.** Автоматизированный измеритель эквивалентных параметров пьезо-сорбционных чувствительных элементов [Текст] / Р. О. Кузнецов, В. Г. Мазур, А. Д. Пудалов // Математические методы в технике и технологиях – ММТТ-26: сб. труд. XXVI Междунар. науч. конф.: в 2-х ч. Ч. 1./ под общ. ред. А.А. Большакова. – Саратов : Издательство СГТУ, 2013. – С. 233-236.
15. **Мазур, В. Г.** Исследование сорбционно-емкостного метода измерения влажности бензола датчиками фирмы Honeywell [Текст] / В. Г. Мазур, А. Д. Пудалов // Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения / Материалы Международной научно-технической конференции «INTERMATIC– 2013» / Под ред. академика РАН А. С. Сигова. – М. : Энергоатомиздат, 2013, Ч. 3. – С. 158–161.