## 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 ядерномагнитным 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<sub>м</sub> 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, которое 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 ( $f_{\rm M} = 50$  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]:

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

где  $T_2^*$  — эффективное время поперечной релаксации, вычисляемое по затуханию "виглей" сигнала ЯМР,  $\gamma$  — гиромагнитное отношение.

При изменении  $T_2$  погрешность зависит от величины  $\Delta H$  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 модуля-

ции, 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  $\Delta H$  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  $H_{\rm M}$  и  $H_1$ .



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, *a*) с  $B_{\Pi} = 0,67$  Тл

(Н<sub>п</sub> = 533 165 А/м). Чтобы иметь возможность изменять расстояния между полюсами магнита-анализатора d<sub>2</sub> под конструкции с различными значениями d<sub>1</sub> в установке использовался модернизированный электромагнит (рис. 2, б). Величина H<sub>a</sub> изменятся от 38 754 до 95 316 А/м при  $d_2 = 8$  мм. В промышленных ЯМР-измерителях применяется постоянный магнитанализатор.



Puc. 2

Для проведения исследований было изготовлено 20 экземпляров анализатора различных диаметров d<sub>1</sub> (4—14 мм) и длины (15 и 25 мм).

На рис. 3 в качестве примера представлены сигналы ЯМР, полученные для разных конструкций анализатора (а — традиционная, б — предлагаемая), при оптимальном расходе жидкости q ( $a - H_a = 57750$  Å/м,  $d = d_1 = 3$  мм,  $d_2 = 8$  мм, L = 7 мм,  $\Delta H = 8 \cdot 10^{-4}$ ;  $\delta - H_a = 48123$  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 °C). Амплитуда поля модуляции *H*<sub>м</sub> для каждого представленного сигнала ЯМР выбиралась из максимального ОСШ, частота модуляции  $f_{\rm M} = 50$  Гц. a)



Puc. 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,  $\delta - 1,117 \pm 0,005$  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,  $a T_2 = 1,609 \pm 0,011$  мс, для рис. 3,  $\delta - T_2 = 1,612 \pm 0,007$  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  $\Delta H$  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  $H_{\rm M}$  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);  $H_{\rm a} = 57$  750 (1), 48 123 (2), 39418 А/м (3)).



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  $\Delta H$  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 расходомеры. 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.
- 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 8<sup>th</sup> 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.
- Davydov V. V. The research of the relaxation times T<sub>1</sub> and T<sub>2</sub> 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.
- Davydov V. V. The calculation of relaxation times T<sub>1</sub> and T<sub>2</sub> 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. физмат. наук, доцент; Санкт-Петербургский государственный
		политехнический университет, кафедра квантовой электроники;
		E-mail: davydov_vadim66@mail.ru
Валентин Иванович Дудкин		д-р физмат. наук, профессор; Санкт-Петербургский государственный
		политехнический университет, кафедра квантовой электроники;
		E-mail: vidoodkin@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.