

(19) DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK

PATENTSCHRIFT



Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

1591 12

Int.Cl.³

3(51)

G 01 N 29/02

G 01 H 3/06

AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP G 01 N/ 2302 265

(22) 25.05.81

(44) 16.02.83

(71) siehe (72)

(72) JAEGER, FRANK-MICHAEL;DD;

(73) siehe (72)

(74) BRENNSTOFFINSTITUT FREIBERG, 9200 FREIBERG, HALSBRUECKER STR. 34

(54) FEUCHTEMESSEINRICHTUNG

(57) Die Erfindung betrifft eine Feuchtemeßeinrichtung, die in der Lage ist, in Luft oder Gas die relative Feuchte zwischen 0 und 100% relativer Feuchte zu messen. Das Ziel der Erfindung besteht in der Beseitigung der Mängel der bekannten Lösungen sowie in der Steigerung der Empfindlichkeit von Feuchtemeßeinrichtungen. Es wird die Aufgabe gelöst mittels der Schwingungsresonanz im Bereich von 0 bis 100% relativer Feuchte ein digitales Signal bei hoher Empfindlichkeit bereitzustellen. Erfindungsgemäß bestehen die mechanischen Resonatoren aus einer Blei-Zirkonat-Titanat-Keramik, wobei der als Feuchtemeßfühler eingesetzte Resonator entgegen seines ursprünglichen Verwendungszwecks als mehrkreisiges Filter nicht feuchtdicht umschlossen ist. Durch die Anordnung an sich bekannter Schaltungen wird die Bezugsfrequenz mit der Mischfrequenz gemischt und die resultierende Frequenz als Maß der relativen Feuchte in möglichst rechteckige Impulse geformt und in geeigneter Form digital angezeigt. Es ist möglich, die als Meßfühler und als Bezugsresonator arbeitenden Resonatoren räumlich getrennt von der Feuchtemeßeinrichtung zu betreiben.

230226 5

Titel der Erfindung
Feuchtemeßeinrichtung

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft Feuchtemeßeinrichtungen und insbesondere solche feuchtigkeitsempfindliche Geräte, die in Luft oder Gas liegende piezoelektrische, auf Feuchtigkeit ansprechende mechanische Resonatoren besitzen und in der Lage sind, die relative Feuchte zwischen 0 und 100 % relativer Feuchte zu messen.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Bekannt sind Feuchtemeßeinrichtungen, deren Feuchtigkeitssensoren in Abhängigkeit von der zu messenden Feuchte, ihren Widerstand oder Kapazität ändern. Während bei ersteren die Widerstandsänderung im allgemeinen mittels einer Stromänderung zur Anzeige gebracht wird, kann bei letzteren die Kapazitätsänderung als Änderung der Resonanzfrequenz eines Schwingkreises erfaßt werden. Die sich aus der Feuchte des zu messenden Mediums ergebende Frequenz an sich oder bei Verwendung eines Bezugsschwingkreises die Differenzfrequenz kann direkt digital angezeigt werden. In allgemeinen Lehren wird die Ansicht vertreten, daß man Feuchte nicht digital messen kann (W. Lück, Feuchtigkeit. R. Roldenburg, München Wien 1964, S. 73).

Es wurde bereits vorgeschlagen, mittels Topfkreis-Resonatoren (DDR-Patentschrift 131 298) geringe Materialfeuchten zu messen. Mit diesem Verfahren ist aber eine Feuchtemessung in Gasen nicht möglich.

Der geringe Einfluß der Feuchtigkeit auf die Dielektrizitätskonstante bei Gasen verlangt sehr hohe Resonanzfrequenzen der Meßanordnung. Mit herkömmlichen Mitteln sind diese hohen Resonanzfrequenzen bei ausreichender Stabilität und notwendiger Meßempfindlichkeit nicht zu erreichen. Meßkondensatoren mit Gas als Dielektrikum haben für die Feuchtemessung in Gasen keine praktische Bedeutung.

Mikrowellenfeuchtemesser, die ebenfalls nach dem Resonanzprinzip arbeiten (W. Lück, Feuchtigkeit. R. Oldenburg, München Wien 1964), sind sehr aufwendige Meßanordnungen, die einen massenhaften industriellen Einsatz nicht gestatten. Die dazu verwendeten elektronischen Bauteile gestatten schon auf Grund ihrer Abmessungen und ihrer Masse keine handlichen und transportablen Geräte.

Bekannt sind weiterhin Meßverfahren mit piezoelektrischen Kristallsensoren zur Konzentrationsbestimmung von Aerosolen (S. P. Daley; D. A. Lundgren, The Performance of Piezoelectric Crystal Sensors Used to Determine Aerosol Mass Concentration. American Industrial Hygiene Association Journal, July 1975, 518-532).

Bei diesen Geräten wird die Änderung der Resonanzfrequenz eines Quarzblättchens durch Ablagerung von Fremdmaterialien zur Konzentrationsbestimmung von Aerosolen ausgenutzt. Die in der Luft enthaltene Feuchte bewirkt bei den Geräten zur Aerosolbestimmung einen Fehler der angezeigten Aerosol-Massekonzentration, der sich aus den Feuchteeffekten auf dem Quarz-Kristall und dessen Elektroden ergibt. Bei einem Gerät mit Quarz-Kristallen, die eine Resonanzfrequenz von 10 MHz besitzen, bewirkt eine Feuchteänderung von 1 % relativer Feuchte eine absolute Frequenzänderung kleiner 0,2 Hz; daß heißt, die relative Frequenzänderung je 1 % relativer Feuchte ist kleiner $2 \cdot 10^{-6}$. Für ein anderes Gerät mit Quarz-Kristallen mit 5 MHz Resonanzfrequenz wird eine Frequenzänderung von etwa 100 Hz bei einer relativen Feuchteänderung von 0 bis 95 % angegeben. Die relative Frequenzänderung beträgt somit ca. $25 \cdot 10^{-6}$. Eine Messung der Feuchte mit unbehandelten Quarz-Kristallen ist auf Grund dieser re-

lativen Frequenzänderungen nicht vorteilhaft.

Bekannt ist, daß Überzüge auf den Quarz-Kristallen, deren Feuchteempfindlichkeit verändern. So soll ein dünner Überzug aus Silikonfett von ca. 0,5 μm auf den Elektroden die Empfindlichkeit gegenüber Feuchte verringern. Durch den Überzug der Quarz-Kristalle mit Materialien, die eine Affinität gegenüber Feuchte besitzen, ist es möglich, die Feuchteempfindlichkeit zu steigern und damit die Feuchte zu messen. Das hygroskopische Verhalten der Überzüge und das Verhalten des Quarzes bestimmen dann die Feuchteempfindlichkeiten. Elektrostatische Abscheidungen sollen jedoch zu großen Fehlern unter Probenahmebedingungen führen, die mit starken Schwankungen der relativen Feuchte verbunden sind.

Bekannt ist ein Feuchtigkeitsanalysator für den ppm-Bereich (0 ... 5 und 0 ... 1000 Vol.-%-ppm) mit 9 MHz-Schwingquarz.

Die theoretischen Grundlagen für die piezoelektrische Messung der Masse wurden 1959 von Sauerbrey (Sauerbrey, G. Z., Verwendung von Schwingquarzen zur Wägung dünner Schichten und zur Mikrowägung, Zeitschr. Phys. 155, 206 (1959)) entwickelt und mit folgenden Gleichungen beschrieben:

$$\frac{\Delta f}{\Delta m} = \frac{-C_f}{A_d} = -C_f^* \quad (a)$$

$$\text{für } A_d \geq A_a, \quad C_f = \frac{f^2}{N \cdot P_Q} \quad (b)$$

f - Resonanzfrequenz des Kristalls, MHz.

Δf - Änderung der Kristallfrequenz durch Zusatz von Δm , Hz.

Δm - Inkrementale Änderung der Masse, μg .

N - Frequenzkonstante für AT-Schnitt Quarz, 0,167 MHz.cm.

P_Q - Dichte des Quarzes, 2,65 g/cm³.

A_a - Aktiver oder schwingender Anteil der Kristalloberfläche, cm².

A_d - Fläche, die von der Ablagerung Δm bedeckt ist, cm².

C_f - Schichtempfindlichkeitskonstante, Hz/($\mu\text{g}/\text{cm}^2$).

C_f^* - Massenempfindlichkeitskonstante, Hz/ μg .

Nach Einsetzen von Gleichung (a) in Gleichung (b) erhält man für die Frequenzänderung:

$$\Delta f = - \frac{f^2 \cdot \Delta m}{N \cdot P_Q \cdot A_d} \quad (c)$$

Im Interesse einer großen Frequenzänderung wird man, wie aus Gleichung (c) ersichtlich, bestrebt sein, möglichst Quarze mit hohen Resonanzfrequenzen zu wählen. Dem sind aber Grenzen gesetzt, weil einmal die Temperaturabhängigkeit der Quarze Größenordnungen über der Abhängigkeit von der Feuchte liegt, der Quarz als Feuchtigkeitssensor nicht mehr von der übrigen Meßanordnung räumlich getrennt werden kann, da die Kapazität und Induktivität des Verbindungskabels einen merklichen Einfluß ausübt beziehungsweise das Schwingen des Oszillators auf der gewünschten Frequenz überhaupt unmöglich macht.

Die Überzüge der Quarz-Kristalle, die eine Affinität gegenüber der Feuchte besitzen, müssen, wenn die durch Feuchtigkeitsaufnahme hervorgerufene Masseänderung eine proportionale Frequenzänderung hervorrufen soll, mit dem Kristall schwingen. Die Tendenz der Überzüge nicht mit dem Kristall zu schwingen, das heißt immer mehr von dem linearen Verhalten des Quarzes abzuweichen, ist sowohl eine Funktion der Frequenz als auch der Schwingungsamplituden. Zum Erreichen maximaler Empfindlichkeit sollten beide Parameter minimiert werden.

Störende Temperatureinflüsse wirken nicht nur auf den Quarz-Kristall, sondern auch auf die hygroskopischen Überzüge, so daß der Bezugs-Quarz-Kristall ein anderes Temperaturverhalten zeigt.

Weiterhin besitzen die Überzüge nicht nur gegenüber Wasser eine Affinität, so daß andere Stoffe, zum Beispiel Alkohole, einen störenden Einfluß auf die Feuchtemessung ausüben.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, die aufgeführten Mängel bekannter Feuchtemeßfühler zu beseitigen sowie eine wesentliche Empfindlichkeitssteigerung der auf Schwingungsresonanz beruhenden

Feuchtemeßverfahren zu erreichen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, das Problem der Feuchtemessung dahingehend zu lösen, daß mittels der Schwingungsresonanz mechanischer Resonatoren ein der relativen Feuchte von 0 bis 100 % proportionales digitales Signal bei hoher Empfindlichkeit gewonnen wird und das dazu nur ein für diese Meßverfahren geringen Aufwand erfordert und gleichzeitig die Möglichkeit bietet, mit modernen Bauelementen der Mikroelektronik kombiniert zu werden.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die Feuchtemeßeinrichtung als Feuchtemeßfühler mechanische Resonatoren enthält, deren Resonanzfrequenz sich in Abhängigkeit vom Feuchtegehalt der umgebenden Atmosphäre ändert und daß die Resonatoren aus piezoelektrischer Blei-Zirkonat-Titanat-Keramik bestehen.

Es wurde gefunden, daß mehrkreisige Filter aus Blei-Zirkonat-Titanat-Keramik, die entgegen ihres ursprünglichen Verwendungszweckes als Selektionsmittel in Zwischenfrequenzverstärkern der Nachrichtentechnik in Oszillatorschaltungen zum Schwingen angeregt werden und dabei entgegen ihres ursprünglichen Aufbaues nicht feuchtedicht verschlossen sind oder bei denen die feuchtedichte Hülle entfernt, beziehungsweise feuchtedurchlässig gemacht wurde, auf Feuchteänderungen reagieren.

Der Einsatz von Resonatoren aus piezoelektrischer Blei-Zirkonat-Titanat-Keramik gleichen Typs sowohl in dem Bezugsoszillator als auch als Feuchtemeßfühler im Meßoszillator ermöglicht Einflüsse der Temperatur und Betriebsspannung zu kompensieren.

Durch die Anordnung an sich bekannter elektronischer Schaltungen wird die Bezugsfrequenz mit der Meßfrequenz gemischt und die daraus resultierende Frequenz, die ein Maß der relativen Feuchte darstellt, in möglichst rechteckförmige Impulse geformt und in geeigneter Form digital zur Anzeige gebracht und angezeigt. Damit in dieser Schaltungsanordnung mehrkreisige Filter aus Blei-Zir-

konat-Titanat-Keramik, die industriell hergestellt werden und Toleranzen der Resonanzfrequenz von etwa ± 500 Hz aufweisen, bei einer relativen Feuchte von 0 % auf gleicher Resonanzfrequenz schwingen, müssen in den Oszillatorschaltungen einstellbare Widerstände und LC-Kreise enthalten sein, die jedoch beim Meßoszillator trotzdem noch eine der relativen Feuchte proportionale Änderung der Frequenz bewirken. Das heißt, die Änderung der Resonanzfrequenz des Filters aus Blei-Zirkonat-Titanat-Keramik, die durch die Feuchteänderung hervorgerufen wird, muß einen größeren Einfluß auf die Frequenz des Meßoszillator ausüben, als die anderen frequenzbestimmenden Bauteile.

Durch die gegenüber Quarzen niedrigeren Resonanzfrequenzen ist es möglich, den als Feuchtemeßfühler fungierenden mechanischen Resonator aus Blei-Zirkonat-Titanat-Keramik und dessen Bezugsresonator aus Blei-Zirkonat-Titanat-Keramik auch räumlich getrennt von der übrigen Feuchtemeßeinrichtung zu betreiben, da die störenden Einflüsse der Zuleitungskabel zu den Resonatoren nicht in dem Maße wirken.

Durch die Verwendung von Resonatoren aus Blei-Zirkonat-Titanat-Keramik zur Feuchtemessung wird eine gegenüber Quarzresonatoren wesentlich größere Frequenzänderung erreicht. Die relative Frequenzänderung beträgt bei den verwendeten Resonatoren aus Blei-Zirkonat-Titanat bei einer relativen Feuchteänderung von 0 bis 100 % etwa $3 \cdot 10^{-3}$, das heißt, das 100- bis 1000-fache gegenüber Quarzresonatoren.

Die absolute Frequenzänderung beträgt bei den verwendeten Resonatoren aus Blei-Zirkonat-Titanat bei einer relativen Feuchteänderung von 0 bis 100 % etwa 1,5 kHz. Verwendet man zur Anzeige einen digitalen Frequenzmesser mit einer Auflösung von 1 Hz, kann noch eine Feuchteänderung kleiner 0,1 % relativer Feuchte erfaßt werden. Unter Laborbedingungen ohne Thermostatierung des Oszillatoren ist die absolute Schwankung der resultierenden Differenzfrequenz aus Bezugsoszillatorfrequenz minus Meßoszillatorfrequenz, kleiner 1 Hz.

Die Resonatoren aus Blei-Zirkonat-Titanat-Keramik benötigen keine hygroskopischen Überzüge, da sie auf Grund ihrer Struktur selbst eine genügend große Affinität gegenüber Wasser besitzen.

Es ist möglich, in mit Alkohol gesättigten Gasen die Feuchte zu messen, ohne daß eine Fehl Anzeige erfolgt.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachstehend an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert werden. In der zugehörigen Zeichnung zeigen:

Fig. 1: den Stromlaufplan der Feuchtemeßeinrichtung

Fig. 2: den Prinzipstromlaufplan der Feuchtemeßeinrichtung, mit nachfolgender Signalverarbeitung,

Fig. 3: die Eichkurve der Feuchtemeßeinrichtung.

Die Resonatoren aus piezoelektrischer Blei-Zirkonat-Titanat-Keramik 1 und 2 sind schaltungsmäßig in den Oszillatoren 3 und 4 angeordnet. Im Ausführungsbeispiel werden als Resonatoren mehrkreisige Filter aus piezoelektrischer Blei-Zirkonat-Titanat-Keramik verwendet. Praktisch erprobt wurden die AM-ZF-Typen SPF 455 A6 und SPF 455-9. Als Feuchtemeßfühler arbeitet der Resonator 2, dessen Hülle soweit entfernt wird, daß die zu messende Feuchte ungehindert auf den Resonator aus piezoelektrischer Blei-Zirkonat-Titanat-Keramik einwirken kann und dessen Resonanzfrequenz ändert. Mit zunehmender Feuchte sinkt die Resonanzfrequenz.

Die Oszillatorschaltungen des Bezugsoszillators 3 und des Meßoszillators 4 sind analog aufgebaut. Um die Oszillatorschaltungen nicht zu belasten, wurde jeweils eine Kollektorstufe 5 und 6 nachgesetzt.

Der Doppelbalance-Ringmischer 7, der den parallel arbeitenden Oszillatoren 3 und 4 nachgeschaltet ist, filtert die Differenzfrequenz heraus und unterdrückt wirksam die HF-Schwingungen der Oszillatoren.

Im nachfolgenden Verstärker 8 wird die Differenzfrequenz weiter verstärkt und gleichzeitig so begrenzt, daß ein rechteckförmiges Signal zur Verfügung steht. Dieses Signal kann mit einem digitalen Frequenzmesser 9 angezeigt werden. Mit einem analogen Frequenzmesser 10 mit Schreiber Ausgang und einem Schreiber 11 wird die Feuchte analog registriert.

Es empfiehlt sich, für die Resonatoren gleiche Typen zu verwenden, um Temperatureinflüsse gering zu halten.

Fig. 3 zeigt den Verlauf der Differenzfrequenz in Abhängigkeit von der relativen Feuchte. Die Anzeige ist unabhängig von der Gasmenge. Praktisch wurde ein Gasdurchsatz aus Feuchtesensor von 0 ... 200 l/h erprobt. In mit Alkoholen gesättigten Gasen zeigten die erprobten Resonatoren keine Beeinflussung der Feuchteempfindlichkeit.

Erfindungsansprüche

1. Feuchtemeßeinrichtung mit mechanischen Resonatoren, deren Resonanzfrequenz sich in Abhängigkeit vom Feuchtigkeitsgehalt der umgebenden Atmosphäre ändert, dadurch gekennzeichnet, daß das Material der Resonatoren piezoelektrische Blei-Zirkonat-Titanat-Keramik ist, daß die mechanischen Resonatoren (1, 2) als mehrkreisige Filter ausgebildet sind und der als Feuchtemeßfühler arbeitende Resonator (2) nicht feuchtedicht umschlossen ist und daß der Feuchtigkeitsgehalt der Atmosphäre über eine geeignete Schaltungsanordnung als direkt proportionale Impulsfolge für die digitale Anzeige und/oder Weiterverarbeitung zur Verfügung steht.
2. Feuchtemeßeinrichtung nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß der der als Feuchtemeßfühler arbeitende Resonator (2) und dessen Bezugsresonator (1) wahlweise auch räumlich getrennt von der übrigen Feuchtemeßeinrichtung zu betreiben sind.

Hierzu 2 Seiten Zeichnungen

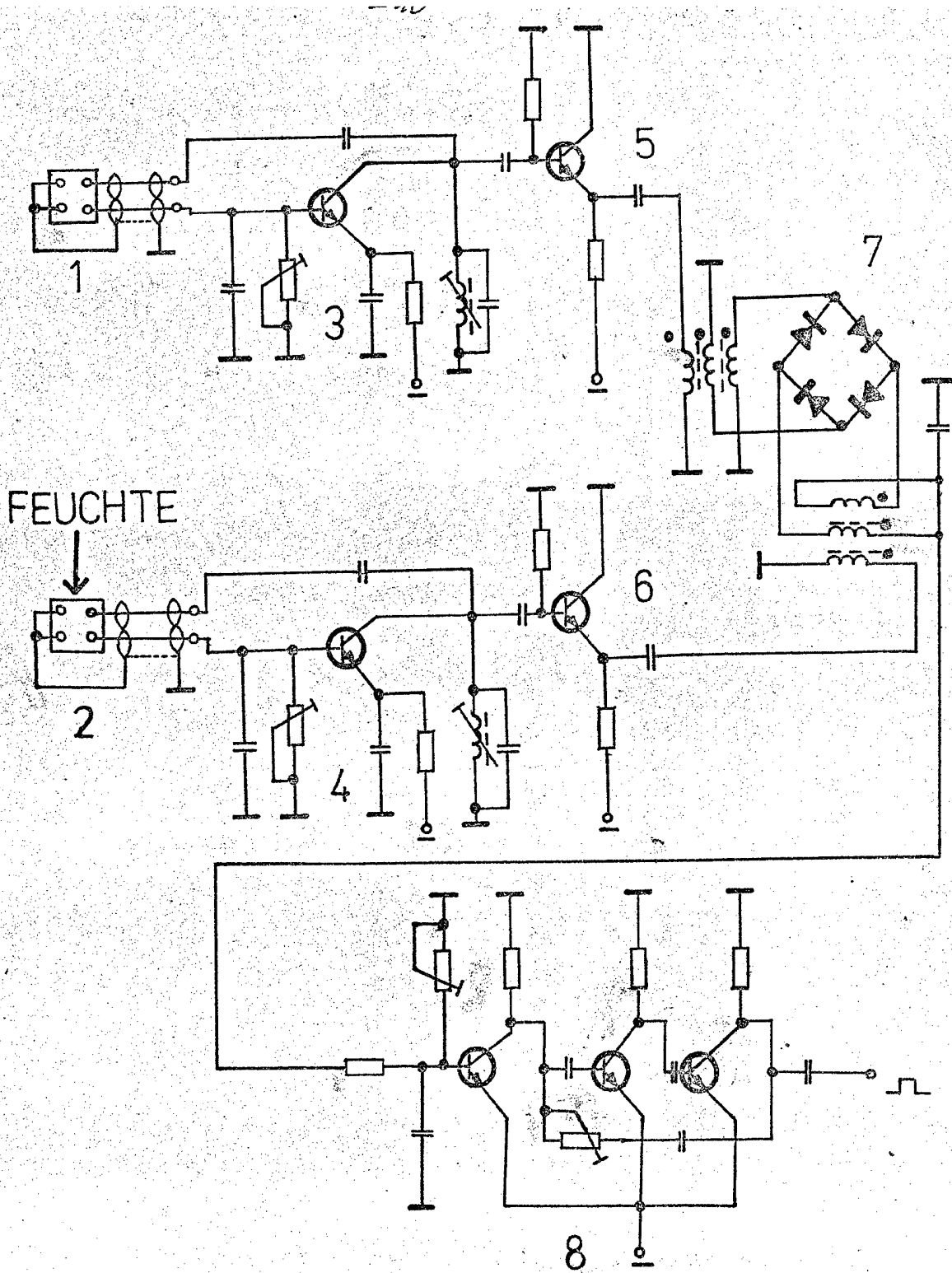


FIG. 1

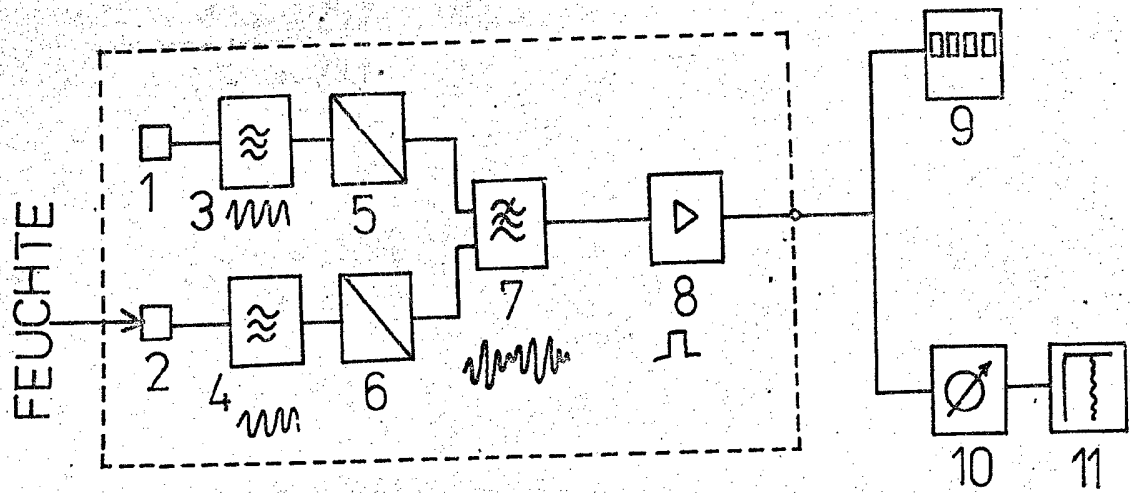


FIG. 2

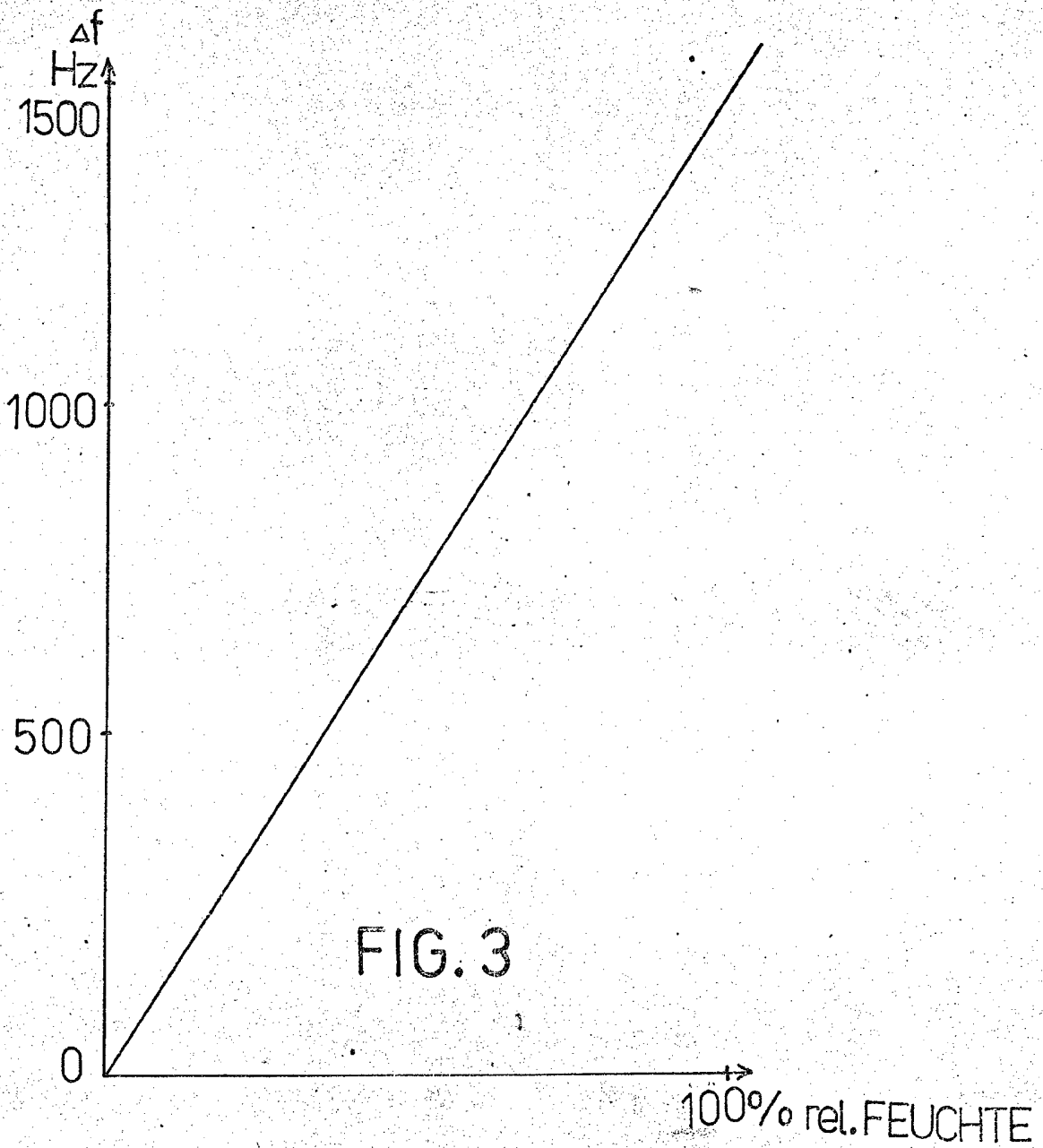


FIG. 3