Janusz Kazimierz Krochmal*

MIERNIKI IMPEDANCJI NOWEJ GENERACJI ŹRÓDŁEM POSTĘPU W POMIARACH POLARYZACJI ELEKTRYCZNEJ**

1. WPROWADZENIE

Przez mierniki impedancji nowej generacji należy rozumieć przyrządy oparte na kształtowaniu sinusoidy pomiarowej procesem binarnym, w którym kształt sinusoidy zapisany jest w pamięci typu RAM. Projekty budowy generatorów sinusoidy na podstawie cyfrowych układów scalonych typu TTL pojawiły się już w latach 80. XX wieku, natomiast badania laboratoryjne wykorzystujące generatory sinusoidy nowej generacji pojawiły się w latach 90., np. [6].

Z historycznego punktu widzenia rozwój techniczny pomiarów procesów polaryzacji elektrycznej związany był z rozwojem możliwości pomiaru podatności elektrycznej χ, względnie stałej dielektrycznej ε_r, które opierały się na pomiarze pojemności C pojemnika zawierającego badany materiał, zwiększonej o przyrost pojemności ΔC względem pojemności zerowej pojemnika niezawierającego badanego materiału C_0:

$$\varepsilon_r = \frac{C}{C_0} = \frac{C_0 + \Delta C}{C_0} \tag{1}$$

Zasadniczym kryterium podziału metod badawczych polaryzacji elektrycznej jest stan aktywności badanego materiału w polu elektrycznym, tzn. czy jest on w obwodzie aktywnym pomiaru pojemności czy stanowi część bierną. Do metod aktywnych należy zaliczyć wszelkiego rodzaju pomiary parametrów obwodu rezonansowego zawierającego badany materiał, zaś do biernych metody mostkowe oraz metody oparte na odbiciu i załamie fali elektromagnetycznej, co wynika z opisanych metod pomiarowych dielektryków [2].

Problemem technicznym, ograniczającym stosowanie metod rezonansowych, jest wymagana niewielka stratność (przewodność elektryczna) badanej substancji, ponieważ przy wzroście stratności układu rezonansowego oscylacje zanikają (np. zawilgocenie próbki

* Wydział Wiertnictwa, Nafty i Gazu AGH, Kraków
** Niniejszy artykuł jest wynikiem prac prowadzonych w projekcie badawczym – N524 348335.

skały zbiornikowej). Dokładność wyznaczania pojemności przy mniejszej dobroci obwodu może być nieduża przy zbliżaniu się do częstotliwości rezonansowej ze względu na spłaszczony kształt krzywej rezonansowej. Jest to istotne przy określaniu kąta stratności δ metodami rezonansowymi na podstawie badań dobroci obwodu rezonansowego. Oprócz rozbudowanej aparatury, stabilnych generatorów LC i RC pomiar przy badaniu dobroci wymaga wykonania większej liczby czynności pomiarowych.

W starszych analogowych metodach pomiarowych jest jeszcze jeden ważki problem, polegający na braku możliwości automatyzacji pomiarów w spektrum częstotliwości, a w rozważaniach teoretycznych zastosowanie metod dudnieniowych przy wzroście wymagań dotyczących stabilności wymagałoby rozbudowanych bardzo kosztownych układów.

W podsumowaniu, w przyrządach wykorzystujących generatory analogowe LC lub RC, czy w układach generatorów dudnieniowych, istnieją problemy techniczne przy obniżaniu częstotliwości oscylacji. Układy te przy niskiej częstotliwości są mniej stabilne zwłaszcza przy zmniejszonej dobroci układu rezonansowego. Problemy te mógł autor zaobserwować podczas modernizacji stanowiska laboratoryjnego do badania właściwości dielektrycznych skał [5]. Układy mostkowe, układy czteroelektrodowe lub ich odmiana – układy dwuelektrodowe – tak istotnego ograniczenia nie mają, gdyż badana substancja nie jest elementem aktywnym układu pomiarowego.

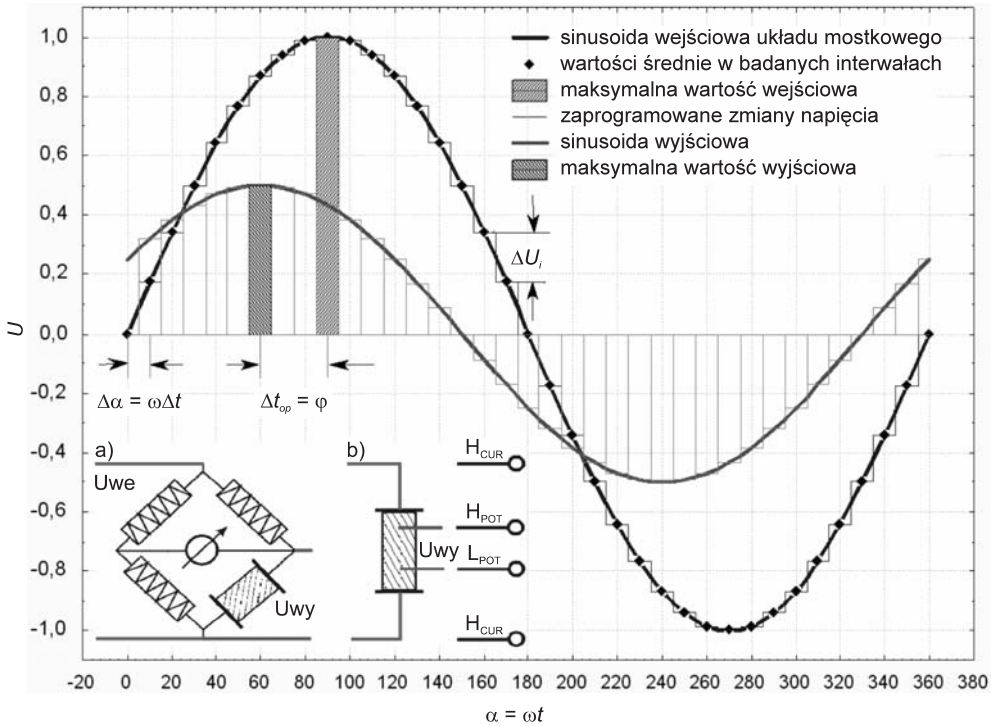
2. ASPEKTY TEORETYCZNE I TECHNICZNE GENEROWANEJ SINUSOIDY

Wraz z rozwojem elektroniki i układów scalonych w latach 90. XX wieku pojawiły się mierniki impedancji, które dały nowe możliwości analizy elementów składowych w układach mostkowych czy czteroelektrodowych. Wynika to z charakteru kształtowania sygnału sinusoidalnego przez programowe zmiany przyrostu wartości sygnału ΔU_i z ustalonym krokiem czasowym sygnału Δt dającym n taktów generatora impulsów cyfrowych na jeden okres (rys. 1).

$$\begin{aligned} &\Delta U_i = U_{\max} \sin(i\Delta\alpha) \\ &\Delta\alpha = 2\pi / n = \omega\Delta t \\ &i = 0,\ 1,\ 2,\ 3\ \ldots\ n \end{aligned} \tag{2}$$

Obserwacja charakterystycznego momentu sinusoidy (minimum, wartość zerowa lub maksimum), np. od momentu maksymalnej wartości napięcia generatora do momentu pojawienia się na wyjściu badanej substancji również maksymalnej wartości napięcia, daje oprócz wartości tego napięcia ilość przyrostów kątowych $\Delta\alpha$, a stąd całkowitą obserwowaną zmianę czasu opóźnienia Δt_{op} (rys. 1 i 2), który określa **czasowe przesunięcie elektryczne** związane z inercją ładunku elektrycznego tożsame z **przesunięciem fazowym** φ dla tej częstotliwości.

Funkcja binarnych zmian sygnału sinusoidalnego może być zachowana w stałej pamięci (RAM) np. 65k x 16-bit [3], a schodkowy kształt sinusoidy jest linearyzowany stałą czasową na wyjściu.



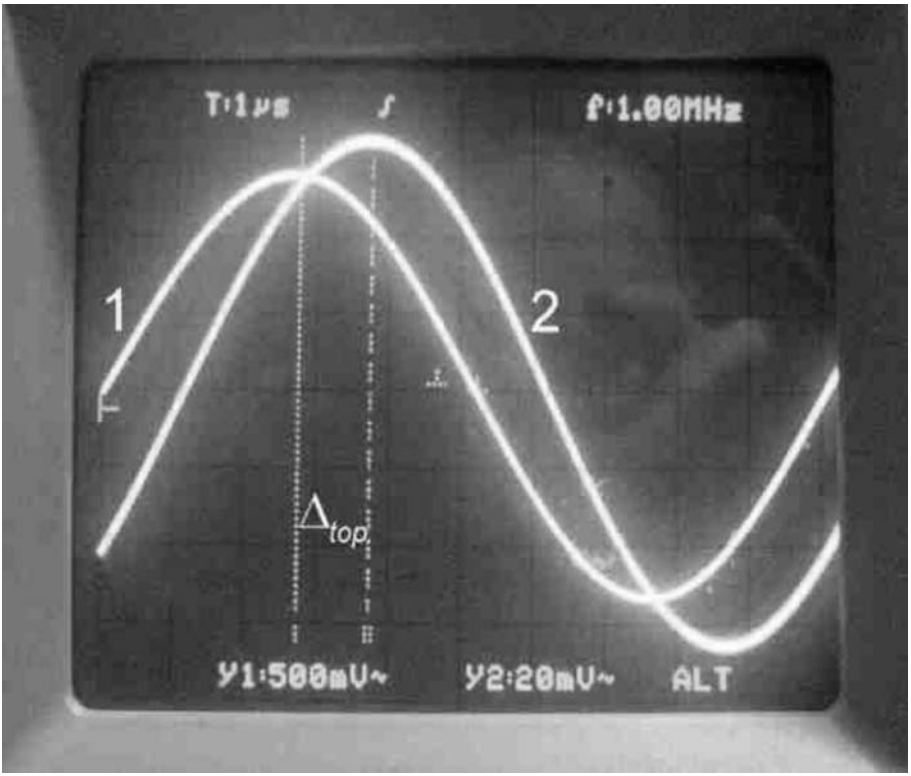
Rys. 1. Kształtowanie wartości sygnału sinusoidalnego U_{we} przy ustalonych przyrostach czasu Δt oraz kąta $\Delta\alpha$ z programowo ustalonych przyrostów sygnału wyjściowego ΔU_i oraz obserwacja tego sygnału a) na wyjściu U_{wy} układu mostkowego lub b) na wyjściu U_{wy} układu czteroelektrodowego zawierającego badaną substancję

Uzyskany sygnał sinusoidalny o małej zawartości harmonicznych może być kształtowany od dowolnie niskiej częstotliwości, natomiast maksymalna częstotliwość ograniczona jest możliwością techniczną realizacji założonej precyzji obserwowanego parametru na wyjściu. I tak w przyrządzie Hioki 3532 (rys. 3) maksymalna częstotliwość pomiaru wynosi 5 MHz, co przy założonej niedokładności pomiaru kąta przesunięcia elektrycznego $\varphi = \pm 2°$ [1] daje teoretyczną częstotliwość oscylatora interwałowego $f_{max} = 5\ \text{MHz} \cdot 360°/2° = 900\ \text{MHz}$, a dla największej niedokładności pomiaru $\varphi = \pm 0{,}05°$ [1] przy 10 kHz $f_{10kHz} = 10\ 000\ \text{Hz} \cdot 360°/0{,}05° = 72\ \text{MHz}$.

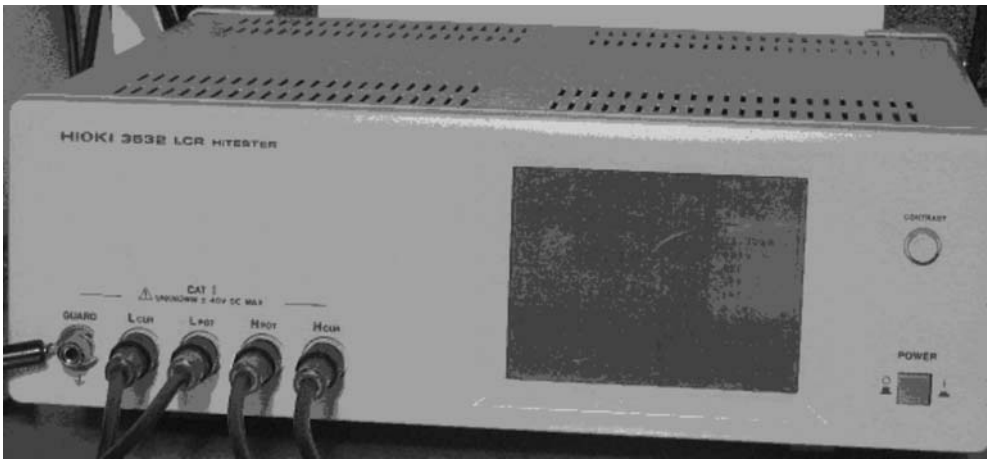
W myśl wzoru na impedancję zespoloną w postaci wykładniczej

$$Z = |Z| e^{j\varphi}$$

bezpośredni pomiar przesunięcia fazowego φ względem wektora impedancji Z okazał się pomiarem prostym, stąd w artykułach specjalistycznych z zakresu elektrochemii czy chemii fizycznej już od początku lat 90. ubiegłego wieku pojawiły się wyniki badań, w których przy okazji pomiarów impedancji zaprezentowane zostały spektrometryczne pomiary kąta φ, ale bez wnikliwej analizy tych zmian (przykłady literaturowe w [6]).



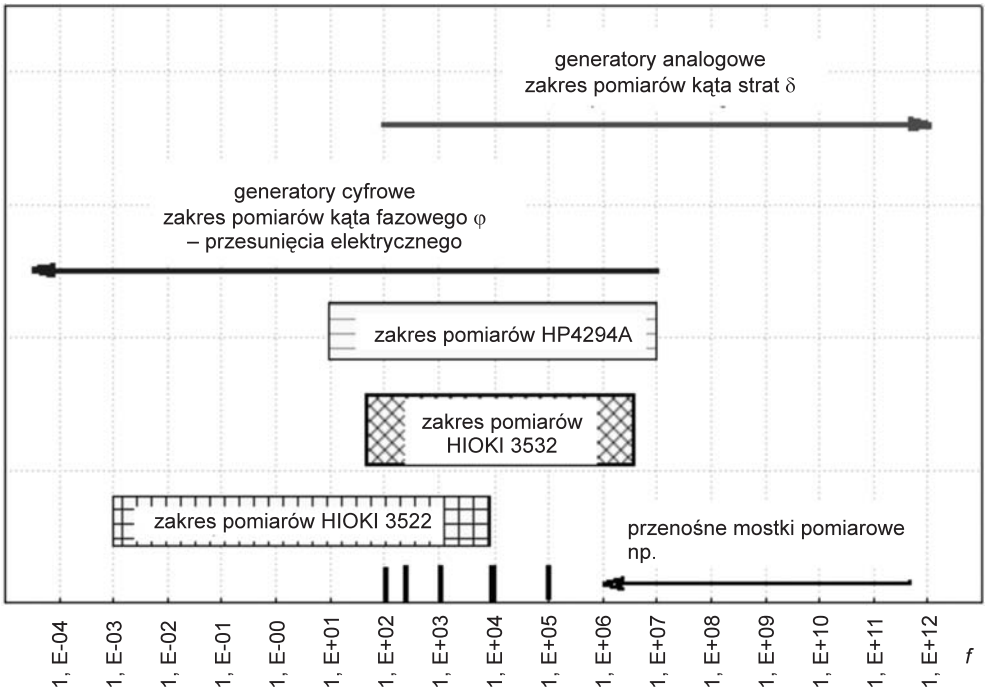
Rys. 2. Obraz fotograficzny z oscyloskopu dwukanałowego obrazujący przebieg sinusoidy w punkcie H_{POT} (krzywa 1) oraz sygnału o około 25-krotnie niższym poziomie opóźnionego przez próbkę bentonitu bułgarskiego L_{POT} (krzywa 2) w układzie czteroelektrodowym, jak na rysunku 1 (układ b)



Rys. 3. Widok czołówki miernika impedancji firmy HIOKI 3532

Przy wykorzystaniu techniki cyfrowego kształtowania sygnału sinusoidalnego kąt przesunięcia elektrycznego φ może być bezpośrednio mierzony przy pomiarze impedancji w zakresie bardzo niskich częstotliwości. Na rysunku 4 przedstawiony jest zakres częstotliwości użyty w badaniach przyrządu HIOKI typu 3532 względem innych modeli. Na rynku pojawiły się przenośne (podręczne) mostki impedancji o ustalonych częstotliwościach 100, 120, 1000, 10 000 i 100 000Hz z możliwością pomiaru kąta fazowego, co świadczy o rozwoju tej techniki pomiarowej. Warto zwrócić uwagę na występujące w opisie tych przyrządów [1] inne niż w literaturze podręcznikowej oznaczenie przesunięcia fazowego – nie przez φ, a przez θ.

Przedstawione aspekty techniczne generowania sygnału sinusoidalnego w przyrządach pomiarowych wykazują nie tylko wyższość nowej „binarnej" techniki kształtowania, ale jedyną prostą drogę generowania niskich częstotliwości wykorzystywaną m.in. do pomiarów polaryzacji elektrycznej, zwłaszcza że sygnał taki może być łatwo przetwarzany i przesyłany do zestawu komputerowego celem rejestracji oraz dalszej obróbki.



Rys. 4. Zakresy pomiarowe dostępnych aktualnie mostków do pomiaru impedancji *Z* i kąta fazowego φ [6]

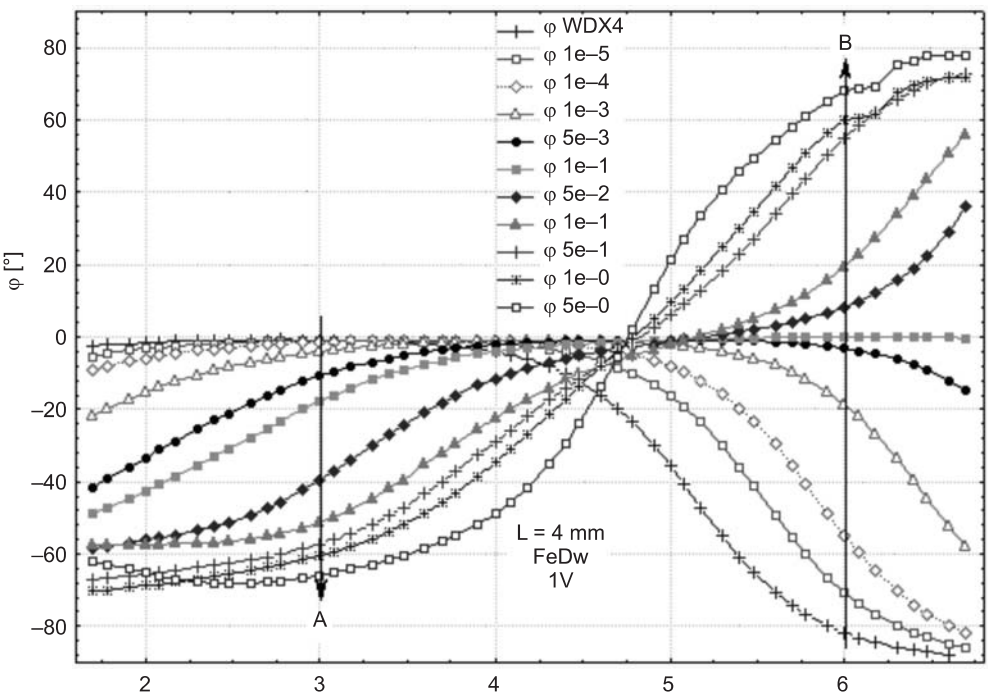
W wielu opracowaniach przedstawiono syntezę układów komparacyjnych, mostkowych itp., a zastosowanie w układach pomiarowych techniki cyfrowej, przede wszystkim mikroprocesorów oraz zastosowanie binarnych dzielników napięcia sterowanych cyfrowo, cyfrowych fazoczułych wskaźników zera oraz cyfrowych źródeł napięcia sinusoidalnego pracujących na podstawie cyfrowej syntezy częstotliwości, umożliwiło zautomatyzowanie

procesu pomiarowego, skrócenie czasu pomiaru, zwiększenie funkcjonalności tych przyrządów oraz zwiększenie dokładności pomiaru przez wprowadzenie odpowiednich procedur korekcyjnych [9].

Przedstawione teoretyczne rozważania binarnego kształtowania sinusoidalnego sygnału cyfrowego miało na celu wykazanie łatwej możliwości obserwacji składowych parametrów impedancji zwłaszcza w zakresie niskich częstotliwości, a w konsekwencji procesów polaryzacji oraz ich bezwładności, co w przyrządach analogowych było trudne, zwłaszcza w funkcji częstotliwości *f*.

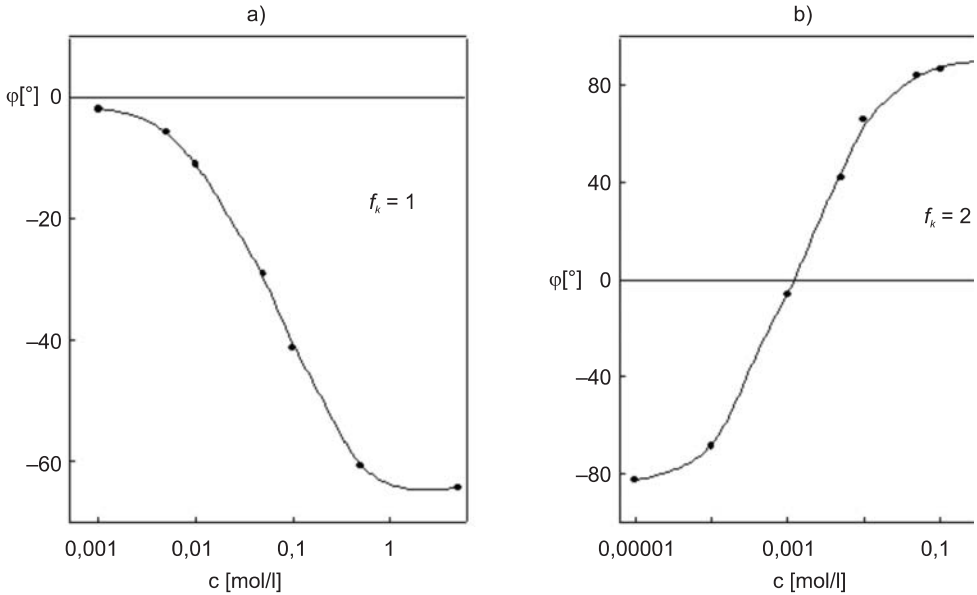
3. WYKORZYSTANIE POMIARÓW IMPEDANCJI MODELI PŁYNÓW ZŁOŻOWYCH ORAZ OŚRODKA PIASZCZYSTO-ILASTEGO

Wykonane testowe pomiary impedancji na podstawie zaprezentowanego sposobu kształtowania sinusoidy pomiarowej, a w tym przesunięcia fazowego φ w roztworze wodnym zawierającym różne koncentracje soli NaCl w funkcji częstotliwości od 50 Hz do 5 MHz, wykazały oryginalne zachowanie się zmian tego przesunięcia (rys. 5).



Rys. 5. Zależność zmian kąta przesunięcia ϕ od częstotliwości *f* i koncentracji soli NaCl w roztworze wodnym od zerowej (φWD4x) do 5-molowej (φ5e0) [6]

Analiza ilościowa procesów polaryzacji przeprowadzona przy ustalonych częstotliwościach 1 kHz i 1 MHz pozwoliła na możliwość ilościowej analizy odwrotnej, tj. możliwość oceny koncentracji soli w roztworze na podstawie wartości kąta przesunięcia fazowego φ (rys. 6). Metodyka wykonywania takich pomiarów była przedmiotem wniosku projektu wynalazczego zgłoszonego w Urzędzie Patentowym Rzeczypospolitej Polskiej [7].



Rys. 6. Możliwości oznaczenia zawartości soli NaCl w wodzie na podstawie pomiaru kąta przesunięcia fazowego φ dla wybranych częstotliwości: a) dla częstotliwości f_{k1} = 1 kHz (rys. 5 linia A), b) dla częstotliwości f_{k2} = 1 MHz (rys. 5 linia B)

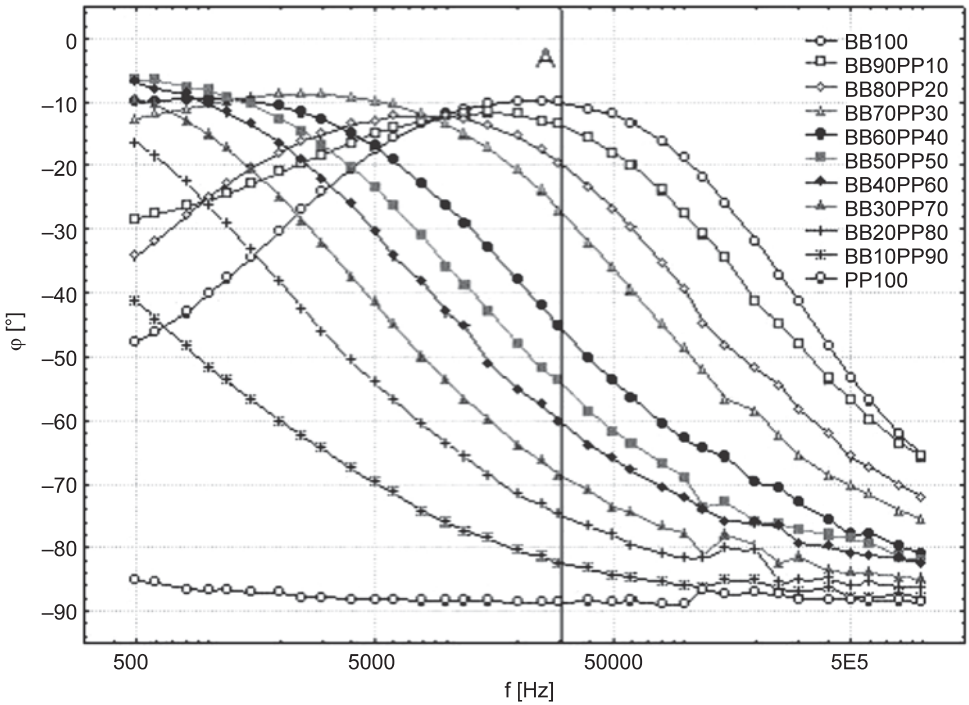
Uzyskany patent po ponadsiedmioletnim badaniu jego czystości wykazał, że omawiane badania były nowatorskie, potwierdzające równocześnie istotny postęp w badaniach polaryzacji elektrycznej z wykorzystaniem mierników impedancji nowej generacji.

Ośrodek piaszczysto-ilasty jest jednym z wielu modelowych układów, których znajomość jest istotna w szczególności w górnictwie naftowym ze względu na konieczność określania właściwości filtracyjno-zbiornikowych skał złożowych przy wykorzystaniu metod geofizyki wiertniczej, jak również z punktu widzenia procesu eksploatacji produktywnej serii złożowej. O ile struktura ośrodka piaszczystego oparta na przeważającym składniku – kwarcu – jest zbita o stosunkowo mało rozwiniętej powierzchni właściwej, to struktura ośrodka ilastego jest jej przeciwieństwem.

Struktura minerałów ilastych dopuszcza możliwość występowania w szerokim zakresie podstawień izomorficznych i innych defektów sieciowych. Jednostki strukturalne różnych minerałów ilastych – pakiety, mogą się łączyć w rozmaitych kombinacjach, co prowadzi do powstania różnorodnych struktur mieszanych. Minerały ilaste budzą szerokie zainteresowanie i stały się przedmiotem badań rozwiniętych na skalę niespotykaną w historii mineralogii. Zainteresowanie minerałami ilastymi wynika z faktu, że z substancjami

tymi związane jest ściśle życie biologiczne na powierzchni Ziemi, a w tym działalność życiowa człowieka [10].

Z punktu widzenia polaryzacji elektrycznej, która związana jest z drganiami czy przesunięciem ładunku w zmiennym polu elektrycznym, ośrodek piaszczysty jest istotnie odmienny od ilastego. Zasadniczą przyczyną tego faktu jest zawartość wody fizycznie związanej w rozpatrywanej strukturze. Woda jest składnikiem o wysokiej polaryzacji elektrycznej istotnie różniącym się od pozostałych składników struktury. Wykonane badania testowe dla stanu powietrzno-suchego wykazały, że przy częstotliwości około 30 kHz przesunięcie fazowe jest uzależnione od proporcji materiału ilastego do piaszczystego (linia A-A rys. 7). Prezentowane wyniki badań były podstawą do zgłoszenia jako wniosek projektu wynalazczego w Urzędzie Patentowym Rzeczypospolitej Polskiej [8].



Rys. 7. Zmiany przesunięcia fazowego φ w zależności od częstotliwości i procentowej zawartości materiału ilastego w mieszaninie piasek–ił (co 10%) w stanie powietrzno-suchym dla układu dwuelektrodowego; BB – bentonit bułgarski, PP – piasek płuczkowy [6]

W opublikowanej niedawno monografii [4], która jest obszernym zbiorem (ponad 1200 stron) wyników badań naukowych przeprowadzonych w Amsterdamie, Bostonie, Heidelbergu, Londynie, Nowym Jorku, Oxfordzie, Paryżu, San Diego, San Francisco, Singapurze, Sydney, Tokio dotyczących materiałów ilastych, nie zauważono tego typu badań. Obszerność prezentowanej monografii (setki powołań literaturowych) uzmysławia fakt, jak duży potencjał naukowy jest zaangażowany w poznanie jednego z powszechnie wystę-

pujących w strukturach skał osadowych, mającego wielokierunkowe utylitarne zastosowania – materiału ilastego.

Wykorzystanie pomiarów impedancji, a zwłaszcza kąta przesunięcia fazowego w zakresie niższych częstotliwości niż w przypadku prezentowanych wyników badań, może być przyczynkiem do nowszej analizy i syntezy procesów drgań czy przesunięcia ładunków elektrycznych w ośrodku piaszczysto-ilastym.

4. PODSUMOWANIE

1. Prezentowany artykuł objaśnia przyczyny, z powodu których w dotychczasowych badaniach naukowych, zwłaszcza środowiska silnie polarnego, nie zajmowano się problematyką polaryzacji elektrycznej w zakresie niskich częstotliwości – decydował o tym brak właściwej aparatury.
2. Pojawienie się mierników impedancji nowej generacji opartych na binarnie kształtowanej sinusoidzie pomiarowej, jak w przypadku miernika Hioki 3532, stanowiło impuls do realizacji szeroko zaprogramowanych badań polaryzacji elektrycznej, m.in. uwzględniających możliwości budowy oraz ciągłej modernizacji nowoczesnego stanowiska badawczego.
3. Wyniki badań uzyskane przez autora zaowocowały nie tylko pracą doktorską [6], ale i patentem [7] oraz zgłoszeniem patentowym dotyczącym ośrodka piaszczysto-ilastego [8]. Stworzyły też możliwości dalszych badań w ramach projektu badawczego KBN, w ramach którego przygotowany został m.in. prezentowany artykuł.

LITERATURA

[1] 9593-01 RS-232C Interface, 3532/3522 LCR HiTester, Instruction Manual, HIOKI E.E. Corporation

[2] Chełkowski A.: *Fizyka dielektryków*, Państwowe Wydawnictwo Nukowe, Warszawa 1979.

[3] Coster H.G., Chilcott T.C., Coster A.C.: *Impedance spectroscopy of interfaces, membranes and ultrastructures*, "Bioelectrochemistry and Bioenergetics" 40, 1966.

[4] Bergaya F., Theng B.K., Lagaly G.: *Handbook of Clay Science*, Elsevier, Amsterdam 2006.

[5] Krochmal J.K.: *Modernizacja stanowiska laboratoryjnego do badania własności dielektrycznych skał*, sprawozdanie z badań własnych WWNiG AGH, Kraków 1997 (niepublikowane).

[6] Krochmal J.K.: *Badania przesunięcia elektrycznego w wybranych modelach płynów złożowych i skał*, praca doktorska, WWNiG AGH, 2007 (niepublikowane).

[7] Krochmal J.K.: *Sposób określania składu substancji*, patent UP RP nr P-344897 z dnia 29.01.2008 r.

[8] Krochmal J.K., Rychlicki S., Twardowski K., Traple J.: *Sposób określania składu materiałów stałych metodą elektryczną*, wniosek o udzielenie patentu UP RP o nr P-382349, 2007.
[9] Miczulski W.: *Pomiary impedancji metodą przetwarzania kątów przesunięć fazowych*, Wyd. Politechniki Zielonogórskiej, Zielona Góra 2000.
[10] Stoch L., *Minerały ilaste*, Wydawnictwa Geologiczne, Warszawa 1974.