

<https://doi.org/10.31891/2219-9365-2023-75-6>

УДК 543.421

ЗАЩЕПКИНА Наталія

Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського»

<https://orcid.org/0000-0001-9397-6632>

e-mail: [nanic1604@gmail.com](mailto:nanic1604@gmail.com)

МЕЛЬНИЧЕНКО Дмитро

Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського»

e-mail: [melnik.dimoss@gmail.com](mailto:melnik.dimoss@gmail.com)

## РОЗРОБКА ПРОТОТИПУ ІНФОРМАЦІЙНО-ВИМІРЮВАЛЬНОГО СИСТЕМИ ДЛЯ ЕКСПРЕС-ВИМІРЮВАННЯ НІТРАТІВ В РІДИНАХ

У цьому науковому дослідженні розроблено нову інформаційно-вимірювальну систему для ефективного визначення концентрації нітратів у рідинах. Основною метою роботи було створення інформаційно-вимірювальної системи (ІВС), яка б забезпечувала точні та надійні вимірювання з використанням сучасних технологій.

Застосування новітніх фотометричних рішень, зокрема використання потужних ультрафіолетових світлодіодів та чутливих фотодіодів, сьогодні надало можливість досягти чутливості до визначення нітратів на рівні 1 мг/л. Це актуальне питання тому, що нітрати є одними з основних забруднювачів водних ресурсів які негативно впливають на навколишнє середовище та здоров'я людини.

Дослідження були проведені на зразках, відібраних з річок та озер України, а отримані результати оброблялися в режимі реального часу. Встановлення автоматичних систем моніторингу на основі розробленої інформаційно-вимірювальної системи дозволить ефективно контролювати якість води та реагувати на можливі забруднення водних ресурсів країни.

Отримані дані спрямовані на побудову комплексного обладнання для відносного моніторингу водного середовища, що дозволяє формувати обґрунтовані рекомендації, реагування та визначення сценаріїв автоматизованих дій. Встановлення таких автоматичних ІВС спостереження надасть можливість своєчасно попереджати забруднення водних ресурсів та забезпечувати надання якісної води в магістральні трубопроводи.

Ключові слова: інформаційно-вимірювальна система, нітрати, фотометрична схема, ультрафіолетові світлодіоди, фотодіоди, моніторинг водного середовища.

ZASHCHEPKINA Nataliia, MELNYCHENKO Dmytro

National Technical University of Ukraine «Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute»

## DEVELOPMENT OF A PROTOTYPE INFORMATION AND MEASURING SYSTEM FOR RAPID MEASUREMENT OF NITRATES IN LIQUIDS

This research study proposes a new information and measurement system for efficient determination of nitrate concentration in liquids. The main goal of the work was to create a system that would provide accurate and reliable measurements using modern technologies.

The application of the latest photometric solutions, including the use of powerful ultraviolet LEDs and sensitive photodiodes, made it possible to achieve a nitrate sensitivity of 1 mg/L. This is important because nitrates are one of the main pollutants of water resources and can have a negative impact on the environment and human health.

The research was conducted on water samples from rivers and lakes in Ukraine, and the results were processed in real time. The installation of automatic monitoring systems based on the developed system will effectively control water quality and respond to possible water pollution.

The data obtained today are already being used to build complex equipment for relative monitoring of the water environment, which allows for the formation of sound recommendations, response and determination of automated action scenarios. The installation of such automatic monitoring systems will make it possible to prevent water pollution in a timely manner and ensure the supply of quality water to main pipelines.

Key words: information and measuring system, nitrates, photometric scheme, ultraviolet LEDs, photodiodes, water environment monitoring.

### Постановка проблеми у загальному вигляді

#### та її зв'язок із важливими науковими чи практичними завданнями

Водне середовище є важливим ресурсом для життя на Землі. За останні роки швидкого технологічного розвитку, збільшення кількості населення та індустріалізації, питома вага водних ресурсів стає ще вищою. Вода має унікальні характеристики, завдяки яким вона відіграє ключову роль у всіх біологічних, хімічних та фізичних процесах на Землі. Однак забруднення та надмірне використання водних ресурсів призводять до погіршення якості води, що ставить під загрозу живі організми та довкілля.

Однією з найбільш поширених проблем є забруднення води нітратами. Нітрати є натуральною складовою природних вод, проте їх надмірний вміст може мати серйозні наслідки. За даними світової організації охорони здоров'я, Всесвітньої організації охорони здоров'я та інших наукових джерел, концентрація нітратів у воді не повинна перевищувати встановлені норми. Відомо, що перевищення цих норм може викликати серйозні наслідки для здоров'я людини та навколишнього середовища.

У сучасному світі швидкий розвиток технологій збору та обробки даних розширює можливості для покращення якості прийняття рішень у різних галузях. Важливим завданням стає автоматизація процесів збору та аналізу експериментальних даних шляхом їх глибокої інтеграції в середовище реагування. Ключовими компонентами таких інтегрованих "розумних" систем є різноманітні датчики та метрологічне обладнання, здатні збирати дані і передавати їх в мережу, що називається «Інтернетом речей» (IoT). Основним завданням таких систем є забезпечення точних та достовірних вимірювань, а також забезпечення об'єктивності та перевірки результатів для сертифікації параметрів у необхідних одиницях вимірювання.

Алгоритми обробки даних грають важливу роль у забезпеченні надійності та об'єктивності роботи обладнання. Вони дозволяють перевіряти отримані показники та генерувати варіанти повернення системи до норми в разі виявлення відхилень.

Зокрема, галузь Інтернету речей (IoT) є динамічно розвиваючоюся сферою. За дослідженнями Ericsson, до 2022 року буде підключено 30 мільярдів пристроїв у всьому світі, з яких 16 мільярдів становитимуть IoT-пристрої. Цей ринок продовжує зростати на 24% щороку до 2025 року. Сенсори та датчики відіграють ключову роль у цьому розвитку, надаючи можливість збирати різноманітні дані та реалізовувати концепцію розумного середовища (Smart Environment) [1, 2].

Однією з ключових технологій, що вплинула на розвиток IoT, є мікроконтролер ESP8266. Цей мікроконтролер забезпечив можливість легкої інтеграції обладнання в Інтернет речей та став популярним рішенням для створення "розумних" пристроїв та систем. Його висока продуктивність та низька вартість сприяють поширенню IoT-рішень у багатьох галузях, що робить його важливим компонентом в контексті автоматизації процесів та збору даних.

Мета роботи – в розробці та створенні компактного датчика для вимірювання концентрації нітратів у воді на основі світлодіодів та напівпровідникових приймачів. Основним принципом, на якому ґрунтується робота цього датчик – закон Бугера-Ламберта-Бера, що описує залежність між інтенсивністю світла та товщиною середовища, через яке це світло проходить.

За використання новітніх світлодіодів, які випромінюють світло в діапазоні від 265 до 360 нм, ми плануємо створити датчик, який здатний працювати в обраному спектральному діапазоні для аналізу концентрації нітратів. Використовуючи принцип фотометричного методу та закон експоненційного зменшення інтенсивності світла, ми можемо точно вимірювати концентрацію нітратів у воді.

Закон Бугера-Ламберта-Бера представляється наступною формулою:

$$I/I_0 = \exp^{-\epsilon \lambda x},$$

де:  $I$  - інтенсивність світла на глибині матеріалу,  $I_0$  - інтенсивність світла на поверхні,  $\epsilon \lambda$  - показник поглинання світла,  $x$  - товщина середовища, через яке проходить світло.

Закон описує, як інтенсивність світла зменшується зі збільшенням товщини середовища та показника поглинання. У дослідженні, були використані світлодіоди та фотоприймачі для вимірювання інтенсивності світла, що проходить через воду з різною концентрацією нітратів, і застосовуємо цей закон для розрахунку концентрації нітратів у воді [3].

За даними Світової організації охорони здоров'я (WHO), максимально допустима концентрація нітратів у воді призначеній для споживання становить 50 міліграмів на літр (мг/л) у перерахунку на азот або 10 мг/л у перерахунку на нітратний іон. Перевищення цих норм може призвести до розвитку хронічної азотної інтоксикації у людей, що може мати серйозні наслідки для здоров'я [3-7].

Широкий спектр методів визначення концентрації нітратів у воді включає фотометричні, флуоресцентні, потенціометричні та хемілюмінесцентні методи. Однак, багато з цих методів мають обмеження, такі як низька чутливість або обмежений діапазон вимірювань.

У зв'язку з цим, розроблено метод визначення нітратів у воді, використовуючи трихвильову фотометрію в ультрафіолетовому спектрі. Цей метод дозволяє визначати концентрацію нітратів на рівні від 100 до 5 міліграмів на літер та має потенціал для використання в реальному масштабі часу для контролю за якістю природних вод [3].

Експериментальні дослідження показали, що цей метод має великий потенціал для точного та швидкого визначення концентрації нітратів у воді.

### Формулювання цілей статті

Актуальність роботи полягає в вирішенні важливої екологічної проблеми забруднення води нітратами т для контролю за якістю води в реальному часі.

### Виклад основного матеріалу

Для досягнення мети роботи, а саме, розробки методики вимірювання вмісту нітрат-іонів у проточних водних середовищах, виготовлено трьохканальний вимірювальний пристрій, оснащений проточними кюветами довжиною до 110 мм, які в три рази перевищують довжину стандартних

лабораторних кювет. Ця особливість сприяє підвищенню чутливості вимірювань у 20 разів відповідно до закону Бугера-Ламберта-Бера.

Згідно цього закону, оптична щільність розчину ( $A_x$ ) залежить від його оптичної щільності ( $C_x$ ) та товщини середовища ( $x$ ) за допомогою показника поглинання ( $\epsilon\lambda$ ):

$$A_x = \epsilon\lambda C_x,$$

де  $A_x$  - оптична щільність розчину,  $\epsilon\lambda$  - показник поглинання,  $C_x$  - оптична щільність досліджуваного розчину.

Визначивши оптичну щільність стандартного розчину ( $A_{ст}$ ) та його оптичну щільність ( $C_{ст}$ ) при відомій товщині ( $l_{ст}$ ), ми можемо отримати оптичну щільність досліджуваного розчину ( $C_x$ ) за допомогою наступного виразу:

$$C_x = C_c (A_x / A_{ст}).$$

Для підвищення точності вимірювань було реалізовано метод порівняння, який передбачає багаторазове проведення вимірювань на одній довжині хвилі (понад 400 разів).

Результати вимірювань, значення яких суттєво відрізнялися від середнього на 50% або більше, виділялися та використовувалися для подальшого аналізу.

Для автоматизації обробки великої кількості результатів було розроблено програмне забезпечення, яке дозволило одночасно реєструвати результати та відображати їх на моніторі. Наявність такої програми спростила процес обробки даних та визначення фактичного вмісту нітрат-іонів.

У експериментальному пристрої використано три напівпровідникових світлодіоди, які опрацьовують випромінювання в діапазоні від 265 до 360 нм (Рис.1). Кожен з цих світлодіодів має вузькосмуговий спектральний профіль, який не перевищує ширину лінії в 4-5 нм при показнику пропускання світла 0,7. Для реєстрації випромінювання, яке пройшло через довгий кювет, було використано три чутливих фотоприймача в ультрафіолетовому діапазоні.

Калібрувальні залежності були визначені на основі статичних експериментів, де водне середовище в кюветі систематично змінювалося [3].

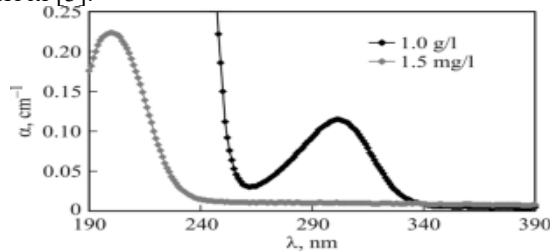


Рис. 1. Характеристика поглинання нітратів при двох різних концентраціях

Дослідження спрямовані на розробку і налагодження методики визначення вмісту нітрат-іонів у воді за допомогою 3-канального датчика. Було проведено калібрування даного датчика на основі спектральних характеристик та оптимізація алгоритму обробки отриманих даних.

Результати вимірювань були порівнянні з результатами, отриманими за допомогою інших методик (Рис 2).

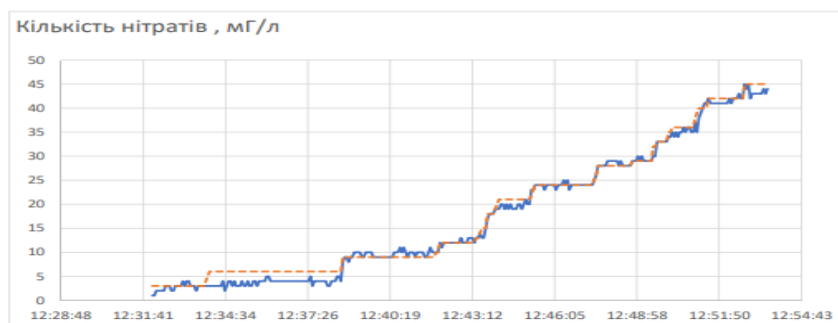


Рис. 2 Порівняльні результати вимірювання вмісту нітрат-іонів в воді

Застосування сучасних технологій та обладнання, таких як потужні УФ-випромінювачі та чутливі фотоприймачі, дозволило розробити 3-канальні та 4-канальні датчики, які працюють в режимі реального часу.

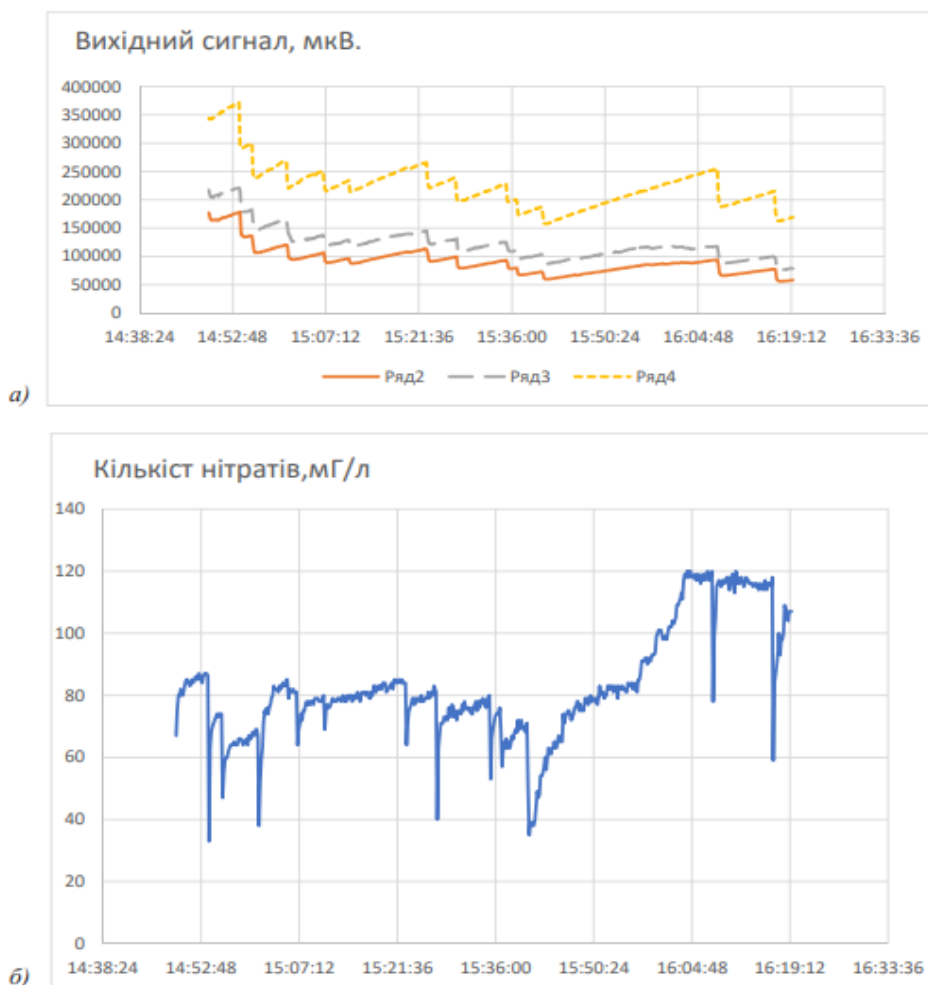


Рис. 3. Наведено вихідний сигнал на кожному з трьох каналів при проходженні світла водного розчину при поступовому введенні сірої глини та  $\text{NaNO}_3$  в сміську з водою до 1 літра (а) та результат обробки (б) на протяжні 60 хвилини

Ці датчики мають високу точність та можливість вимірювати зміни вмісту речовин у воді на дуже низькому рівні (1 мг/л). Такі датчики дозволяють вивчати історію забруднення водних джерел, визначати якість та кількість забруднюючих речовин у воді в залежності від часу та джерел забруднення.

Наступним етапом після вимірювання було вдосконалення методів компенсації мутності водного середовища.

За стандартними методами в дослідженні використовувався розчин сірої глини, який послідовно додавався до водного середовища разом із домішками нітратів.

На рис. 3 (а) показано результати вимірювання, початок о 14:50, коли був введений розчин сірої глини.

Всі три вимірювальні канали відреагували на дію сірої глини, як це показано на графіку (ряд 2). Ряд 2 відображає поведінку опорного каналу під час введення сірої глини та розчину нітратів, ряд 3 - поведінку основного вимірювального каналу, а ряд 4 - додаткового вимірювального каналу.

Починаючи з часу 15:41, проводилось поступове ввкдкння розчину нітратів. Як показано на рисунку 3 (б), результати вимірювань нітратів у водному середовищі були розраховані з урахуванням значень трьох каналів. Невелика зміна концентрації нітратів пов'язана з вимірювальними процесами через канали. Збільшення інтервалу часу між вимірюваннями, як показано далі, призводить до компенсаційних похибок.

Дослідження стану водного середовища протягом 60 хвилин показало, що введення розчину сірої глини, починаючи з часу 15:52, призвело до зміни прозорості в опорному каналі на більше ніж 50%. Крім того, наявність  $\text{NaNO}_3$  знаходилася на рівні приблизно 80 мг/л. Подальше додавання розчину нітратів у концентрації 40 мг/л, починаючи з -15:50, призвело до збільшення концентрації до 120 мг/л в -16:04.

Результати, отримані в реальних умовах, передавалися через існуючі інтернет-канали для подальшого аналізу.

Аналіз та розробка належних сценаріїв реагування призводила до численних ускладнень використання професійних метрологічних даних фахівцями з інших галузей, а самк - ризики помилок у реагуванні могли призвести до змін технологічних процесів та якості матеріалів, а також до небажаних наслідків після зміни хімічного складу води.

Подальший аналіз та адаптація результатів дозволять операторам державних та корпоративних систем моніторингу отримувати готові рішення на основі розроблених алгоритмів, що спростить виявлення факторів людських помилок і інтеграцію метрологічних даних в процеси прийняття рішень. Завдяки миттєвому отриманню даних з віддаленого метрологічного обладнання можливо оптимально реагувати на потенційні ризики або навіть повністю їх усувати без необхідності втручання людини.

Запропоновано апаратний склад вимірювальної системи. Першою інтегральною складовою інформаційно-вимірювальної системи є «Основний Блок Управління», управляючий всіма аспектами системи. Цей блок централізує і керує діями інших компонентів і складається з потужного мікроконтролера ESP8266, який має наступні характеристики:

- Мікроконтролер на базі архітектури Xtensa LX106.
- Частота процесора до 80 МГц, що дозволяє забезпечити високу продуктивність.
- Вбудований Wi-Fi модуль для бездротового зв'язку.
- Широкий набір GPIO портів для керування зовнішніми пристроями та сенсорами.
- Підтримка інтерфейсів UART, I2C, SPI для зручної комунікації з іншими пристроями.
- Низьке споживання енергії у режимі очікування, що робить його ідеальним для використання в батарейних пристроях.

Для точного зчитування значень фотодіода та їх подальшого аналізу був розроблений блок зчитування значень з фотодіода, включаючи два операційних підсилювачі AD8541ARTZ. Характеристики AD8541ARZ:

- Одноканальний операційний підсилювач з низьким внутрішнім струмом зміщення.
- Дуже низький вхідний струм і вхідний змінний струм.
- Робочий діапазон від 2,7 В до 5,5 В.

Другий операційний підсилювач працює в режимі операційного підсилювача, їхній сумарний коефіцієнт підсилення становить 20 разів. Отриманий сигнал конвертується в цифровий формат завдяки аналого-цифровому перетворювачу ADS1115. Деякі основні характеристики ADS1115:

- Роздільна здатність 16 біт для отримання дуже точних вимірювань.
- Чотири вхідні канали для одночасного вимірювання декількох сигналів.
- Високий динамічний діапазон і низький рівень шуму.
- Інтерфейс I2C для зручного підключення до мікроконтролера.

Крім того, для керування світлодіодами та забезпечення необхідного струму була розроблена 3-канальна плата драйверу світлодіодів. Кожен світлодіодний драйвер NUD4001DR2G видає струм 100 міліампер при напрузі 9 вольт. Керування цими драйверами виконується за допомогою мікроконтролера ATTINY13A з такими характеристиками:

- Архітектура RISC.
- Частота процесора до 20 МГц.
- 4 Кб вбудованої флеш-пам'яті для програмного забезпечення.
- 6 GPIO портів для керування підключеними пристроями.
- Інтерфейс UART для зв'язку з іншими пристроями.
- Низьке споживання енергії, що робить його ідеальним для використання в батарейних пристроях.

Необхідність підтримання стабільної номінальної напруги в 9 вольт важлива для коректної роботи світлодіодів, оскільки вони вимагають точної напруги для ефективної роботи.

Система збереження та обробки даних базується на REST API додатку, розгорнутому на хмарному сервері Google Cloud. Додаток написаний на мові програмування Python та використовує бібліотеку FastAPI, а база даних реалізована на PostgreSQL. Для керування міграціями бази даних використовуються Alembic та SQLAlchemy.

Схема роботи пристрою (Рис. 5) базується на послідовному взаємодії та передачі сигналів між окремими компонентами системи. «Основний Блок Управління» ініціює передачу сигналу драйверу світлодіодів, що дозволяє активувати окремий канал світлодіодів. «Блок Зчитування Значень З Фотодіода» проводить зчитування 100 значень та їх апроксимацію для отримання найточніших результатів. «Блок Контролю Напруги» відстежує вхідну напругу, не допускаючи її зниження нижче 9 вольт, інакше





Після програмної обробки, з урахуванням додаткового каналу, який оцінює прозорість водного середовища, був отриманий рекордний результат вимірювання концентрації нітрат-іонів на рівні до 600 мг/л. Процес збільшення концентрації водного розчину та вимірювання займав не більше 10 хвилин, що вказує на можливість проведення вимірів в режимі реального часу. Цей підхід особливо важливий для моніторингу технологічних процесів в промисловості та систем очищення, де вимагається високий рівень точності та швидкість вимірювань. У випадку аналізу водних джерел, зокрема малих річок, час вимірювань може бути збільшений відповідно до об'єму води, що аналізується.

#### **Висновки з даного дослідження і перспективи подальших розвідок у даному напрямі**

Було розроблено інформаційно-вимірювальну систему, спрямовану на визначення концентрації нітрат-іонів у рідині з можливістю працювати у режимі реального часу з високою точністю та швидкістю вимірювань.

В ході дослідження було використано три напівпровідникові світлодіоди, що працюють в діапазоні від 265 до 360 нм. Кожен світлодіод охоплює діапазон ширини лінії не більше 4-5 нм на рівні 0,7 в трьох окремих спектральних площинах. Для прийому випромінювання, пройшовшого через довгу кювету, використовувалися три чутливі фотоприймачі в ультрафіолетовому спектральному діапазоні.

Результати попередніх досліджень, які були використані для калібрування датчика, показали можливість вимірювання концентрації нітрат-іонів статично. Однак розроблений датчик дозволив проводити вимірювання в режимі реального часу з швидкістю не більше 10 секунд. Ця можливість є дуже важливою для моніторингу технологічних процесів та систем очищення водних середовищ.

Додатково було вирішено питання компенсації мутності водного середовища за допомогою розчину сірої глини, що дозволило отримувати більш точні результати вимірювань.

Розроблене програмне забезпечення дозволило автоматизувати обробку великої кількості результатів вимірювань та надавати реальну інформацію на екран монітора.

Отримані результати вимірювань на реальних об'єктах дозволили визначити концентрацію нітрат-іонів у водних середовищах з високою точністю та швидкістю, що дозволить вдосконалювати моніторинг та контроль за якістю водних джерел та є важливим для різних галузей промисловості та екології.

#### **Література**

1. Iot sensor market-growth,trends-COVID-19 Impakt.AND Forecasts (2021–2026) / Mordor Intelligence. URL: <https://www.mordorintelligence.com/industry-reports/iot-sensor-market> (дата звернення: 1.07.2022).
2. Mahdi Saeedi Nikoo, M. Cagri Kaya, Schwartz, Michael L., Oguztuzun, Halit. Internet of Measurement Things: Toward an Architectural Framework for the Calibration Industry: навч. посібник. Кам (Німеччина): Springer, 2019. С. 81–102.
3. Бойчун С.О. Моніторинг відносного вмісту нітратів у водах/ Бойчун С.О., Мельніченко Д.С., Таранов В.В // Екологічні науки № 4(43). 2023. –С. 32-39.
4. ДСТУ 7525:2014. Вода питна. Вимоги та методи контролювання якості. Мінекономрозвитку України. Київ, 2014. 26 с.
5. Гончарук В.В. Наука о воде : монографія. Київ : Наукова думка., 2010. 512 с.
6. ДСТУ 4078-2001 (ISO 7890-3:1998, MOD). Якість води. Визначання нітрату. Ч. 3. Спектрометричний метод із застосуванням сульфосаліцилової кислоти, 1998. 12 с. Введ. 01.01.2003.
7. 10. Kaya M.C., Nikoo M.S., Schwartz M.L. Internet of measurement things architecture: Proof of concept with scope of accreditation. Oguztuzun, H. Sensors Switzerland. 2020. Vol. 20. № 2. P. 1–3.

#### **References**

1. Iot sensor market-growth,trends-COVID-19 Impakt.AND Forecasts (2021-2026) / Mordor Intelligence. URL: <https://www.mordorintelligence.com/industry-reports/iot-sensor-market> (accessed on July 1, 2022).
2. Mahdi Saeedi Nikoo, M. Cagri Kaya, Schwartz, Michael L., Oguztuzun, Halit. Internet of Measurement Things: Toward an Architectural Framework for the Calibration Industry: a tutorial. Kam (Germany): Springer, 2019. С. 81-102.
3. Boichun S.O., Monitoring of the relative content of nitrates in waters/ Melnichenko D.S., Taranov V.V. // Ecological sciences. № 4(43). 2023. –С. 32-39.
4. DSTU 7525:2014. Drinking water. Requirements and methods of quality control. Kyiv, 2014. 26 с. Ministry of Economic Development and Trade of Ukraine.
5. Goncharuk V.V. Science of water: a monograph. Kyiv: Naukova Dumka, 2010. 512 с.
6. DSTU 4078-2001 (ISO 7890-3:1998, MOD). Water quality. Determination of nitrate. Ч. 3. Spectrometric method using sulfosalicylic acid, 1998. 12 с. Introduced. 01.01.2003.
7. Kaya M.C., Nikoo M.S., Schwartz M.L. Internet of measurement things architecture: Proof of concept with scope of accreditation. Oguztuzun, H. Sensors Switzerland. 2020. Vol. 20. No. 2. P. 1-3.