

В. В. ДАВЫДОВ, В. И. ДУДКИН, А. Ю. КАРСЕЕВ

ПОВЫШЕНИЕ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЯ КОНСТАНТ РЕЛАКСАЦИИ ТЕКУЩЕЙ ЖИДКОСТИ В ЯДЕРНО-МАГНИТНОМ СПЕКТРОМЕТРЕ

Рассмотрен метод повышения точности измерения времени продольной и поперечной релаксации (констант релаксации) текущей жидкости ядерно-магнитным спектрометром. Экспериментально исследовано влияние геометрических размеров анализатора и параметров катушки регистрации на величину отношения сигнал/шум на выходе схемы регистрации сигнала ядерного магнитного резонатора и на значение неоднородности магнитного поля анализатора в зоне расположения катушки регистрации.

Ключевые слова: анализатор, намагниченность, время продольной релаксации, время поперечной релаксации, катушка регистрации.

Введение. В настоящее время бесконтактные измерители расхода текущей жидкости и ее констант релаксации — расходомеры и спектрометры, принцип действия которых основан на явлении ядерного магнитного резонанса (ЯМР), успешно применяются для проведения измерений повышенной сложности [1—3]. Полное отсутствие контакта с измерительной средой делает их незаменимыми при длительном измерении расхода q и констант релаксации T_1 и T_2 агрессивных жидкостей (например, кислот и щелочей) и биологических растворов, где требуется соблюдение стерильности [4—6]. Кроме того, эти приборы необходимы для измерения q , T_1 и T_2 тяжелой воды, которая используется в системе охлаждения атомных энергетических установок [7, 8]. Проточный ядерно-магнитный спектрометр используется также для определения процентного содержания воды в нефти и топливных нефтяных эмульсиях по измеренным константам релаксации [9—11].

ЯМР-измерители применяются как на быстрых, так и на медленных потоках жидкой среды. Поэтому к проточным измерителям предъявляются очень высокие требования по точности измерений. В большинстве случаев погрешность не должна превышать 0,3—0,5 % [2, 3, 12]. Промышленно выпускается только один тип ЯМР-расходомеров — меточный.

Измерение констант релаксации. Погрешность измерения констант релаксации текущей жидкости с помощью ЯМР-спектрометра определяется отношением сигнал/шум (ОСШ) в схеме регистрации сигнала ЯМР и неоднородностью магнитного поля магнита-анализатора — в зоне размещения катушки регистрации. В отличие от ЯМР-расходомера, в спектрометре к величине неоднородности магнитного поля магнита-анализатора предъявляются жесткие требования (не выше 10^{-3}). Это, в первую очередь, связано с тем, что при использовании модуляционной методики регистрации сигнала ЯМР в магните-анализаторе требуется частота модуляции f_m для ЯМР-расходомеров 500 Гц, а для спектрометров — 50 Гц. Поэтому регистрируемый сигнал ЯМР, используемый для проведения соответствующих измерений, в расходомерах представляет собой синусоидальное колебание (узкая полоса регистрации), а в спектрометре — гармоническое затухающее колебание в форме „виглей“ (широкая полоса). Принцип действия меточного ЯМР-расходомера основан на контроле изменения фазы регистрируемого синусоидального колебания (сигнал ЯМР). Погрешность измерения в этом случае в основном определяется ОСШ, зависящим от намагниченности жидкой среды, поступающей в катушку регистрации, и условий регистрации в ней сигнала ЯМР (величины поля магнита-анализатора, времени взаимодействия „отмеченной“ жидкости с полями катушки регистрации H_1 и модуляции H_m и т.д.) [4—6, 10]. Для обеспечения значения ОСШ > 3 , кото-

рое позволяет проводить измерения q с погрешностью 0,5 % в широком диапазоне расходов жидкости, сигнал ЯМР регистрируется в поле с индукцией $B_a > 0,4$ Тл. Длина катушки регистрации L подбирается максимальной с учетом, в том числе, и величины неоднородности магнитного поля в зоне размещения катушки. Неоднородность в этом случае не должна искажать форму синусоиды, чтобы не препятствовать регистрации изменения фазы. Авторами было экспериментально установлено, что при $B_a = 0,46$ Тл погрешность не превышает 0,5 % в динамическом диапазоне измерения расхода жидкости при неоднородности поля магнита анализатора $\Delta H = 8 \cdot 10^{-3}$. Измерения T_2 по зарегистрированному в таких условиях сигналу ЯМР в широкой полосе ($f_m = 50$ Гц) показали, что погрешность составляет более 20 % [13, 14].

В ЯМР-спектрометрах с текущей жидкостью, чтобы обеспечить необходимую величину неоднородности магнитного поля (10^{-3}), вследствие специфики схем регистрации и наблюдения сигнал ЯМР регистрируют в слабых магнитных полях с $B_a < 0,12$ Тл [13].

На основании проведенных ранее авторами исследований было установлено, что в текущей жидкости наиболее эффективно измерять значения T_1 методом Джулотто, а T_2 — по спаду сигнала ЯМР (в широкой полосе регистрации) [13—15]. В первом случае погрешность измерения T_1 зависит от ОСШ [15, 16]. При измерении T_2 по спаду сигнала ЯМР время поперечной релаксации определяют по формуле [15—17]:

$$\frac{1}{T_2^*} = \frac{1}{T_2} + \frac{\gamma \Delta H}{\pi}, \quad (1)$$

где T_2^* — эффективное время поперечной релаксации, вычисляемое по затуханию „виглей“ сигнала ЯМР, γ — гиромагнитное отношение.

При изменении T_2 погрешность зависит от величины ΔH и ОСШ. Нецелесообразно снижать погрешность измерения за счет увеличения ОСШ с использованием схемы накопления сигнала ЯМР, как это было сделано авторами для стационарного ЯМР-спектрометра [18], так как часто возникает необходимость измерять константы релаксации в реальном времени (например, через 1—2 с).

Авторами была разработана конструкция анализатора (рис. 1, здесь 1 — полюса постоянного магнита, 2 — участок трубопровода, 3 — катушка регистрации; 4 — катушки модуляции, 5 — анализатор). В этой конструкции, в отличие от используемой в ЯМР-измерителях, в зоне размещения катушки регистрации увеличен диаметр трубопровода, характер течения жидкости неизменен. Такая конфигурация анализатора в магните-анализаторе позволяет уменьшить значение L , а следовательно, и величину неоднородности ΔH магнитного поля. Соотношение между величинами d , d_1 и L подбиралось таким, чтобы в разработанной конструкции не было нарушено соотношение времени нахождения „сегмента“ жидкости в катушке регистрации и времени воздействия на этот „сегмент“ полей H_m и H_1 .

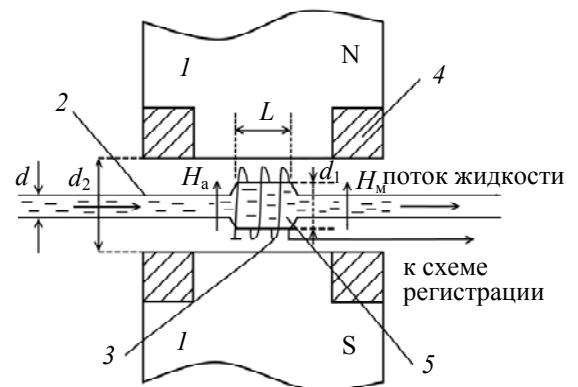


Рис. 1

Для проведения экспериментальных исследований с целью определения оптимальных соотношений параметров трубопровода d_1 , параметров катушки регистрации L и N (N — число витков) и параметрами провода намотки катушки, а также значением поля H_a , которое уменьшается с увеличением расстояния между полюсами магнита d_2 , по типовой схеме была собрана экспериментальная установка. С целью обеспечения высокого значения ОСШ для поляризации жидкости использовался постоянный магнит (рис. 2, а) с $B_n = 0,67$ Тл

($H_n = 533\,165$ А/м). Чтобы иметь возможность изменять расстояния между полюсами магнита-анализатора d_2 под конструкции с различными значениями d_1 в установке использовался модернизированный электромагнит (рис. 2, б). Величина H_a изменяется от 38 754 до 95 316 А/м при $d_2 = 8$ мм. В промышленных ЯМР-измерителях применяется постоянный магнит-анализатор.

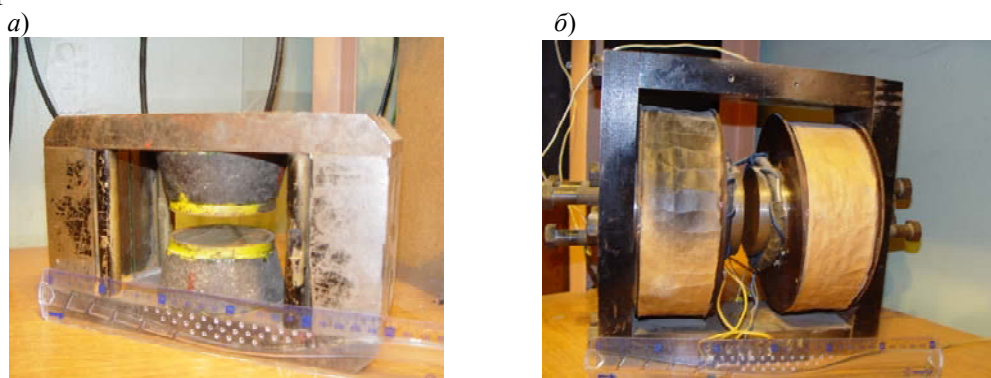


Рис. 2

Для проведения исследований было изготовлено 20 экземпляров анализатора различных диаметров d_1 (4—14 мм) и длины (15 и 25 мм).

На рис. 3 в качестве примера представлены сигналы ЯМР, полученные для разных конструкций анализатора (*a* — традиционная, *б* — предлагаемая), при оптимальном расходе жидкости q (*a* — $H_a = 57\,750$ А/м, $d = d_1 = 3$ мм, $d_2 = 8$ мм, $L = 7$ мм, $\Delta H = 8 \cdot 10^{-4}$; *б* — $H_a = 48\,123$ А/м, $d = 3$ мм, $d_1 = 6$ мм, $d_2 = 12$ мм, $L = 3$ мм, $\Delta H = 4 \cdot 10^{-4}$). В качестве рабочей жидкости использовалась отфильтрованная водопроводная вода ($T = 18,5$ °С). Амплитуда поля модуляции H_m для каждого представленного сигнала ЯМР выбиралась из максимального ОСШ, частота модуляции $f_m = 50$ Гц.

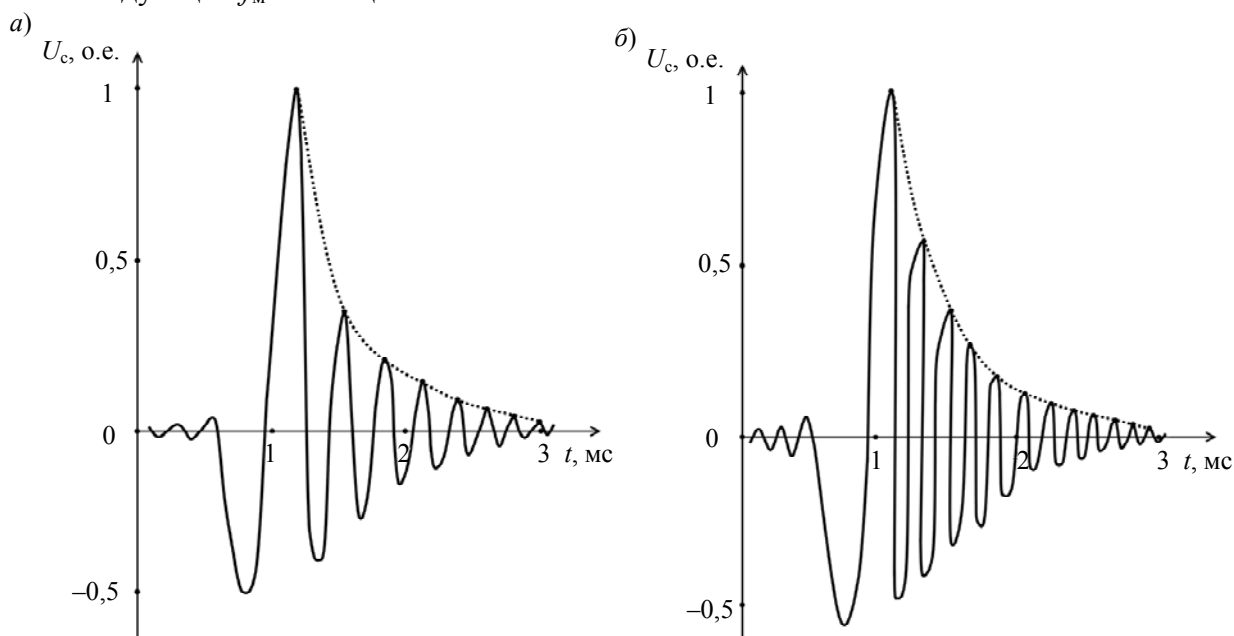


Рис. 3

По методу Джуллото с использованием этих двух сигналов было измерено время продольной релаксации T_1 . Для случая рис. 3, *a* $T_1 = 1,121 \pm 0,009$ с, для рис. 3, *б* — $1,117 \pm 0,005$ с. Государственное унитарное предприятие „Водоканал“ при данной температуре воды обеспечивает $T_1 = 1,113 \pm 0,012$ с. Кроме того, проба воды при $T = 18,5$ °С была исследована на стационарном рентгеновском спектрометре S2 RANGER (фирма BRUKER) в лаборатории

Санкт-Петербургского национального минерально-сырьевого университета „Горный“, где было получено значение $T_1 = 1,1129 \pm 0,0019$ с.

В соответствии с методикой определения T_2^* [13, 15—17] по затуханию сигнала ЯМР по формуле (1) было определено значение T_2 . Для рис. 3, а $T_2 = 1,609 \pm 0,011$ мс, для рис. 3, б — $T_2 = 1,612 \pm 0,007$ мс. Базовое значение ГУП „Водоканал“ по $T_2 = 1,618 \pm 0,016$ мс; контрольное значение (рентгеновский спектрометр) $1,6168 \pm 0,0018$ мс для данной пробы воды.

Результаты показывают, что данная вода пригодна к потреблению, и полностью подтверждают правильность проведенных измерений. Экспериментальные результаты также показали, что при оптимальных параметрах новой разработанной конструкции анализатора, катушки регистрации и поля магнита-анализатора с уменьшением ΔH увеличивается число точек, по которым вычисляется T_2^* , это приводит к уменьшению погрешности измерения T_2 .

На рис. 4 в качестве примера представлены экспериментальные зависимости величины ОСШ от расхода жидкости для различных диаметров анализатора при оптимизации параметров катушки регистрации, полей H_M и H_1 по максимуму ОСШ (диаметр соединительного трубопровода $d = 3$ мм, $d_1 = 3$ (1), 6 (2), 8 мм (3); $L = 7$ (1), 3 (2), 3 мм (3); $H_a = 57\,750$ (1), 48\,123 (2), 39\,418 А/м (3)).

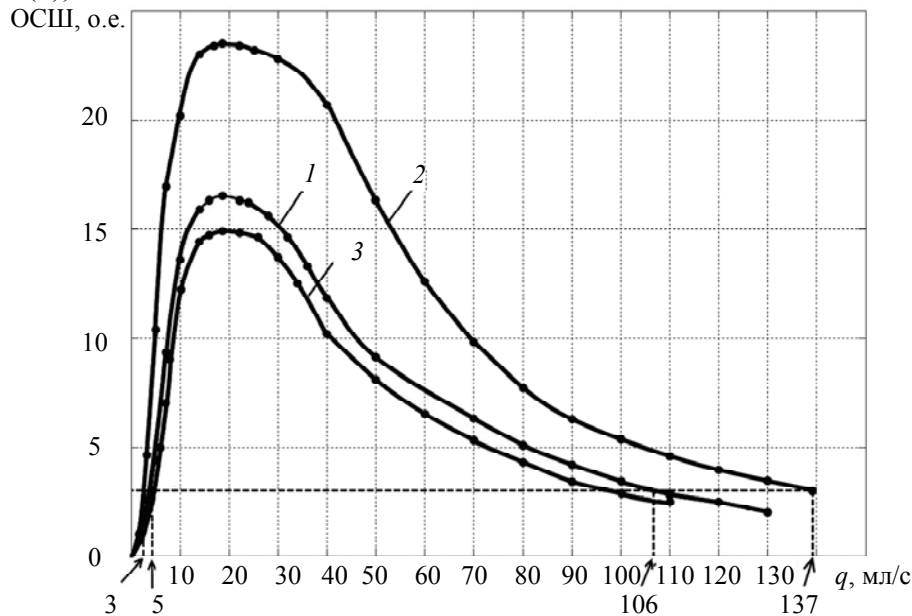


Рис. 4

На основании рис. 4 можно сделать вывод, что новая конструкция анализатора позволяет уменьшить погрешность измерения T_1 и T_2 , а также увеличить динамический диапазон измерений констант релаксации по расходу жидкости на 30 % с допустимой максимальной погрешностью измерения 0,5 %, которая обеспечивается в данных измерителях ОСШ = 3.

Заключение. В случае промышленного изготовления разработанной конструкции анализатора, соответствующей ей магнитной системы, катушки регистрации, катушек модуляции отношение сигнал/шум может еще больше увеличиться, а величина неоднородности ΔH магнитного поля — уменьшиться по причине совершенствования технологических процессов, что автоматически увеличит динамический диапазон измерений. Кроме того, полученный результат может быть использован для улучшения технических характеристик меточных ЯМР-расходомеров.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Дудкин В. И., Пахомов Л. Н. Квантовая электроника. СПб: Изд-во Политехнического университета, 2012. 496 с.
2. Кремлёвский П. П. Расходомеры и счетчики количества. Кн. 2. СПб: Изд-во „Политехника“, 2004. 416 с.

3. Кабардина С. И., Шефер Н. И. Измерения физических величин. М.: Бином. Лаборатория знаний, 2009. 152 с.
4. Жерновой А. И. Ядерно-магнитный расходомер. Л.: Машиностроение, 1985. 136 с.
5. Давыдов В. В. Малогабаритный поляризатор для ядерно-магнитных расходомеров и магнитометров // Изв. вузов. Приборостроение. 2001. Т. 44, № 8. С. 49—52.
6. Давыдов В. В., Дудкин В. И. Режим работы меточного ЯМР-расходомера на основе эффекта параметрического резонанса // Изв. вузов. Приборостроение. 2002. Т. 45, № 5. С. 49—51.
7. Davydov V. V. The different work regimes of the nutation nuclear-magnetic flowmeter // Contemporary Techn. Phys. J. of Boston Physical Society. 1998. Vol. 9, N 3. P. 74—77.
8. Davydov V. V., Mihin Y. A. Compact nuclear-magnetic spectrometer // The 8th Intern. Youth Science Environmental Forum "ECOBALTICA'2011". St. Petersburg, 2011. P. 228—229.
9. Оробей И. О., Базаров Б. А., Файбышев А. Е. и др. Погрешности измерения меточных ядерно-магнитных расходомеров при смене течения жидкости // Изв. вузов. Приборостроение. 1989. Т. 32, № 8. С. 56—60.
10. Давыдов В. В., Семенов В. В. Нестационарный режим работы нутационных ЯМР расходомеров и магнитометров // Приборы и техника эксперимента. 1999. № 3. С. 151—153.
11. Жерновой А. И. Определение состава нефтегазовой смеси методом ядерного магнитного резонанса // Изв. вузов. Приборостроение. 2008. Т. 51, № 10. С. 84—86.
12. Зайдель А. Н. Ошибки измерений физических величин. М.: Лань, 2005. 112 с.
13. Davydov V. V. The research of the relaxation times T_1 and T_2 in flow liquid // Atomic, Molecular and Optical Physics. 1997. Vol. 30, N 17. P. 3993—3994.
14. Давыдов В. В., Ермак С. В. Квантовый спектроанализатор на радиооптическом резонансе // Приборы и техника эксперимента. 2001. № 2. С. 92—95.
15. Лёше А. Ядерная индукция. М.: Иностранная литература, 1963. 678 с.
16. Davydov V. V. The calculation of relaxation times T_1 and T_2 for flow liquid // Intern. J. of Modern Physics. 1998. Vol. 7, N 9. P. 798—801.
17. Абрагам А. Ядерный магнетизм. М.: Иностранная литература, 1967. 686 с.
18. Давыдов В. В., Карсеев А. Ю. Малогабаритный ядерно-магнитный спектрометр для экспресс-анализа жидких сред // Науч.-техн. вестн. информационных технологий, механики и оптики. 2013. № 4 (86). С. 87—92.

Сведения об авторах

- Вадим Владимирович Давыдов** — канд. физ.-мат. наук, доцент; Санкт-Петербургский государственный политехнический университет, кафедра квантовой электроники;
E-mail: davydov_vadim66@mail.ru
- Валентин Иванович Дудкин** — д-р физ.-мат. наук, профессор; Санкт-Петербургский государственный политехнический университет, кафедра квантовой электроники;
E-mail: vidoonkin@mail.ru
- Антон Юрьевич Карсеев** — студент; Санкт-Петербургский государственный политехнический университет, кафедра квантовой электроники;
E-mail: antonkarseev@gmail.com

Рекомендована кафедрой
квантовой электроники

Поступила в редакцию
14.03.13 г.