

УДК 621.317.3; 542.2

**НИЗКОЧАСТОТНЫЙ КОМПЛЕКС ИМПЕДАНСНЫХ ИЗМЕРЕНИЙ
ХАРАКТЕРИСТИК ПРОВОДЯЩИХ СРЕД**

© 2008 г.

**А.В. Афанасьев¹, А.Н. Москвичев², А.А. Москвичев²,
В.А. Односецев¹, И.Я. Орлов¹**¹ Нижегородский госуниверситет им. Н.И. Лобачевского² Нижегородский филиал Института машиноведения им. А.А. Благонравова РАН

orlov@rf.unn.ru

Поступила в редакцию 06.05.2008

Разработан измерительный комплекс для определения активной и реактивной составляющих импеданса диэлектрической проводящей среды. Предложен алгоритм использования сплайна n -го параметра для представления непрерывных сигналов. Приводятся результаты экспериментального исследования.

Ключевые слова: измерения, параметры, полимеры, годограф, импеданс, система.

Исследование электрофизических параметров диэлектрических проводящих сред, изучение кинетики и механизма электрохимических процессов производятся на основе измерения импеданса соответствующих объектов в частотном диапазоне 10^{-3} – 10^6 Гц [1–5]. Такие измерения проводятся как в равновесных условиях, так и при внешних токовых воздействиях.

Традиционно используемые средства измерения импеданса – мостовые схемы, фазовые детекторы [3, 5] – имеют ограниченный частотный диапазон, невысокое быстродействие и сравнительно низкую точность порядка 2–5% вследствие применения аналоговых измерительных средств, а также неспособны измерять величину импеданса при напряжении на объекте менее 32 мВ. Как правило, используются методы, основанные на преобразовании импеданса в частоту [2], что, однако, может привести к появлению измерительных артефактов [4].

В ряде случаев (полупроводящие, полимерные среды) уровень измерительного напряжения должен быть достаточно малым (не более 10–15 мВ) во избежание появления нелинейных эффектов [6]. Используемые измерительные средства [1–5] в большинстве случаев не удовлетворяют этому требованию, что во многом обусловлено применением аналоговых измерительных средств.

Широкое распространение быстродействующих многозарядных аналого-цифровых преобразователей (АЦП) и использование алгоритмов цифровой обработки измерительной информации позволяет в значительной степени устранить недостатки, свойственные аналоговым методам. Разработанный измерительный

комплекс состоит из аналогового блока, двухканального АЦП и интерактивного программного приложения, ориентированного на применение ПК. Структура комплекса развивает подход, предложенный в [7], и рассчитана на достижение максимальной точности измерения величин активной (Re) и реактивной (Im) составляющих импеданса.

Для решения поставленной задачи был разработан набор программно-аппаратных средств. На рис. 1 представлена структурная схема разработанной системы. Система включает в себя генератор опорного сигнала, аналоговый модуль согласования, персональный компьютер (ПК) и исследуемый образец. В качестве генератора используется прецизионный генератор сигналов низкой частоты в диапазоне от 0.001 Гц до 200 кГц. Модуль согласования предназначен для согласования уровней сигнала генератора и сигнала, снимаемого с исследуемого образца, предварительного усиления этих сигналов до уровня, необходимого для обеспечения требуемой чувствительности системы. Рабочий частотный диапазон системы разделен на пять поддиапазонов, для каждого из которых модуль согласования имеет соответствующий канал согласования. Согласованные и усиленные сигналы далее поступают в модуль АЦП, который осуществляет их преобразование в цифровую форму для дальнейшей обработки ПК. Модуль построен на базе 16-разрядного АЦП с набором фиксированных частот дискретизации от 100 до 250 кГц и имеет 8 аналоговых входов, программно подключаемых к входу АЦП с помощью мультиплексора. Модуль выполнен в виде PC-card с ISA-интерфейсом.

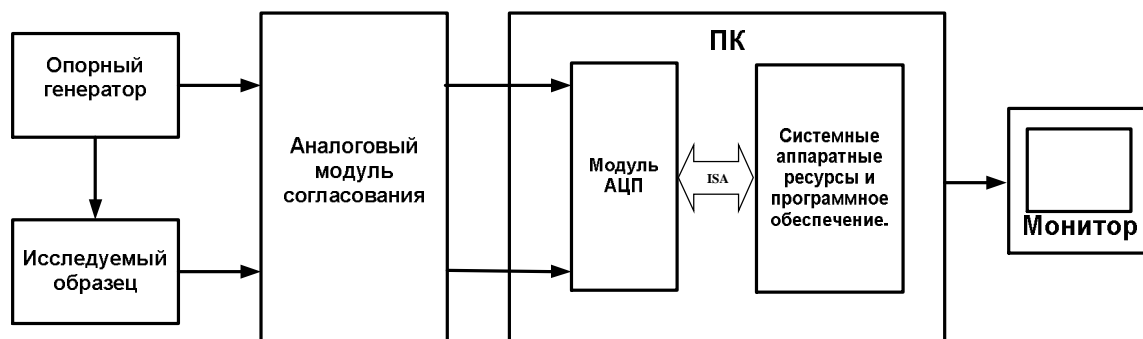


Рис. 1. Структурная схема измерительной установки

Система реализована на базе персонального компьютера под управлением операционной системы MS Windows 9x/ME/2000/XP. Для исследования был создано Windows-приложение, позволяющее проводить измерения как в автоматическом, так и в ручном режимах в диапазоне частот от 0.01 до 20000 Гц. Разработанное программное обеспечение (ПО) позволяет проводить необходимую настройку и калибровку используемого оборудования.

Приложение представляет собой интерфейс пользователя в виде набора окон, каждое из которых обеспечивает выполнение определенной функции. Единое оформление пользовательского интерфейса позволяет пользователю быстро переключаться между основными операциями независимо от текущего экрана.

Главное окно приложения используется для вывода графических данных, соответствующих измеряемым значениям амплитуды, частоты и разности фаз входных колебаний. Приложение позволяет в реальном времени получать значения активной и реактивной составляющих импеданса исследуемого образца, видеть графики зависимости вычисленных значений реальной и мнимой частей импеданса образца от частоты, АЧХ и ФЧХ, а также диаграмму Бode. Используя возможности пакета, можно проводить корректировку снятых значений, их деактивацию и удаление, одновременно контролируя форму зависимостей на соответствующих видах окна программы. Полученные данные сохраняются в графический файл, приложение по запросу пользователя создает отчет (лог-файл) с измеренными значениями.

Лог-файл содержит информацию о времени проведения исследования, для каждой снятой точки – о значении частоты, активной и реактивной составляющей.

Для измерения параметров входных сигналов – амплитуды, частоты и разности фаз – был разработан математический алгоритм, который заключается в использовании сплайна n -го

порядка для формирования и дальнейшего анализа непрерывных сигналов, являющихся функциями времени. Разработанный алгоритм используется как при проведении исследований, так и при калибровке аппаратных средств системы. Используя данный алгоритм, можно проводить измерение параметров сигнала со значением частоты не менее $1/4$ значения частоты дискретизации АЦП. Таким образом, используемые аппаратные средства (2 входных мультиплексируемых канала с частотой дискретизации 250 кГц) позволяют проводить исследования со значениями частот входных сигналов до 30 кГц.

Аналоговый блок комплекса представлен на рис. 2; он реализует метод многократного (с частотой дискретизации АЦП) сравнения напряжений на одном из образцовых резисторов R_0 набора и на импедансе Z электрохимической ячейки. Эти напряжения создаются генератором стабильного тока (ГСТ), управляемым напряжением генератора синусоидального сигнала (ГСС). На входе измерительного канала включен разделительный конденсатор C_1 , предотвращающий попадание на вход усилителя возможных внешних воздействий, подаваемых на объект исследования.

Перед началом измерений производится калибровка каналов – к входам операционных усилителей подключается эталонный резистор и программными средствами выравниваются коэффициенты усиления каналов. Тем самым исключается систематическая ошибка, обусловленная неидентичностью каналов.

Вычислительный алгоритм производит оценку модуля импеданса, исходя из соотношения

$$|Z| = R_0 \cdot \frac{U_1}{U_0}, \quad (1)$$

где U_0 , U_1 – амплитудные значения напряжений на эталонном резисторе R_0 и измеряемом импедансе Z .

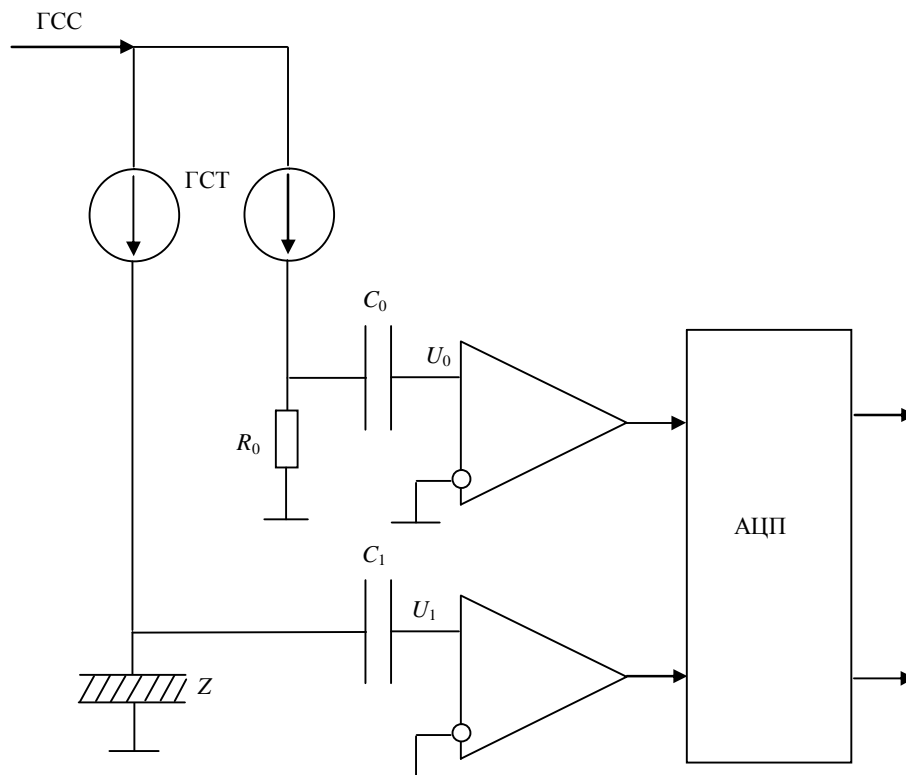


Рис. 2. Функциональная схема комплекса

В процессе измерения вычисляется среднее за время τ значение модуля импеданса.

Среднеквадратичная случайная ошибка δ_u измерения напряжения в условиях отсутствия внешних помех определяется только шумом квантования и числом $N = \frac{\tau}{T}$ независимых оценок амплитуды:

$$\delta_u = \sqrt{\frac{D}{N}} = \sqrt{\frac{T \cdot D}{\tau}}, \quad (2)$$

где τ – время измерения, T – период сигнала ГСС, $D = \frac{b^2}{12}$ – дисперсия шума квантования, b – шаг квантования.

Полагая $\frac{U}{b} = 2^M$, где M – разрядность АЦП, из (2) получаем оценку относительной случайной ошибки измерения амплитуды напряжения:

$$\delta_u = \frac{\delta_u}{U} \approx 0,3 \cdot \sqrt{\frac{T}{2^M \cdot \tau}}. \quad (3)$$

Величина фазового сдвига $\Delta\varphi$ сигналов в каналах определяется соотношением

$$\Delta\varphi = \omega_0 \cdot \Delta t, \quad (4)$$

где ω_0 – частота ГСС, Δt – временной сдвиг моментов пересечения нулевого уровня сигналами в эталонном и измерительном каналах.

Величина Δt определяется со случайной погрешностью, имеющей распределение Симпсона и дисперсию $\delta_x^2 = \frac{\Delta^2}{6}$ [8]. Если производится многократное измерение величины Δt , причем число измерений $N = \frac{\tau}{T}$, то среднеквадратичная погрешность многократных измерений равна

$$\delta_N = \frac{\delta_x}{\sqrt{N}} = \frac{\Delta}{\sqrt{6}} \cdot \sqrt{\frac{T}{\tau}}, \quad T < \tau. \quad (5)$$

Соответственно, относительная погрешность измерения фазового сдвига, определяемая ошибкой измерений Δt , приблизительно равна

$$\delta_\varphi \approx \frac{2 \cdot \delta_N}{T} \approx 0,8 \cdot \frac{\Delta}{\sqrt{T \cdot \tau}}. \quad (6)$$

Соотношения (5), (6) определяют потенциальную точность измерений, в частности, если измерительный интервал $\tau = 1$ с, тактовая частота АЦП $F = 20$ кГц, разрядность $M = 10$, то величина ошибок (3), (6) составляет соответственно $\delta_u \approx 10^{-2} \div 2 \cdot 10^{-3}$, $\delta_\varphi \approx 10^{-5} \div 5 \cdot 10^{-3}$ (в зависимости от рабочей частоты). Реальные погрешности являются систематическими и определяются в основном точностью калибровки эталонного резистора R_0 .

Технические параметры комплекса:

- диапазон измерений – $10^{-2} ? 10^4$ Гц,
- погрешность оценки $|Z|$ и $\Delta\varphi$ не более 0.5%,
- тактовая частота АЦП – 250 кГц.

Типичные результаты частотных зависимостей импеданса оксидного и метакрилового полимеров представлены на рис. 3.

Результаты таких измерений после пересчета по формулам [10] (7) и (8) для случая плоского конденсатора позволяют анализировать экспериментальные данные в координатах $|\epsilon|$, ϵ_{Re} , $\epsilon_{Im} = f(\omega)$ (рис. 4) и $tg\delta = f(\omega)$, где $|\epsilon|$, ϵ_{Re} , ϵ_{Im} – соответственно модуль полной, активная и реактивная составляющие комплексной диэлектрической проницаемости, а $tg\delta$ – тангенс угла диэлектрических потерь:

$$\epsilon_{Re} = 1/\omega \cdot C_o \cdot Re \cdot (1 + tg^2\delta), \quad (7)$$

$$\epsilon_{Im} = tg^2\delta / \omega \cdot C_o \cdot Im \cdot (1 + tg^2\delta), \quad (8)$$

где $C_o = \epsilon_o \cdot S/d$, $tg\delta = Im/Re$, $\omega = 2\pi \cdot f$, $\epsilon_o = 8.854 \cdot 10^{-12}$ Ф/м, d – толщина слоя композиции или полимера (м), Re – величина активной составляющей импеданса (Ом), Im – величина реактивной составляющей импеданса (Ом), f – частота переменного тока (Гц), S – площадь слоя композиции или полимера (м²).

Функциональные возможности комплекса можно расширить за счет увеличения тактовой частоты АЦП до 10 МГц и использования цифровых алгоритмов, позволяющих оценить амплитуду и момент перехода сигнала через нулевой уровень на интервале времени, существенно меньшем периода сигнала [9]. Рабочий частотный диапазон при этом может составлять $10^{-4} ? 10^{-6}$ Гц при измерительной погрешности $\delta \approx 0.5\%$.

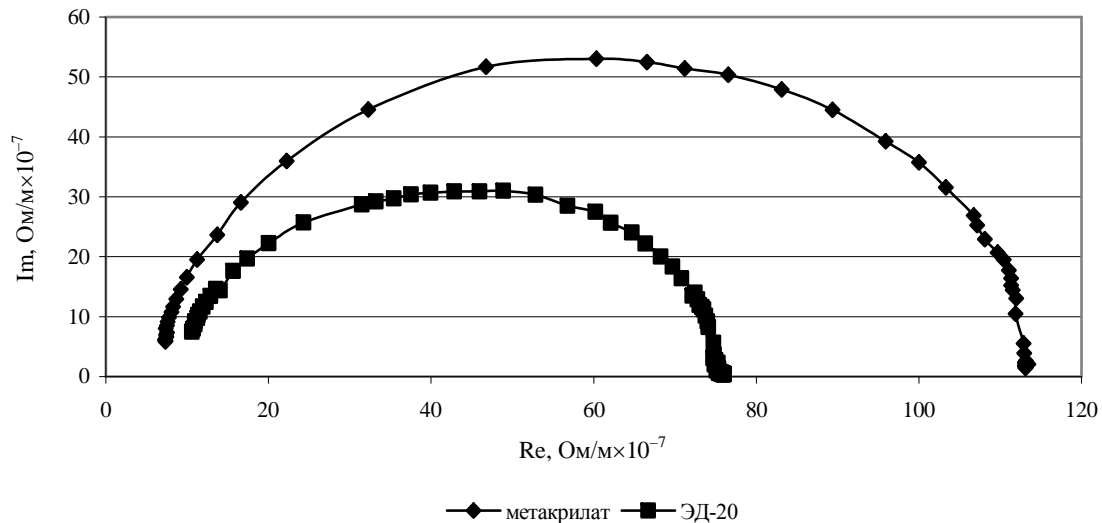


Рис. 3. Частотная зависимость импеданса оксидного и метакрилового полимеров

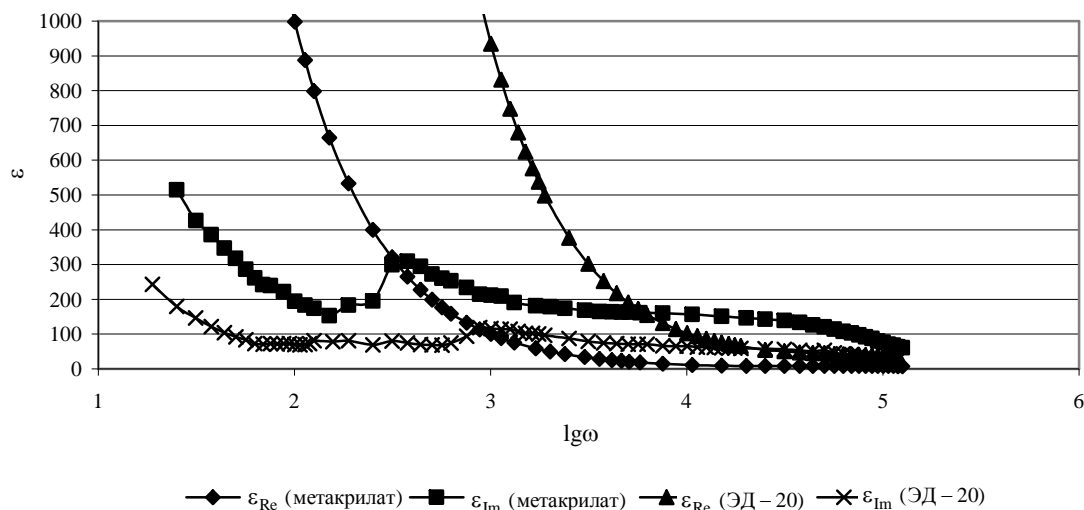


Рис. 4. Расчетные зависимости активной и реактивной составляющей комплексной диэлектрической проницаемости для оксидного и метакрилового полимеров

Список литературы

1. Луцкейкин Г.А. Методы исследования электрических свойств полимеров. М.: Химия, 1988. 160 с.
2. Новицкий С.П., Кензин В.И., Волошин А.А. Особенности построения быстродействующих измерителей импеданса электрохимических систем // Электрохимия. 1993. Т. 29, № 1. С. 138–143.
3. Укше А.Е., Вершинин Н.Н. Измерение импеданса при инфранизких частотах // Электрохимия. 1980. Т. 16. С. 1773–1776.
4. Укше А.Е. Методы измерения электрохимического импеданса в инфранизкочастотном диапазоне // Электрохимия. 1985. Т. 21. С. 682–687.
5. Казаринов В.Е., Графов Б.М., Кац Н.Я. и др. Автоматизированная система измерения электрохимического импеданса на инфранизких частотах // Электрохимия. 1985. Т. 21. С. 978–982.
6. Дамаскин Б.Б., Петрий О.А. Введение в электрохимическую кинетику. М.: Высшая школа, 1983. 400 с.
7. Бенсон В.В., Москвичев В.Н., Москвичев А.Н. Автоматизированный анализ данных импедансометрии на примере окисления гидразина на золотом электроде // Известия вузов. Химия и химическая технология. 1994. № 3. С. 119–125.
8. Дворяшин Б.В., Кузнецов Л.И. Радиотехнические измерения. М.: Сов. радио, 1978. 360 с.
9. Каптелини В., Константи́нидис А.Дж., Эмилиани П. Цифровые фильтры и их применение. М.: Энергоатомиздат, 1983. 360 с.
10. Москвичев А.Н., Москвичев А.А. Исследование свойств и кинетики полимеризации анаэробных герметиков методом импедансных измерений // Известия вузов. Химия и химическая технология. 2007. № 3. С. 69–72.

LOW FREQUENCY IMPEDANCE MEASUREMENT COMPLEX FOR CONDUCTING MEDIA

A.V. Afanasjev, A.N. Moskvichev, A.A. Moskvichev, V.A. Odnosevtsev, I.Ya. Orlov

A measurement system has been developed to measure active and reactive impedance components of dielectric conducting media. An algorithm for using n-parameter spline for continuous signal presentation has been proposed and used. The experimental results are given.