

Zestaw do pomiaru widma przenikalności elektrycznej materiałów sypkich i płynnych oraz sposób kalibracji sondy wieloprętowej zawartej w tym zestawie

Przedmiotem wynalazku jest zestaw do pomiaru widma przenikalności elektrycznej materiałów sypkich i płynnych oraz sposób kalibracji sondy wieloprętowej zawartej w tym zestawie.

Pomiar widma przenikalności elektrycznej jest podstawą nieinwazyjnych metod określania parametrów fizycznych materiałów. Metody takie są szeroko wykorzystywane w przemyśle i rolnictwie w celu szybkiej oceny jak też i ciągłego monitoringu parametrów fizycznych materiałów, takich jak wilgotność objętościowa czy zawartość zanieczyszczeń. Jeden ze sposobów pomiaru takiego widma polega na pomiarze zespolonego współczynnika odbicia Γ sondy wieloprętowej zanurzonej w badanym materiale, po czym określa się następnie widmo przenikalności elektrycznej przyjmując albo prosty model pojemnościowy [J. Szerement i wsp., "A Seven-Rod Dielectric Sensor for Determination of Soil Moisture in Well-Defined Sample Volumes," *Sensors*, 19, 7, 1646, 2019], albo też model wykorzystujący linię długą [E. PiuZZi, A. Cataldo, G. Cannazza, E. De Benedetto, "An Improved Reflectometric Method for Soil Moisture Measurement Exploiting an Innovative Triple-Short Calibration," in *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, 59, 10, 2747-2754, 2010].

W stanie techniki znane są sposoby kalibracji sondy wieloprętowej połączonej z wektorowym analizatorem obwodów, które przeprowadza się typowo za pomocą kilku cieczy kalibracyjnych o znanych parametrach, np. wody, metanolu, isopropanolu lub etanolu [W. Skierucha, A. Wilczek, "A FDR Sensor for Measuring Complex Soil Dielectric Permittivity in the 10–500 MHz Frequency Range," *Sensors*, 10, 4, 3314–3329, 2010; A. Wilczek, A. Szypłowska, W. Skierucha, J. Cieśla, V. Pichler, G. Janik, "Determination of Soil Pore Water Salinity Using an FDR Sensor Working at Various Frequencies up to 500 MHz," *Sensors*, 12, 8, 10890–10905, 2012; J. Szerement i wsp., "A Seven-Rod Dielectric Sensor for Determination of Soil Moisture in Well-Defined Sample Volumes," *Sensors*, 19, 7, 1646, 2019] lub za pomocą przesuwanego wzdłuż sondy zwierającego jej pręty elementu metalowego, w skrócie zwarcia [E. PiuZZi, A. Cataldo, G. Cannazza, E. De Benedetto, "An Improved Reflectometric Method for Soil Moisture Measurement Exploiting an Innovative Triple-

Short Calibration," in *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, 59, 10, 2747-2754, 2010]. Wadą pierwszej metody jest czasochłonność, duża zależność parametrów cieczy od temperatury i zanieczyszczeń, jak też toksyczność niektórych wykorzystywanych cieczy organicznych. Wadą drugiej metody jest komplikacja mechaniczna rozwiązania, szczególnie w przypadku większej niż 3 liczby prętów oraz trudności z zapewnieniem powtarzalności zespolonego współczynnika odbicia Γ przesuwanego wzdłuż sondy zwarcia ze względu na częściowe przenikanie fali przez to zwarcie na skutek dyfrakcji.

Celem wynalazku było opracowanie zestawu do pomiaru widma przenikalności elektrycznej materiałów sypkich i płynnych oraz szybkiego i dokładnego sposobu kalibracji sondy wieloprętowej połączonej z wektorowym analizatorem obwodów i zawartej w tym zestawie, a zwłaszcza zastosowanie kalibrowanych szerokopasmowych pomiarów widma przenikalności elektrycznej w ocenie wilgotności i zasolenia gleby oraz w innych branżach do nieinwazyjnej oceny parametrów materiałowych.

Przedmiotem wynalazku jest zestaw do pomiaru widma przenikalności elektrycznej materiałów sypkich i płynnych, charakteryzujący się tym, że zawiera

sondę wieloprętową referencyjną składającą się z pręta sygnałowego położonego w środkowej części sondy, oraz prętów masowych rozmieszczonych w równych odstępach kątowych wokół pręta sygnałowego, ponadto

sondę wieloprętową docelową składającą się z pręta sygnałowego położonego w środkowej części sondy, oraz prętów masowych rozmieszczonych w równych odstępach kątowych wokół pręta sygnałowego, oraz

układ do kalibracji pierwotnej i układ do kalibracji wtórnej oraz jednostkę sterującą, przy czym sondy połączone są złączem mikrofalowym z wektorowym analizatorem obwodów, który połączony jest z jednostką sterującą.

Korzystnie, gdy długość prętów sond jest w zakresie od 7 do 30 cm, przy czym długość prętów sondy referencyjnej jest większa niż długość prętów sondy docelowej.

Korzystnie, gdy układ do kalibracji pierwotnej stanowi cylinder pomiarowy umieszczony na wadze laboratoryjnej, wypełnionej cieczą o dużej konduktywności, który połączony jest z pompą przepływową oraz wagą laboratoryjną za pomocą jednostki sterującej.

Korzystnie, gdy cieczą o dużej konduktywności jest stężony wodny roztwór chlorku sodu o konduktywności większej niż 15 S/m.

Korzystnie, gdy układ do kalibracji wtórnej stanowi kalibrator elektroniczny.

Przedmiotem wynalazku jest również sposób kalibracji sondy wieloprętowej zawartej w zestawie do pomiaru widma przenikalności elektrycznej materiałów sypkich i płynnych według wynalazku obejmujący następujące etapy:

i) kalibracja pierwotna i charakteryzacja kalibratora elektronicznego

- umieszczenie sondy referencyjnej w cylindrze pomiarowym i wprowadzenie do cylindra pomiarowego przy zastosowaniu pompy przepływowej cieczy, korzystnie stężony wodny roztwór chlorku sodu o konduktywności większej niż 15 S/m, w równych i znanych przyrostach, której ilość jest wyliczana na podstawie przyrostu masy cieczy odczytanej na wadze laboratoryjnej, po czym
- pomiar surowego współczynnika odbicia Γ_m sondy referencyjnej dla każdej ustalonej wysokości słupa cieczy, po czym
- usunięcie sondy referencyjnej z cylindra a następnie
- pomiar surowego współczynnika odbicia Γ_m sondy referencyjnej umieszczonej poza cylindrem, po czym
- wyznaczenie współczynników kalibracyjnych układu sondy referencyjnej połączonej z wektorowym analizatorem obwodów, a następnie
- umieszczenie kalibratora elektronicznego na końcu sondy referencyjnej, po czym
- pomiar skorygowanego współczynnika odbicia Γ wszystkich impedancji realizowanych przez kalibrator

ii) kalibracja wtórna

- umieszczenie kalibratora elektronicznego na końcu sondy docelowej, a następnie

- pomiar surowego współczynnika odbicia Γ_m dla wszystkich impedancji realizowanych przez kalibrator, po czym
- wyznaczenie współczynników kalibracyjnych układu sondy docelowej połączonej z wektorowym analizatorem obwodów.

Zaletą zestawu i sposobu według wynalazku jest szybkość i powtarzalność procesu kalibracji wtórnej oraz większa dokładności kalibracji w porównaniu do znanych w stanie techniki sposobów wykorzystujących wiele cieczy organicznych dzięki zależności definicji wzorców kalibracyjnych tylko od parametrów geometrycznych (tj. wysokości słupa cieczy w kalibracji pierwotnej oraz wymiarów poprzecznych sondy określających jej współczynnik odbicia Γ w stanie rozwarcia). Dodatkowo zaletą sposobu jest łatwa implementacja dla sond z liczbą prętów większą niż 3.

Przedmiot wynalazku został zilustrowany za pomocą figur spośród których:

Fig. 1 przedstawia zestaw według wynalazku do A) wykonywania kalibracji pierwotnej i B) charakteryzacji kalibratora;

Fig. 2 przedstawia zestaw do wykonywania kalibracji wtórnej;

Fig. 3 przedstawia przykładowe widmo według wynalazku, części rzeczywistej ϵ' i urojonej ϵ'' przenikalności elektrycznej dla suchego piachu oraz izopropanolu.

Przedmiot wynalazku uwidoczniono w przykładzie wykonania oraz na rysunkach, przedstawiających zestaw do kalibracji pierwotnej i charakteryzacji kalibratora elektronicznego oraz zestaw do wykonywania kalibracji wtórej.

Zestaw do pomiaru widma przenikalności elektrycznej materiałów sypkich i płynnych według wynalazku zawiera sondę wieloprętową sondę wieloprętową referencyjną 1A składającą się ze stalowego pręta sygnałowego 2A o średnicy 3 mm położonego w środkowej części sondy 1A, oraz wielu stalowych prętów masowych 3A, korzystnie 10, również o średnicy 3 mm, rozmieszczonych w równych odstępach kątowych wokół pręta sygnałowego 2A na okręgu o średnicy 30 mm, połączoną z wektorowym analizatorem obwodów 4 poprzez złącze mikrofalowe 5, korzystnie Type-N, ponadto sondę wieloprętową docelową 1B składającą się z ze stalowego pręta sygnałowego 2B położonego w środkowej części sondy 1B, oraz prętów masowych 3B rozmieszczonych w równych odstępach kątowych wokół pręta sygnałowego 2B, oraz zawiera

układ do kalibracji pierwotnej i charakteryzacji kalibratora elektronicznego oraz układ do kalibracji wtórnej oraz jednostkę sterującą 6, przy czym wektorowy analizator obwodów 4 połączony jest z jednostką sterującą 6.

Układ do kalibracji pierwotnej stanowi szklany cylinder pomiarowy 7 (np. o średnicy zewnętrznej 190 mm, wysokości 280 mm i grubości ścianek 3 mm) umieszczony na wadze laboratoryjnej 9 (np. RADWAG APP 30/c/2), wypełniony cieczą 8 o konduktywności większej niż 15 S/m, korzystnie stężonym wodnym roztworem chlorku sodu, który połączony jest z pompą przepływową 10 oraz wagą laboratoryjną 9 za pomocą jednostki sterującej 6, korzystnie komputera. Pierwotna kalibracja jest realizowana w układzie przedstawionym na Fig. 1A. W tym układzie wykorzystuje się sondę 1A z długimi prętami 2A, 3A (np. 150 mm). Ta kalibracja wykorzystuje ruchome zwarcie zrealizowane w postaci szeregu słupów cieczy o dużej konduktywności elektrycznej, co osiągnięto z wykorzystaniem stężonego wodnego roztworu soli kuchennej. Sonda 1A o długości 150 mm zanurzona w takiej cieczy, o ile długość fragmentu zanurzonego jest większa niż około 20 mm, efektywnie zakończona jest impedancją o stałym współczynniku odbicia odpowiadającym elektrycznemu zwarciu. Kalibracja zatem polega na pomiarze za pomocą wektorowego analizatora obwodów 4 (np. Copper Mountain R61) surowego zespolonego współczynnika odbicia sondy Γ_m w zakresie częstotliwości 100 MHz - 2 GHz dla kilkunastu różnych wysokości słupa cieczy, np. z przyrostem o 10 mm. Im dłuższe pręty tej sondy, tym niższa dolna częstotliwość graniczna uzyskanej kalibracji. Dla podanych wartości ta częstotliwość wynosi ok. 100 MHz.

Ciecz 8 jest wprowadzana do cylindra pomiarowego 7 umieszczonego na wadze laboratoryjnej 9 ze zbiornika 11 za pomocą pompy przepływowej 10 (np. akwaryjnej). Wysokość słupa cieczy 8 jest szacowana na podstawie przyrostu masy. Zwiększanie słupa cieczy 8 zostało zautomatyzowane poprzez sterowanie pompy 10 i wagi laboratoryjnej 9 z komputera 6. Procedury kalibracyjne korygują następnie ew. niedokładności estymacji wysokości słupa cieczy 8 poprzez równoległą estymację gęstości cieczy. Dopełnieniem kalibracji jest pomiar surowego zespolonego współczynnika odbicia Γ_m sondy 1A umieszczonej poza cylindrem pomiarowym 7 (tzw. rozwarcie). Współczynnik odbicia Γ rozwarcia jest określany na podstawie symulacji elektromagnetycznych, np. w programie HFSS lub CST. Ten pomiar jest niezbędny, gdyż nie znamy współczynnika odbicia

od powierzchni cieczy, więc po kalibracji słupem cieczy o zmiennej wysokości, dwa (z trzech) zespolone współczynniki kalibracyjne są znane z dokładnością do pewnego mnożnika.

Po wykonaniu kalibracji pierwotnej tj. wyznaczeniu współczynników kalibracyjnych, na pręty sondy 1A zakładany jest kalibrator elektroniczny 12 i mierzone są za pomocą wektorowego analizatora obwodów zespolone współczynniki odbicia Γ realizowanych przez niego impedancji w zakresie częstotliwości 100 MHz - 2 GHz, co przestawiono na Fig. 1B. Kalibrator elektroniczny realizowany jest jako zbiór 12 różnych impedancji (co najmniej 3) przełączanych za pomocą przełącznika elektronicznego. Te impedancje mogą być zrealizowane np. jako:

- zwarte odcinki kabla pólstywnego 50 Ohm o długościach 0, 9, 24, 38, 72.5 i 121 mm,
- rozwarte odcinki kabla pólstywnego 50 Ohm o długościach 0, 23, 37, 71.5 i 120 mm,
- rezystor 50 Ohm (tzw. obciążenie dopasowane).

Układ do kalibracji wtórnej przedstawiono na Fig. 2. W tym układzie jest stosowana sonda docelowa 1B, która ma typowo krótsze pręty 2B, 3B (np. 75 mm) o tych samych średnicach i w tej samej liczbie i tym samym rozstawie jak dla sondy referencyjnej 1A. Na sondzie 1B jest umieszczany kalibrator elektroniczny 12. Jednostka sterująca 6 przełącza impedancje kalibratora i dla każdej z nich wykonuje pomiar surowego współczynnika odbicia Γ_m sondy docelowej za pomocą wektorowego analizatora obwodów (np. Copper Mountain R61) w zakresie częstotliwości 100 MHz - 2 GHz. Z tych pomiarów określa się następnie współczynniki kalibracyjne połączenia sondy docelowej 1B z wektorowym analizatorem obwodów. Te współczynniki pozwalają na korekcję wykonywanych dalej sondą docelową pomiarów współczynnika odbicia. Sondę docelową umieszcza się następnie w badanym materiale, po czym na podstawie skorygowanych pomiarów jej współczynnika odbicia wyznacza się widmo przenikalności elektrycznej materiału stosując model oparty na linii długiej [E. PiuZZi, A. Cataldo, G. Cannazza, E. De Benedetto, "An Improved Reflectometric Method for Soil Moisture Measurement Exploiting an Innovative Triple-Short Calibration," in *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, 59, 10, 2747-2754, 2010]. Przykładowe widmo części rzeczywistej ϵ' i urojonej ϵ'' przenikalności elektrycznej dla suchego piachu oraz izopropanolu przedstawiono, odpowiednio, na Fig. 3A i Fig. 3B.

Należy podkreślić, że dużą zaletą tej metody jest to, że kalibrator elektroniczny 12 można scharakteryzować jednorazowo (choć tę procedurę należy powtarzać co kilka miesięcy ze względu na starzenie się elementów), a następnie wykorzystywać wielokrotnie do szybkiej (elektroniczne przełączanie wzorców) kalibracji sondy docelowej 1B. Inną zaletą kalibracji wtórnej jest możliwość kalibracji sond o krótkich prętach, które nie mogłyby być skalibrowane metodą pierwotną ze względu na zbyt mały zakres zmian wysokości słupa cieczy ograniczający pasmo częstotliwościowe kalibracji.