

ВІННИЦЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

Іщенко Віталій Анатолійович

УДК 681.542.32+543.27.08

**ВИСОКОЧУТЛИВИЙ ЗАСІБ КОНТРОЛЮ МАЛИХ
КОНЦЕНТРАЦІЙ ГАЗІВ НА ОСНОВІ МЕТОДУ
ІНТЕГРУВАЛЬНОЇ СФЕРИ**

Спеціальність 05.11.13 – Прилади і методи контролю
та визначення складу речовин

Автореферат

дисертації на здобуття наукового ступеня
кандидата технічних наук

Вінниця – 2009

Дисертацією є рукопис.

Роботу виконано у Вінницькому національному технічному університеті Міністерства освіти і науки України.

Науковий керівник: доктор технічних наук, професор
ПЕТРУК Василь Григорович,
Вінницький національний технічний університет,
декан факультету екології та екологічної кібернетики,
завідувач кафедри екології та екологічної безпеки

Офіційні опоненти: доктор технічних наук, професор
ПОРЄВ Володимир Андрійович,
Національний технічний університет України “Київський
політехнічний інститут”, завідувач кафедри наукових,
аналітичних та екологічних приладів і систем

доктор технічних наук, професор
ТЕПЛЮХ Зеновій Миколайович,
Національний університет “Львівська політехніка”,
професор кафедри автоматизації теплових і хімічних
процесів

Захист відбудеться “13” березня 2009 р. о 9³⁰ год. на засіданні спеціалізованої вченої ради Д 05.052.02 у Вінницькому національному технічному університеті за адресою: 21021, м. Вінниця, вул. Хмельницьке шосе, 95, ГУК, ауд. 210.

З дисертацією можна ознайомитись у бібліотеці Вінницького національного технічного університету за адресою: 21021, м. Вінниця, вул. Хмельницьке шосе, 95.

Автореферат розісланий “12” лютого 2009 р.

Вчений секретар

спеціалізованої вченої ради

С. В. Павлов

ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

Актуальність теми. Нині існує багато різноманітних методів контролю газоподібних речовин у повітрі: оптичні, електрохімічні, хроматографічні, каталітичні, термохімічні та ін. Але у багатьох випадках вони не можуть забезпечити високу чутливість, точність і експресність вимірювань та вірогідність контролю. Разом з тим, ці методи є головними, оскільки гранично допустимі концентрації більшості забруднювальних газів є занадто малими (на рівні 10^{-3} мг/м³ і менше). Застосування відомих високочутливих методів є дорогим, а інколи і занадто складним завданням. Тому важливим напрямком роботи є розроблення нових та вдосконалення існуючих методів і засобів контролю малих концентрацій газів, а також підвищення чутливості і точності вимірювань та вірогідності контролю з одночасним зменшенням вартості та складності інструментальної бази.

Значний вклад у розробку методів і засобів контролю газів внесли наукові школи Стенцеля Й. І., Пістуна Є. П., Дашковського О. А., Єрьоміної Б.Г., Зуєва В. Є., а також такі вчені як Шиманський Г., Шефер К., Порєв В. А., Теплюх З. М., Петрук В.Г., Осадчук О. В. та інші.

Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами. Робота виконувалася за держбюджетною темою “Дослідження спектрофотометричних характеристик світлорозсіювальних середовищ для екологічного моніторингу довкілля” (№ ДР 0105U002417), у виконанні якої автор приймав безпосередню участь як виконавець.

Мета і завдання дослідження. Метою досліджень є зниження порогу чутливості, збільшення точності вимірювань і підвищення вірогідності контролю малих концентрацій газів на основі методу інтегрувальної сфери та розроблення відповідного високочутливого засобу контролю.

Для досягнення вказаної мети необхідно розв'язати такі завдання:

- здійснити аналіз існуючих методів та засобів контролю концентрації газів;
- вдосконалити математичну модель перенесення випромінювання через газове середовище у первинному вимірювальному перетворювачі, виконаному у вигляді інтегрувальної сфери, та дослідити вплив зовнішніх факторів на дану модель;
- встановити оптимальні характеристичні довжини хвиль, на яких визначенню вмісту контрольованого газу не заважали б інші присутні у повітрі компоненти;
- вдосконалити метод інтегрувальної сфери і розробити відповідний засіб контролю малих концентрацій газів;
- дослідити статичні метрологічні характеристики засобу контролю малих концентрацій газів та розробити його функціональну і структурну схеми, а також алгоритм роботи;
- здійснити експериментальні дослідження з метою перевірки математичної моделі перенесення випромінювання через газове середовище у первинному вимірювальному перетворювачі, виконаному у вигляді інтегрувальної сфери.

Об'єкт досліджень – процес контролю малих концентрацій газів на основі методу інтегрувальної сфери.

Предмет дослідження – малі концентрації газів у повітрі та метрологічні характеристики високочутливого засобу контролю.

Методи дослідження засновані на теорії перенесення випромінювання через неоднорідне середовище, яка використовувалась для виведення математичної моделі перенесення випромінювання в інтегрувальній сфері; методи математичного моделювання і статистики, які були застосовані для обробки експериментальних результатів; теорії вимірювань, контролю та похибок використовувались для визначення вірогідності

контролю малих концентрацій газів, а також для оцінювання похибок, які виникають при використанні високочутливого засобу контролю малих концентрацій газів.

Наукова новизна одержаних результатів.

1. Вперше запропоновано багат шарове інтерференційне покриття на внутрішній поверхні сферичного первинного перетворювача, що дозволило в інфрачервоному діапазоні довжин хвиль збільшити на 1,5-2 % коефіцієнт відбивання внутрішніх стінок сфери, внаслідок чого підвищується її внутрішня опроміненість, і, відповідно, поріг чутливості вимірювань малих концентрацій газів до $7,45 \cdot 10^{-7}$ мг/м³.

2. Отримав подальшого розвитку метод інтегрувальної сфери із заповненням об'єктом контролю (газовою сумішшю) об'єму сферичної порожнини з використанням аналогічного каналу порівняння, що дозволяє, на відміну від існуючих методів, підвищити точність вимірювань у 1,2-1,5 разів і вірогідність контролю малих концентрацій газів до рівня 0,967.

3. Вдосконалено математичну модель перенесення випромінювання у сферичному первинному вимірювальному перетворювачі, коли об'єкт вимірювального контролю – досліджуване повітря (газова суміш) – рівномірно заповнює сферичну порожнину, що дало можливість врахувати впливні фактори, а також зменшити методичну похибку вимірювань та підвищити вірогідність контролю малих концентрацій газів.

4. Дістало подальшого розвитку обґрунтування вибору характеристичних смуг поглинання випромінювання суміші газів в інфрачервоній області спектру, що дозволило зменшити систематичну складову похибки вимірювань малих концентрацій контрольованого газу.

Практичне значення одержаних результатів полягає у розробленні високочутливого засобу контролю малих концентрацій газів. До результатів, одержаних у дисертаційній роботі і які мають практичну цінність, належать:

1. Визначено оптимальні характеристичні довжини хвиль поглинання випромінювання найпоширенішими газами, на яких доцільно проводити вимірювання їх концентрацій. Довжини хвиль вибрані з урахуванням спектрів забруднювальних газів, а також наявності основних атмосферних газів, які можуть заважати визначенню концентрації перших.

2. Вдосконалено конструкцію оптичного первинного перетворювача та розроблено функціональну і структурну схеми високочутливого засобу контролю малих концентрацій газів на його основі, що дозволило знизити поріг чутливості та підвищити точність вимірювань порівняно з іншими засобами.

3. Розроблено алгоритм визначення малих концентрацій газів за допомогою високочутливого засобу контролю на основі методу інтегрувальної сфери із рівномірним заповненням всього об'єму газом.

За безпосередньою участю автора розроблено і впроваджено окремі результати дисертаційної роботи:

1) у Державному управлінні охорони навколишнього природного середовища у Вінницькій області;

2) у навчально-методичному процесі Вінницького національного технічного університету, зокрема, для студентів спеціальності 7.070801 “Екологія та охорона навколишнього середовища”.

Особистий внесок здобувача. Основні наукові положення і результати дисертаційної роботи отримані автором самостійно або при його безпосередній участі. Особистий внесок здобувача в роботах, опублікованих у співавторстві, такий: в роботах [1] – проведено аналіз сучасного стану газоаналізаторного обладнання та запропоновано алгоритм роботи засобу контролю малих концентрацій газів; [7, 10, 11] – описано про-

блему забруднення повітря житлових приміщень продуктами горіння природного газу; [2, 8] – проаналізовано вплив зовнішніх факторів на процес перенесення випромінювання в оптичному сферичному перетворювачі; [4, 9] – досліджено вплив умов проведення вимірювань на вигляд математичної моделі оптичного сферичного перетворювача; [3] – запропоновані оптимальні характеристичні смуги поглинання інфрачервоного випромінювання для ряду газів; [5, 12] – запропоновано загальний принцип роботи засобу контролю малих концентрацій газів; [15] – запропоновано додатково наносити на внутрішню поверхню сферичного вимірювального перетворювача Al_2S_3 для збільшення коефіцієнту відбивання стінок сфери; [13, 14] – розроблено структурну і функціональну схеми засобу контролю малих концентрацій газів; [6] – здійснено аналіз статичних метрологічних характеристик засобу контролю малих концентрацій газів.

Апробація результатів дисертації. Викладені у дисертації положення доповідалися на таких наукових конференціях та симпозіумах: VII та VIII МНТК “КУСС-2003” та “КУСС-2005” (м. Вінниця, 2003 р., 2005 р.); VI та VII Всеукраїнських наукових конференціях студентів і аспірантів (м. Одеса, 2004 р., 2005р.); VIII науковій конференції ТДТУ ім. І.Пулюя (м. Тернопіль, 2004 р.); III Міжнародній конференції по оптоелектронним інформаційним технологіям “PHOTONICS-ODS 2005” (м. Вінниця, 2005 р.); XIII МНТК “Автоматика-2006” (м. Вінниця, 2006 р.); МНПК “I-й всеукраїнський з’їзд екологів” (м. Вінниця, 2006 р.); Міжнародному симпозіумі “Міжрегіональні проблеми екологічної безпеки” (м.Одеса, 2007 р.). Крім того, починаючи з 2003 року, результати дисертаційної роботи представлялися і обговорювалися на наукових семінарах та щорічних науково-технічних конференціях Вінницького національного технічного університету.

Публікації. Основні результати дисертації опубліковані у 15 наукових публікаціях, у тому числі 6 статтях у фахових журналах, що входять до переліку ВАК України, 8 тезах доповідей науково-технічних конференцій та 1 патенті на корисну модель.

Структура та об’єм роботи. Дисертаційна робота складається із вступу, чотирьох розділів (які містять 66 рисунків і 8 таблиць), висновків, списку використаних літературних джерел (168 бібліографічних посилань) і 7 додатків. Загальний обсяг дисертації складає 171 сторінку, з яких основний зміст викладено на 133 сторінках.

ОСНОВНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ

У **вступі** обґрунтовано актуальність теми, її зв’язок із науковими темами досліджень та показано необхідність розроблення високочутливих і високоточних засобів контролю малих концентрацій газів. Сформульовано мету та задачі дослідження. Визначено наукову новизну та практичну цінність отриманих результатів, конкретну участь автора, апробацію результатів та структуру дисертації.

У **першому розділі** розглянуто особливості газів як об’єктів контролю, наведено класифікацію та проаналізовано сучасні методи і прилади визначення концентрації газів у повітрі на предмет можливості їх застосування до об’єктів з малою концентрацією (10^{-3} мг/м³ і менше). Здійснено аналіз рівняння перенесення випромінювання в газовому середовищі та методів його розв’язку. Встановлено, що найдоцільнішим для газового аналізу є використання оптичних методів, серед яких для розв’язання поставлених задач найкращим є метод інфрачервоної абсорбційної спектроскопії. Тому також розглянуті особливості застосування інфрачервоного випромінювання в абсорбційній спектроскопії. У результаті аналізу первинних вимірювальних перетворювачів встановлено, що найдоцільнішим є використання двох інтегровальних сфер, одна з яких заповнюється повітрям (газовою сумішшю) із відомим складом, а інша – аналізованим повітрям. У підсумку констатується необхідність вдосконалення існуючих методів визначення малих концентрацій газів і розроблення відповідного високочутливого засобу

контролю, які б задовольняли таким вимогам, як високі чутливість і точність, низька вартість та покращені метрологічні характеристики.

Другий розділ присвячено аналізу відомих математичних моделей фізичних процесів поглинання випромінювання газами у інтегровальній сфері та їх вдосконаленню. Для розроблення математичної моделі перенесення випромінювання у сферичному вимірювальному перетворювачі за основу взято метод інтегровальної сфери, а саме випадок, коли досліджуваний зразок – газ – заповнює весь об'єм сфери. На основі закону Бугера із врахуванням особливостей конструкції первинного вимірювального перетворювача, ефекту Доплера та інших впливних факторів отримано математичну модель перенесення випромінювання у сферичному вимірювальному перетворювачі засобу контролю малих концентрацій газів

$$I_l = I_0 \cdot \exp \left(\frac{C \cdot k_n(\nu) \cdot \frac{8319,4675 \cdot T}{P} \cdot D \cdot \cos \alpha \cdot \left(1 - \frac{4}{\lg \rho'} \right)}{M \cdot 10^6 \cdot \rho' \cdot \frac{S - S_{отв}}{S}} \right), \quad (1)$$

де I_l – інтенсивність випромінювання, яке пройшло через досліджуваний газ і реєструється приймачем; I_0 – початкова інтенсивність випромінювання; C – концентрація досліджуваного газу; $k_n(\nu)$ – коефіцієнт поглинання випромінювання досліджуваним газом; T – температура всередині перетворювача; P – тиск всередині перетворювача; D – діаметр сферичного вимірювального перетворювача; α – кут падіння пучка випромінювання на стінки сферичного вимірювального перетворювача; ρ' – коефіцієнт відбивання стінок сферичного вимірювального перетворювача; S – площа сферичного вимірювального перетворювача; $S_{отв}$ – площа робочих отворів сферичного вимірювального перетворювача; M – молярна маса досліджуваного газу.

Далі розглянуто, яким чином умови проведення вимірювань із використанням інтегровальної сфери можуть впливати на інформативний параметр, на інші складові математичної моделі та на процес вимірювання взагалі. Для цього була проаналізована вищезгадана математична модель. В результаті встановлено, що для забезпечення мінімального порогу чутливості засобу контролю концентрації газів краще проводити, маючи якомога більший діаметр оптичного сферичного перетворювача. Однак ефективно значення його має визначатися співвідношенням $S/S_{отв}$ із врахуванням оптико-геометричних параметрів засобу контролю (рис. 1).

Також визначено, що вплив тиску і температури середовища настільки незначний, що зміна цих параметрів фактично не впливає на зміну інтенсивності випромінювання, яке поглинається досліджуваним газом. Тому коливання даних складових варто враховувати у нашій моделі лише для забезпечення необхідної точності вимірювань.

Виявлено залежність результату вимірювань від кута α , під яким випромінювання входить до сферичного перетворювача. Із його збільшенням зменшується довжина шляху пучка випромінювання всередині сфери. І тому випромінювання буде менше поглинатись досліджуваним газом. А, отже, й інтенсивність випромінювання, яке попадає на приймач, буде більшою. У нашому випадку це небажано, оскільки буде зменшуватись частка поглинутого випромінювання. А це призведе до зниження чутливості у 1,5-2 рази.

Для усереднених значень вимірювальних параметрів (температура – 293°К, тиск – 1 атмосфера (101,325 кПа)) та концентрації газу 10 мг/м³ (1,53·10⁻⁷ моль/л

для SO₂) за результатами моделювання отримано такі значення похибок: абсолютна похибка нелінійності номінальної функції перетворення $\Delta y_n = 0,0034 \text{ мг/м}^3$ (рис. 2), відносна похибка нелінійності номінальної функції перетворення $\delta_n = 0,34 \%$ (рис. 3), абсолютна мультиплікативна похибка $\Delta y_m = 0,6592 \text{ мг/м}^3$, абсолютна адитивна похибка $\Delta y_a = 0,048 \text{ мг/м}^3$.

У **третьому розділі** представлено структурну схему високочутливого засобу контролю малих концентрацій газів (рис. 4). При цьому основний структурний блок розробленого засобу контролю – оптичний первинний вимірювальний перетворювач – представляє собою сферу, всередину якої закачується досліджуване повітря і відбувається поглинання інфрачервоного випромінювання атомами і молекулами визначуваного газу. У даній роботі відомі сферичні інтегральні резонатори вдосконалені з метою забезпечення високих чутливості розробленого засобу і точності вимірювань. Конструкція первинного оптичного вимірювального перетворювача також повинна передбачати наявність вимірювального каналу порівняння. Він реалізований у вигляді другої сфери (ідентичної вищенаведеної), в якій знаходиться повітря (газова суміш) відомого складу.

При цьому ліквідується похибка, пов'язана із різними умовами проведення вимірювань у досліджуваному газі і повітрі відомого складу, оскільки при одночасному вимірюванні у вимірювальному каналі і каналі порівняння такі умови будуть ідентичними. Також розглядається можливість використання в якості первинного вимірювального перетворювача не двох ідентичних сфер, а лише однієї. При цьому реалізується метод заміщення, а не метод порівняння. Але може з'явитися похибка вимірювань, пов'язана із нестабільністю в часі складу повітря. Однак зникає похибка, викликана можливими, навіть мінімальними, конструктивними відмінностями між двома сферами та обома приймачами випромінювання. До того ж, значно спрощується конструкція всього засобу контролю.

Враховуючи те, що вимірювання здійснюються у ближній інфрачервоній області, найоптимальнішим матеріалом для внутрішніх стінок оптичного первинного перетворювача з точки зору відбивної здатності є алюміній із нанесеними на нього по-черзі плівками Al₂O₃ та Al₂S₃. Коефіцієнт відбивання такого покриття у досліджуваному діапазоні довжин хвиль складає 97,3 – 98,1 %, що забезпечує низький поріг чутливості та високі точність вимірювань і вірогідність контролю малих концентрацій газів.

Також виведене рівняння перетворення оптичного сигналу у вимірювальному каналі розробленого засобу контролю із врахуванням перетворень у його окремих функціональних блоках

$$I_l = I_0 \cdot e^{\left(\frac{-C \cdot k_n(\nu) \cdot \frac{8319,4675(80N_T \cdot U_0 + 223 \cdot 2^n)}{23000,138N_P \cdot U_0 + 20000,115 \cdot 2^n} \cdot D \cdot \cos \alpha \cdot \left(1 - \frac{4}{\lg \rho'}\right)}{M \cdot 10^6 \cdot \rho' \cdot \frac{S - S_{ome}}{S}} \right)}, \quad (2)$$

де N_T , N_P – коди на виході АЦП, з'єднаного із давачами температури T і тиску P ; U_0 – напруга опорного джерела живлення; n – розрядність АЦП.

Оцінено й інші статичні метрологічні характеристики розробленого засобу контролю. Так, розраховано загальний рівень шумів приймача випромінювання – $1,082 \cdot 10^{-8}$ В. Вважається, що пороговим потоком випромінювання, який приймач може зареєструвати, є така його величина, яка дорівнює сигналу шумів. Але для ефективної роботи необхідно, щоб сигнал шумів був незначним на фоні інформативного сигналу. Тому, враховуючи отримане значення шумів приймача випромінювання та його функцію пе-

ретворення, визначаємо, що пороговим потоком випромінювання у нашому випадку буде $\Phi_n = 10^{-10}$ Вт.

Далі розрахуємо мінімальну концентрацію газу, яку можна визначити розробленим засобом, виразивши її із (1). Вважатимемо, що концентрація газу така, що у первинному вимірювальному перетворювачі поглинається 10^{-10} Вт випромінювання (розрахований пороговий потік) на довжині хвилі $\lambda = 6$ мкм, а інтенсивність випромінювання на вході перетворювача $I_0 = 1,5$ мВт. Отже, $I_l = I_0 - \Phi_n = 1,49999999 \cdot 10^{-3}$ Вт. Значення решти параметрів приймаємо такими: $D = 10$ см; $\rho' = 0,97$; $S_{ome} = 2,355$ см²; $\alpha = 60^\circ$. Розраховане мінімальне значення концентрації дорівнюватиме $C_{min} = 4,34 \cdot 10^{-4}$ мг/м³.

Для сталого значення тиску $P = 101325$ Па C_{min} зменшується при зростанні температури. А от при сталій температурі 293°К (20°С) мінімальна концентрація газу, навпаки, збільшується із зростанням тиску.

Ще меншу концентрацію газів можна виявити, якщо використовувати потужніше джерело випромінювання (наприклад з потужністю 200 мВт), покращити якість покриття внутрішніх стінок сферичного первинного вимірювального перетворювача (досягнувши коефіцієнту відбивання стінок 99 %), а також збільшивши його діаметр (наприклад, до 15 см). У цьому випадку поріг чутливості дорівнюватиме $7,45 \cdot 10^{-7}$ мг/м³ (рис. 5). Порівнявши отримані значення із гранично допустимими концентраціями (ГДК) найпоширеніших забруднювальних газів, відносно яких здійснюється контроль за допомогою розробленого засобу, видно, що можливість визначення малих концентрацій газів на рівні, меншим за ГДК, забезпечується.

Основними джерелами інструментальних похибок в розробленому засобі є: джерело випромінювання, яке встановлюється на відповідну довжину хвилі із певною похибкою Δ_{λ} , яка зумовлюється якістю його виготовлення; якість покриття внутрішньої поверхні оптичного сферичного первинного перетворювача (до цієї складової похибки також може входити похибка, викликана зміною кута відбивання і довжини шляху пучка випромінювання через шороховатості на нанесеному покритті); похибки давачів тиску і температури; похибка перетворення приймача випромінювання; похибка АЦП.

До методичних похибок відносяться похибка вимірювального перетворення математичної моделі перенесення випромінювання через сферичний первинний вимірювальний перетворювач; похибка вибору характеристичної довжини хвилі, на якій буде проводитись вимірювання; похибка, яка виникає через нехтування при розрахунках доплерівського розширення спектральних ліній поглинання досліджуваного газу; похибка, що з'являється внаслідок відхилення від закону Бугера, який лежить в основі методу абсорбційної спектроскопії.

Оцінені значення інструментальної і методичної похибок складають відповідно 2,47 % і 0,69 %, а загальна похибка – 3,16 %.

У **четвертому розділі** запропоновано функціональну схему високочутливого засобу контролю малих концентрацій газів (рис. 6), наведені рекомендації щодо вибору джерела і приймача випромінювання, а також характеристичних смуг поглинання випромінювання досліджуваними газами.

Запропонований високочутливий засіб контролю малих концентрацій газів працює наступним чином. Після вибору користувачем газу, концентрацію якого необхідно визначити, джерело випромінювання встановлюється на відповідну довжину хвилі, а прокачувальний пристрій закачує досліджуване повітря у вимірювальну сферу оптичного інтегровального резонатора. Сфера порівняння заповнена повітрям із відомим складом. Після закінчення прокачки відповідними давачами вимірюється температура і

тиск досліджуваного повітря, які пізніше використовуються для розрахунку концентрації аналізованого газу. Далі пучок від джерела випромінювання, проходячи через світлоподілювач, розкладається на два ідентичних пучки, які направляються на оптичні входи обох сфер. Випромінювання, проходячи через досліджуваний газ та повітря відомого складу, поглинається ними і багатократно відбивається від внутрішніх стінок сфер. За рахунок останнього досягається висока чутливість вимірювань. Багатократне відбивання пучка світла створює всередині сфер просторову освітленість, яка фіксується приймачами. Після цього сигнали від приймачів підсилюються, порівнюються і поступають на комп'ютер, де отримана інформація обробляється і подається на екран у вигляді значення концентрації досліджуваного газу.

Дослідження спектрів поглинання інфрачервоного випромінювання основними забруднювальними та атмосферними газами необхідне для визначення характеристичних довжин хвиль, на яких доцільно проводити визначення малих концентрацій того чи іншого забрудника таким чином, щоб інші гази (як атмосферні, так і інші забрудники) не заважали цьому визначенню. В результаті із врахуванням "вікон прозорості" (ділянок інфрачервоного спектру, вільних від поглинання атмосферними газами) вибрано довжини хвиль у інфрачервоному діапазоні, на яких найдоцільніше проводити визначення малих концентрацій газів: для оксиду вуглецю (II) – 4,67 мкм, для оксиду азоту (II) – 5,24 мкм, для діоксиду азоту – 6,24 мкм, для діоксиду сірки – 3,98 і 8,77 мкм, для бензену – 9,64 мкм, для формальдегіду – 3,62 мкм, для бенз(а)пірену – 4,9 мкм.

Для перевірки математичної моделі переносу випромінювання через оптичний сферичний первинний перетворювач, на макетній лабораторній установці були проведені експериментальні дослідження по визначенню концентрації діоксиду сірки у повітрі із відомим вмістом SO_2 (10 мг/м^3) на довжині хвилі 3,98 мкм. В якості оптичного первинного перетворювача використовувалась сфера, діаметром 18 см і площею робочих отворів $15,14 \text{ см}^2$, внутрішні стінки якої покриті алюмінієм і мають коефіцієнт відбивання в інфрачервоній області в межах 97 %. В якості джерела випромінювання застосовувався лазерний діод на основі InAsSbP потужністю 1,5 мВт, в якості приймача випромінювання – тонкоплівковий термоелектричний приймач TD-510.

Підставивши отримані результати вимірювань у (3), отримуємо ряд значень концентрації діоксиду сірки. Як свідчать розрахунки, максимальна відносна похибка визначення концентрації за допомогою моделі складає 3%.

Таким чином, розроблену математичну модель перенесення випромінювання через оптичний сферичний первинний перетворювач можна вважати адекватною.

Згідно міжнародних рекомендацій було оцінено невизначеності вимірювань концентрації газів за допомогою розробленого засобу контролю. Для зразкової концентрації діоксиду сірки 10 мг/м^3 значення сумарної стандартної невизначеності складає $0,31695 \text{ мг/м}^3$. А розширена невизначеність результату вимірювання при рівні довіри 0,95 складає $0,6212 \text{ мг/м}^3$.

Також визначено вірогідність контролю та точність вимірювань малих концентрацій газів. Розглянемо спочатку інструментальну вірогідність контролю. Вона визначається наступним чином

$$D_i = 1 - \alpha - \beta, \quad (3)$$

де α – помилка першого роду (ризик виробника); β – помилка другого роду (ризик замовника).

Контрольованим параметром у даній роботі є концентрація газу C (рис. 10). Її визначення проводяться із певною похибкою Δ .

І значення концентрації газу, і значення похибок вимірювання розподілені за нормальним законом (рис. 11) і описуються рівняннями (4-5).

$$f(C) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma} \cdot e^{-\frac{(C-\bar{C})^2}{2\sigma^2}}, \quad (4)$$

$$\varphi(\Delta) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma} \cdot e^{-\frac{(\Delta-\bar{\Delta})^2}{2\sigma^2}}, \quad (5)$$

де σ – середнє квадратичне відхилення.

Графічне представлення функцій $f(C)$ і $\varphi(\Delta)$ зображене на рис. 12-13.

Перевірка того, що і значення концентрації газу, і значення похибки вимірювання дійсно розподілені за нормальним законом, було здійснено за допомогою критерію χ^2 -Пірсона.

Границі допуску задамо в межах 5-% відхилення від дійсного значення концентрації газу. У результаті отримаємо значення $\alpha = 0,0322$, $\beta = 0,00106$. Інструментальна вірогідність контролю $D_i = 0,967$, яка є вищою у порівнянні із вірогідністю контролю відомих приладів газового аналізу (0,8-0,94).

Методична вірогідність контролю концентрації газу із використанням розробленого засобу підвищується у порівнянні із існуючими засобами контролю за рахунок врахування більшої кількості впливних параметрів (температури, тиску, розширення спектральних ліній досліджуваного газу).

Точність вимірювань є оберненою величиною до відносної похибки, вираженої у відносних одиницях. Враховуючи, що за результатами експериментальних досліджень для зразкової концентрації діоксиду сірки 10 мг/м^3 отримано значення сумарної стандартної невизначеності $0,31695 \text{ мг/м}^3$, то відносна похибка вимірювань складає 3,1695 %. Таким чином, отримаємо точність $T = 31,6$. Порівнюючи це значення із значеннями точності існуючих приладів, можна зробити висновок, що точність вимірювань за допомогою розробленого засобу підвищено у порівнянні із існуючими газоаналізаторами.

ОСНОВНІ ВИСНОВКИ ТА РЕЗУЛЬТАТИ РОБОТИ

На основі досліджень, виконаних у дисертаційній роботі, розвинуті теоретичні, практичні та метрологічні основи засобів контролю концентрації газів, завдяки чому розв'язана важлива задача зниження порогу чутливості та підвищення точності вимірювань і вірогідності контролю малих концентрацій газів.

Таким чином, основними науковими результатами роботи є:

У теоретичному аспекті:

1. Здійснено аналіз найбільш поширених методів і засобів газового аналізу, а також розглянуто можливості їх застосування для розв'язання поставлених задач. Визначено, що актуальним є вдосконалення існуючих оптичних методів і приладів газового аналізу. Зокрема, найперспективнішим є використання методу інфрачервоної абсорбційної спектроскопії.

2. Запропоновано для контролю малих концентрацій газів застосовувати реалізацію методу інтегрувальної сфери, коли об'єкт контролю рівномірно заповнює весь об'єм вимірювальної порожнини, із використанням каналу порівняння, що дозволило знизити поріг чутливості, підвищити точність вимірювань та вірогідність контролю малих концентрацій газів.

3. Досліджено дію впливних факторів на поширення інфрачервоного випромінювання у первинному вимірювальному перетворювачі, в результаті чого вдосконалено математичну модель перенесення випромінювання в сферичному первинному вимірю-

вальному перетворювачі для випадку його рівномірного заповнення газом завдяки врахуванню впливних факторів, що дало змогу зменшити методичну складову похибки вимірювань.

4. Проаналізовано спектри поглинання інфрачервоного випромінювання основними забруднювальними та атмосферними газами і обґрунтовано вибір оптимальних характеристичних довжин хвиль, на яких найдоцільніше проводити визначення та контроль малих концентрацій газів за наявності домішок інших компонентів.

5. Досліджено статичні метрологічні характеристики високочутливого засобу контролю малих концентрацій газів такі як функція перетворення, похибки та невизначеність вимірювань, а також вірогідність контролю малих концентрацій газів за допомогою розробленого засобу, значення якої склало 0,967, що є вищим у порівнянні з існуючими засобами газового аналізу.

6. Досліджено поріг чутливості засобу контролю малих концентрацій газів ($7,45 \cdot 10^{-7}$ мг/м³) і вплив на його значення зовнішніх впливних факторів.

У прикладному аспекті:

1. Вдосконалено конструкцію оптичного первинного перетворювача. Зокрема, поруч з сферичною вимірювальною порожниною встановлюється аналогічна сфера, заповнена повітрям відомого складу, що, на відміну від однопроменевих аналогів, дозволяє на основі методу порівняння уникати похибок, викликаних впливними факторами та зміною умов вимірювань у часі.

2. Вперше запропоновано на внутрішню поверхню сферичного первинного вимірювального перетворювача наносити багат шарове інтерференційне покриття, що дозволило в інфрачервоному діапазоні довжин хвиль збільшити на 1,5-2 % коефіцієнт відбивання внутрішніх стінок сфери, що дало можливість знизити поріг чутливості вимірювань малих концентрацій газів.

3. Розроблено функціональну і структурну схеми високочутливого засобу контролю малих концентрацій газів, в якому реалізовано метод інтегрованої сфери із заповненням всього об'єму сфери об'єктом контролю, і який, у порівнянні із аналогами, забезпечує вищу чутливість і точність вимірювань та вірогідність контролю малих концентрацій газів.

4. Розроблено алгоритм роботи високочутливого засобу контролю малих концентрацій газів та методику його використання, які дозволяють експресно отримати значення інформативного параметру.

5. Здійснено експериментальні дослідження з метою перевірки адекватності математичної моделі переносу випромінювання у сферичному первинному вимірювальному перетворювачі для випадку його рівномірного заповнення газом, в результаті чого встановлено, що відхилення теоретичних результатів від експериментальних становить не більше 3 %.

СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ ПРАЦЬ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ

1. Іщенко В. А. Система газового аналізу для газифікованих житлових приміщень / В. Г. Петрук, І. В. Васильківський, В. А. Іщенко // Вісник Вінницького політехнічного інституту. – 2005. – № 6. – С. 20-24.

2. Іщенко В. А. Математична модель оптичного сферичного перетворювача інтерактивної системи контролю мікроконцентрації забруднювальних газів / В. А. Іщенко, В. Г. Петрук // Вісник Вінницького політехнічного інституту. – 2006. – № 6. – С. 85-89.

3. Іщенко В. А. Аналіз спектрів забруднювальних газів / В. Г. Петрук, В. А. Іщенко // Оптико-електронні інформаційно-енергетичні технології. – 2007. – № 2. – С. 227-230.

4. Іщенко В. А. Дослідження математичної моделі вимірювань мікроконцентрації газів на основі методу інтегральної сфери / В.А. Іщенко, В.Г. Петрук // Вісник Вінницького політехнічного інституту. – 2006. – № 5. – С. 3-5.

5. Іщенко В. А. Метод контролю токсичних газових сумішей / В. А. Іщенко, В. Г. Петрук, І. В. Васильківський // Вісник Одеської державної академії будівництва та архітектури. Ч. 1. Міжрегіональні проблеми екологічної безпеки. – 2008. – вип. № 29. – С. 107-112.

6. Іщенко В. А. Оцінення статичних метрологічних характеристик системи контролю мікроконцентрації забруднювальних газів / В. А. Іщенко, В. Ю. Кучерук, В. Г. Петрук // Вісник Інженерної академії України. – 2007. – Вип. 3-4. – С. 130-134.

7. Іщенко В. А. Дослідження складу повітряного середовища газифікованих приміщень / В. Г. Петрук, В. А. Іщенко, І. В. Васильківський // Матеріали III міжнародної конференції по оптоелектронним інформаційним технологіям “PHOTONICS-ODS 2005”, 27-28.04.2005. – Вінниця: Універсум-Вінниця, 2005. – С. 213.

8. Іщенко В. А. Розробка математичної моделі оптичного сферичного перетворювача / В. А. Іщенко, В. Г. Петрук // Тези доповідей XIII Міжнародної науково-технічної конференції “Автоматика-2006”, 25-28.09.2006. – Вінниця: Універсум-Вінниця, 2006. – С. 168.

9. Іщенко В. А. Аналіз математичної моделі визначення мікроконцентрацій газів на базі методу інтегральної сфери / В.А. Іщенко, В.Г. Петрук // Тези доповідей Міжнародної науково-практичної конференції “І-й всеукраїнський з’їзд екологів”. – Вінниця: Універсум-Вінниця, 2006. – С. 78.

10. Іщенко В. А. Контроль концентрації чадного газу в житлових приміщеннях / В. Г. Петрук, І. В. Васильківський, В. А. Іщенко // Матеріали VI Всеукраїнської наукової конференції студентів і аспірантів “Екологічні проблеми регіонів України”, 21-22.2004. – Одеса: ОДЕКУ, 2004. – С. 99-102.

11. Іщенко В. А. Контроль загазованості житлових приміщень / В. Г. Петрук, І. В. Васильківський, В. А. Іщенко // Матеріали VIII наукової конференції ТДТУ ім. І. Пулюя, 11-12.05.2004. – Тернопіль: ТДТУ, 2004. – С. 72.

12. Іщенко В. А. Метод контролю концентрації токсичних газових сумішей / В. А. Іщенко, В. Г. Петрук, І. В. Васильківський // Збірник тез доповідей Міжнародного симпозиуму “Міжрегіональні проблеми екологічної безпеки”, 19-21.09.2007. – Одеса, 2007. – С. 43.

13. Іщенко В. А. Контрольно-вимірювальна система для визначення концентрації чадного газу у житлових приміщеннях / В. Г. Петрук, І. В. Васильківський, В. А. Іщенко // Тези доповідей 34-ї НТК ВНТУ. – Вінниця: Універсум-Вінниця, 2005. – С.78.

14. Іщенко В. А. Оптико-електронна система газового аналізу / В. Г. Петрук, І. В. Васильківський, В. А. Іщенко // Тези доповідей VIII науково-технічної конференції “Контроль і управління в складних системах”, 24-27.10.2005. – Вінниця: Універсум-Вінниця. – С. 80.

15. Патент України № 34078 МПК₇ G01N 21/61. Інфрачервоний газоаналізатор / Петрук В.Г., Іщенко В.А.; заявл. 07.03.2. 25.07.2008, Бюл. №14.– 4 с.

АНОТАЦІЯ

Іщенко В. А. Високочутливий засіб контролю малих концентрацій газів на основі методу інтегральної сфери. – Рукопис.

Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю 05.11.13 – Прилади і методи контролю та визначення складу речовин. – Вінницький національний технічний університет, Вінниця. – 2009.

Дисертацію присвячено зниженню порогу чутливості та збільшенню точності вимірювань і підвищенню вірогідності контролю малих концентрацій газів на основі методу інтегрувальної сфери та розробці відповідного високочутливого засобу контролю. У роботі проаналізовані існуючі методи та засоби контролю концентрації газів та визначено основні напрямки їх вдосконалення. Розглянуті відомі математичні моделі переносу випромінювання через газове середовище і запропонована вдосконалена модель, яка адаптована до специфіки використання в якості первинного вимірювального перетворювача інтегрувальної сфери та проведення вимірювань в інфрачервоній ділянці спектру. Проаналізовані спектри поглинання інфрачервоного випромінювання основними забруднювальними та атмосферними газами. В результаті вибрано довжини хвиль, на яких найдоцільніше проводити визначення малих концентрацій вищезазначених газів. Розроблено структурну і функціональну схеми високочутливого засобу контролю малих концентрацій газів та розглянуто його основні структурні блоки. Досліджено статичні метрологічні характеристики запропонованого засобу контролю: виведено рівняння перетворення, досліджено поріг чутливості вимірювань, оцінено невизначеність результату вимірювання. З метою перевірки математичної моделі проведені експериментальні дослідження, на основі яких визначені вірогідність контролю та точність вимірювання малих концентрацій газів за допомогою відповідного засобу контролю.

Ключові слова: *засіб контролю, оптичний вимірювальний перетворювач, інтегрувальна сфера, концентрація газів, інфрачервона абсорбційна спектроскопія, спектр поглинання, поріг чутливості, невизначеність вимірювання, вірогідність контролю.*

АННОТАЦИЯ

Ищенко В. А. Высокочувствительное средство контроля малых концентраций газов на основе метода интегрирующей сферы. – Рукопись.

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.11.13 – Приборы и методы контроля и определения состава веществ. – Винницкий национальный технический университет, Винница. – 2009.

Диссертация посвящена снижению порога чувствительности и повышению точности измерений и достоверности контроля малых концентраций газов на основе метода интегрирующей сферы и разработке соответствующего высокочувствительного средства контроля. В работе проанализированы существующие методы и средства контроля концентрации газов и определены основные направления их усовершенствования. В частности показано, что самым приемлемым методом для измерения малых концентраций газов является метод инфракрасной абсорбционной спектроскопии. Также проведен обзор первичных измерительных преобразователей, которые используются в оптических приборах для контроля концентрации газов, показаны их недостатки и необходимость усовершенствования. В связи с использованием инфракрасного диапазона для контроля малых концентраций газов описаны особенности применения инфракрасного излучения в абсорбционной спектроскопии.

Рассмотрены известные математические модели переноса излучения через газовую среду и предложена усовершенствованная модель, которая адаптирована к специфике использования в качестве первичного измерительного преобразователя интегрирующей сферы и проведению измерений в инфракрасном участке спектра. На базе этой математической модели предложено для контроля малых концентраций газов применять реализацию метода интегрирующей сферы, когда объект контроля равномерно заполняет весь объем измерительной полости. Исследовано влияние разных факторов (температуры, давления, размеров сферического оптического преобразователя, угла падения пучка излучения на стенки сферы и др.) на предложенную математи-

ческую модель. Исследованы условия измерения малых концентраций газов с использованием интегрирующей сферы.

Оценены погрешности измерительного преобразования, в том числе абсолютная и относительная погрешности нелинейности номинальной функции преобразования, а также абсолютные аддитивная и мультипликативная погрешности.

Проанализированы спектры поглощения инфракрасного излучения основными загрязняющими и атмосферными газами. В результате выбраны длины волн, на которых наиболее целесообразно проводить определение малых концентраций распространенных загрязняющих газов. Разработаны структурная и функциональная схемы высокочувствительного средства контроля малых концентраций газов и рассмотрены его главные структурные блоки. Также проанализирована интегрирующая сфера как первичный измерительный преобразователь, ее параметры и характеристики. При этом в качестве материала для покрытия внутренних стенок сферы выбрано интерференционное покрытие $Al_2O_3 + Al_2S_3$, которое имеет большую отражающую способность в среднем инфракрасном диапазоне длин волн, а это обеспечивает снижения порога чувствительности разработанного средства. Также реализован канал сравнения в виде другой сферы, идентичной той, в которую закачивается исследуемый воздух, для уменьшения погрешности измерений.

Исследованы статические метрологические характеристики предложенного средства контроля: выведено уравнение преобразования, исследован порог чувствительности, оценена неопределенность результата измерения. Для проверки математической модели проведены экспериментальные исследования, на основе которых определена достоверность контроля и точность измерения малых концентраций газов. Расчеты показывают, что в результате усовершенствования метода интегрирующей сферы и разработки соответствующего высокочувствительного средства контроля снижен порог чувствительности и повышены достоверность контроля и точность измерений малых концентраций газов.

Предложены методика и алгоритм работы высокочувствительного средства контроля малых концентраций газов. Также приведены рекомендации по выбору источника и приемника излучения в ближнем и среднем инфракрасном диапазоне для разработанного средства.

Проведен анализ экспериментальных результатов измерения концентрации диоксида серы, в результате чего подтверждена адекватность предложенной математической модели.

Ключевые слова: *средство контроля, оптический измерительный преобразователь, интегрирующая сфера, концентрация газов, инфракрасная абсорбционная спектроскопия, спектр поглощения, порог чувствительности, неопределенность измерения, достоверность контроля.*

ABSTRACT

Ishchenko V. A. High-sensitive mean of control of small concentrations of gases on the basis of integrating sphere method. – A manuscript.

Thesis for obtaining the PhD degree on the speciality 05.11.13 – Devices and methods of the control and definition of structure of substances. – Vinnytsia National Technical University, Vinnytsia. – 2009.

Thesis is devoted to decreasing the sensitivity threshold and increasing the measurements accuracy and reliability of the control of small concentrations of gases on the base of integrating sphere method and to developing appropriate high-sensitive mean of control. Existing methods and means of control of concentrations of gases and the basic directions of

their improvement are analyzed in the work. Known mathematical models of radiation carrying through the gas environment are considered. The improved model which is adapted for specificity of using integrating sphere as the primary measuring converter and for measurements in infra-red region is offered. Spectra of infra-red radiation absorption by the basic polluting and atmospheric gases are analyzed. Wavelengths on which it is the most expediently to measure small concentrations of aforementioned gases are chosen. Structural and functional schemes of high-sensitive mean of control of small concentrations of gases are developed and its basic structural blocks are considered. Static metrological characteristics of the offered mean of control are investigated: the equation of transformation is deduced, the sensitivity threshold is calculated, uncertainty of result of measurement is estimated. To check the mathematical model experimental researches are carried out. On its basis reliability of the control and accuracy of measurement of small concentrations of gases using corresponding mean of control are defined.

Keywords: *mean of control, the optical measuring converter, integrating sphere, concentration of gases, infra-red absorption spectroscopy, a spectrum of absorption, sensitivity threshold, uncertainty of measurement, reliability of the control.*

Підписано до друку 11.02.2009 р. Формат 29.7×42 ¹/₄

Наклад 100 прим. Зам. № 2009-033

Віддруковано в комп'ютерному інформаційно-видавничому центрі

Вінницького національного технічного університету.

м. Вінниця, вул. Хмельницьке шосе, 95. Тел.: 59-81-59