

в большинстве случаев сигнальные параметры относятся к стационарным с релейным переключением, что существенно упрощает процедуру искажений в измеренных значениях.

Полученные результаты позволяют сделать следующие выводы: уровень интенсивности зашумляющей помехи не оказывает существенного влияния на количество отбракованных значений измеряемого параметра, оценку дисперсии случайной помехи в измерениях и информацию Фишера, когда искажениям подвергаются не более 20 % разрядов слов измерений начиная с младших разрядов;

увеличение разрядности случайной помехи (когда случайная помеха искажает более 20 % разрядов слов измерений, начиная с младших разрядов), количество отбракованных значений измеряемого параметра и оценка дисперсии случайной помехи в измерениях возрастают, а информация Фишера снижается пропорционально уровню интенсивности зашумляющей помехи, что приводит к существенному ухудшению условий функционирования применяемых алгоритмов обработки измерительных данных на основе методов адаптивной фильтрации;

при уровнях интенсивности зашумляющей помехи, превышающих 50 %, применение методов фильтрации проблематично в связи с возможной потерей устойчивости их функционирования и резкого снижения качества оценок, в частности дисперсии случайной помехи, что связано с лавинообразным ростом ошибок при отбраковке аномальных результатов и пропуске в качестве достоверных тех, которые подвержены искажению.

Основной вывод, который следует из анализа полученных результатов исследований, сводится к тому, что снижение влияния зашумляющей помехи на результаты измерений наиболее эффективно при устранении ошибок в старших разрядах слов измерений.

Важность и обоснованность такого подхода заключается в том, что обнаружение и устранение «грубых» искажений возможно в широких диапазонах динамических характеристик контролируемых параметров, а зашумляющая помеха в младших разрядах слов измерений, с одной стороны, маскируется непосредственно погрешностями измерений, а с другой — не оказывает существенного влияния на свойства статистических оценок измеряемого параметра.

Л и т е р а т у р а

1. **Титов О. А.** Математические методы обработки наблюдений: Учебное пособие. СПб.: Санкт-Петербургский государственный университет, 2001.

2. **Боровков А. А.** Математическая статистика: оценка параметров, проверка гипотез. М.: Наука, 1984.

3. **Кузнецов В. И.** Статистическая идентификация. Адаптивная фильтрация // Промышленные АСУ и контроллеры. 2014. № 7. С. 20—27.

4. **Кузнецов В. И.** Статистическая идентификация. Компенсация динамической погрешности фильтрации // Промышленные АСУ и контроллеры. 2014. № 11. С. 28—31.

Дата принятия: 05.06.2015.

631.3.05

Сверхвысокочастотный влагомер зерновых культур

А. А. КОВАЛЁВА¹, Р. И. САИТОВ¹, А. С. ЗАПОРОЖЕЦ², Е. Г. ПАРФЁНОВА²

¹ Башкирский государственный педагогический университет им. М. Акмуллы, Уфа, Россия, e-mail: Purdus@ya.ru

² Уральский научно-исследовательский институт метрологии, Екатеринбург, Россия, e-mail: vlaga@uniim.ru

Разработаны способ и устройство для измерений влажности зерновых культур на основе амплитудного сверхвысокочастотного метода. Приведены результаты исследований метрологических характеристик экспериментального образца сверхвысокочастотного влагомера. Определены задачи дальнейших исследований по снижению составляющих погрешности сверхвысокочастотных влагомеров.

Ключевые слова: зерновые культуры, сверхвысокочастотная влагометрия, влагомер.

A process and an instrument for measuring cereal grains moisture on the basis of the amplitude microwave frequency method are developed. The test results of the experimental sample of the moisture microwave frequency meter are presented. The goals for further research on reducing error components of the moisture microwave frequency meters are determined.

Key words: cereal grains, microwave moisture metering.

Контроль и регулирование влажности зерновых культур на стадиях предпосевной обработки, уборки, хранения и последующей переработки обеспечивают качество сельскохозяйственной продукции, её соответствие требованиям ТР ТС 015/2011 «О безопасности зерна» [1]. Оперативное

получение информации о влажности зерна и зернопродуктов способствует рациональному использованию сельскохозяйственного сырья и продуктов его переработки, соблюдению требований к безопасности сельскохозяйственной продукции.

На практике подобный контроль реализуют с помощью сверхвысокочастотных (СВЧ) влагомеров. Требования к метрологическим характеристикам таких влагомеров приведены в [2]. Это диапазон измерений влажности 7,0—30,0 % и пределы допускаемой основной абсолютной погрешности $\pm 0,8$; $\pm 1,0$ % в диапазонах 7,0—20,0; 20,0—30,0 %, соответственно.

Преимуществами СВЧ-метода являются: бесконтактность измерений; повышенная чувствительность к влажности материала, обусловленная явлением резонансного поглощения электромагнитной волны молекулами воды в СВЧ-диапазоне; высокая проникающая способность СВЧ-энергии [3, 4]. Поэтому применение данного метода открывает широкие перспективы для создания экспрессных влагомеров как лабораторного, так и поточного исполнения.

При разработке СВЧ-влагомера, основанного на измерениях затухания амплитуды СВЧ-излучения, прошедшего через образец влажного материала, основные параметры, влияющие на точность и диапазон измерений влажности можно разделить на две группы: технические, связанные с реализацией СВЧ-метода, и характеризующие анализируемый материал. И если погрешности, вносимые техническими параметрами, можно минимизировать подбором отношения ослабления амплитуды от толщины слоя материала, то погрешности, зависящие от природы влажного материала, а именно неоднородности и вариации гранулометрического состава, не поддаются коррекции.

Цель данной работы — разработка способа и устройства измерения влажности на основе амплитудного СВЧ-метода, обеспечивающего высокую точность измерений в широком диапазоне влажности для любых зерновых культур. Для этого авторы провели исследования метрологических характеристик экспериментального образца СВЧ-влагомера [5]. В состав данного влагомера входит СВЧ-генератор; передающая и приёмная антенны и датчик в виде цилиндрической кюветы с исследуемым материалом между ними; механизм равномерного вращения кюветы с материалом; детектор СВЧ-сигнала; микропроцессорный блок управления; индикатор [6]. Влажность определяли, многократно измеряя амплитуду прошедшего через материал СВЧ-сигнала, при постоянном перемешивании материала под действием собственной массы во вращающейся цилиндрической кювете, с последующим вычислением среднего значения измеряемой величины. Надёжность перемешивания обеспечивали, заполняя кювету не полностью. Степень заполнения кюветы выбирали в зависимости от угла откоса, гранулометрического состава материала. Доверительный интервал случайной составляющей погрешности на уровне 0,95 получали из выражения

$$\Delta = t_{0,95} [(S(x_i))/n^{1/2}], \quad (1)$$

где $t_{0,95}$ — коэффициент Стьюдента; $S(x_i)$ — оценка среднеквадратического отклонения случайной величины; x_i — измеряемая случайная величина; n — число наблюдений. Снижение случайной составляющей погрешности, обусловленной неоднородностями материала, позволяет расширить диапазон измерений посредством уменьшения толщины слоя измеряемого образца.

Выражение (1) справедливо только для случайных величин, распределённых по нормальному закону, и равноотечных измерений. Независимость случайных величин опре-

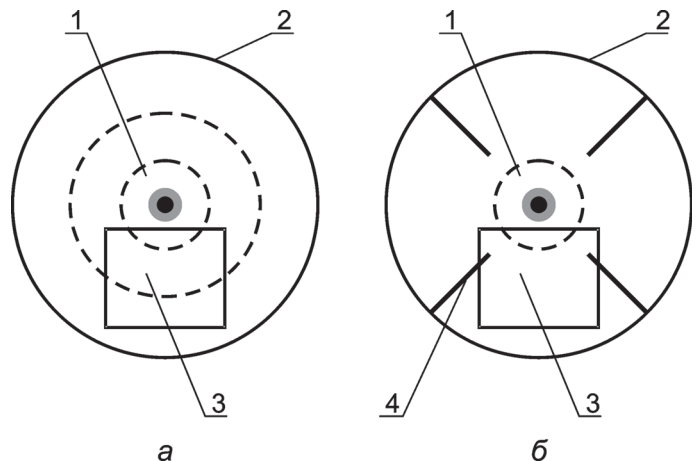


Рис. 1. Измерительная кювета стандартная (а), с диэлектрическими пластинами (б):

1 — неперемешиваемая область материала; 2 — измерительная кювета; 3 — раскрыв антенны; 4 — диэлектрические пластины

деляется независимым характером распределения неоднородностей контролируемого материала при тщательном его перемешивании перед каждым измерением [6].

Однако, как показали экспериментальные исследования, на надёжность перемешивания влияет угол откоса материала, который зависит от вида и влажности измеряемой зерновой культуры. Для однородных по влажности зерновых культур угол откоса колеблется в диапазоне 20—45°. Поэтому для разных зерновых культур, а также для одной и той же культуры разной влажности неперемешиваемая область материала в центре кюветы (рис. 1, а) различна по диаметру. Не полное перемешивание исключает независимость результатов отдельных измерений, т. е. снижения случайной составляющей погрешности при большом количестве измерений не происходит.

Таким образом, для повышения точности измерений необходимо увеличивать диаметр кюветы, что приведёт к увеличению габаритных размеров влагомера. Чтобы устранить этот недостаток авторы предложили техническое решение, основанное на использовании диэлектрических прямоугольных пластин (лопастей), закреплённых вдоль образующих цилиндрической кюветы и направленных к оси цилиндра (рис. 1, б). При вращении кюветы лопасти принудительно перемешивают материал любой влажности при любых углах откоса, имитируя многократное добавление материала в кювету при одном цикле измерений, тем самым обеспечивая независимость и, как следствие, точность измерений. Количество измерений n при $S(x_i) = 2\%$ и $\Delta = 0,2\%$ в соответствии с (1) в нормальных условиях (температура окружающего воздуха 20 °С; относительная влажность воздуха 45—75 %; атмосферное давление 86—106 кПа) составляет 400.

Разработанный экспериментальный образец СВЧ-влагомера прошёл предварительные испытания в Уральском научно-исследовательском институте метрологии. Результаты испытаний приведены ниже.

Одна из наиболее важных задач при разработке любого типа влагомера — его градуировка. Градуировку экспериментального образца влагомера проводили, используя большой статистический массив данных, который был составлен из параметров сортовых и рядовых культур различных почвенно-климатических зон произрастания (Свердловской, Челябинской, Оренбургской, Самарской, Омской, Тюменс-

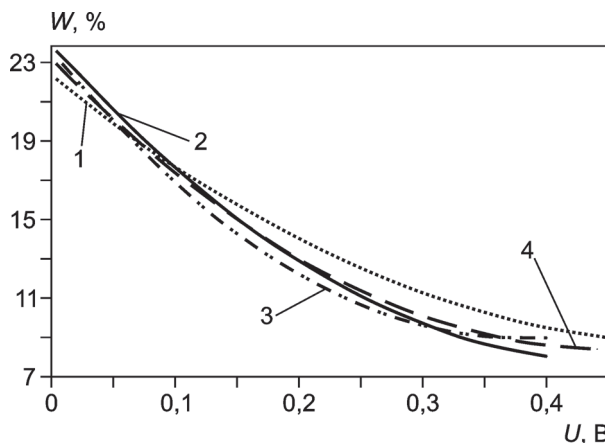


Рис. 2. Градуировочные зависимости СВЧ-влажмера в виде $W = f(U)$ для различных зерновых культур:
1 — пшеница; 2 — ячмень; 3 — рожь; 4 — овёс

кой, Курганской, Курской областей). Пробы для исследований отбирали проводили в соответствии с требованиями [7]. Влажность в диапазоне 8—35 % была получена с применением измерительной эталонной установки 1-го разряда ЭУВТ-1 с относительной погрешностью $\delta_0 = 2,4...0,6$ % в диапазоне 5,0—20,0 % и $\delta_0 = 0,7...0,3$ % в диапазоне 20,0—45,0 %.

Измерения проводили с фиксированным объёмом пробы (950 мл) для каждой зерновой культуры. Пробу перемешивали диэлектрическими пластинами в измерительной ювete объёмом 1200 мл. Наблюдения усреднённого выходного сигнала влажмера (напряжение $U_{i_{cp}}$) проводили 5 раз, каждый раз возвращая пробу из измерительной юветы в сосуд к остальной части образца (2000 мл). Перед очередным отбором пробы содержимое сосуда встряхивали. За результат измерений на влажмере принимали среднее арифметическое значение результатов 5 наблюдений:

$$U_{cp} = \sum_{i=1}^5 U_{i_{cp}} / 5.$$

При выборе математической модели градуировочных зависимостей исходили из соотношений между погрешностями входной и выходной величин. В рассматриваемом случае погрешность измерений выходной величины U значительно меньше погрешности измерений влажности W , поэтому градуировочные экспериментальные результаты получили градуировочные зависимости в виде $W = f(U)$ (рис. 2).

Градуировочные зависимости и соответствующие коэффициенты корреляции для каждой исследованной культуры представлены в таблице.

Градуировочные зависимости $W = f(U)$ для различных зерновых культур

Зерновая культура	Градуировочная зависимость W	Коэффициент корреляции
Пшеница	$48,45U^2 - 51,39U + 22,32$	0,9991
Ячмень	$78,84U^2 - 71,24U + 23,95$	0,9996
Рожь	$104,78U^2 - 78,30U + 23,67$	0,9957
Овёс	$72,24U^2 - 65,23U + 23,15$	0,9972

Из результатов лабораторных испытаний следует высокая степень корреляции полученных зависимостей, что свидетельствует о перспективности предложенного технического решения.

В [5] разработана обобщённая математическая модель измерений на СВЧ-влажмере, по которой определены составляющие методической и инструментальной погрешностей измерений, обусловленные всеми влияющими параметрами.

Выходное напряжение $U_{вых}$ преобразователя получали как

$$U_{вых} = P \exp [-\alpha(W, \rho, t, S, H, M)l + j\beta(W, \rho, t, S, H, M)l] K_d K_y, \quad (2)$$

где α — коэффициент ослабления СВЧ-волны; P — мощность СВЧ-сигнала; K_d, K_y — коэффициенты передачи детектора и усилителя, соответственно; W — влажность материала; ρ — плотность материала; t — температура; S — энергия связи влаги с материалом; H, M, l — степень неоднородности, масса и толщина контролируемого слоя зерна, соответственно.

Полный дифференциал модуля (2) определяет приращение выходного тока преобразователя при соответствующих приращениях параметров схемы и материала:

$$\begin{aligned} \Delta U = e^{-\alpha(W, \rho, t, S, H, M)l} P K_d K_y \times \\ \times \left\{ \left[\frac{\partial \alpha(W, \rho, t, S, H, M)}{\partial W} \Delta W + \frac{\partial \alpha(W, \rho, t, S, H, M)}{\partial \rho} \Delta \rho + \right. \right. \\ \left. \left. + \frac{\partial \alpha(W, \rho, t, S, H, M)}{\partial t} \Delta t + \frac{\partial \alpha(W, \rho, t, S, H, M)}{\partial S} \Delta S + \right. \right. \\ \left. \left. + \frac{\partial \alpha(W, \rho, t, S, H, M)}{\partial H} \Delta H + \frac{\partial \alpha(W, \rho, t, S, H, M)}{\partial M} \Delta M \right] l + \right. \\ \left. + \left[\frac{\Delta P}{P} + \frac{\Delta K_d}{K_d} + \frac{\Delta K_y}{K_y} \right] \right\}. \quad (3) \end{aligned}$$

Первый член суммы в (3) характеризует изменение выходного сигнала при изменениях влажности

$$\Delta U_W = \Delta U = e^{-\alpha(W, \rho, t, S, H, M)l} P K_d K_y \frac{\partial \alpha(W, \rho, t, S, H, M)}{\partial W} \Delta W. \quad (4)$$

Другие члены суммы определяют степень влияния остальных параметров и методическую погрешность.

Инструментальная погрешность:

$$\Delta U_{и} = e^{-\alpha(W, \rho, t, S, H, M)l} P K_d K_y \left[\frac{\Delta P}{P} + \frac{\Delta K_d}{K_d} + \frac{\Delta K_y}{K_y} \right]. \quad (5)$$

Как следует из (4), (5), предложенное решение позволяет снизить случайные составляющие как методической, так и инструментальной погрешностей посредством многократных измерений с последующим усреднением их результатов.

Результаты исследований использованы при подготовке СВЧ-влажмера к испытаниям в целях утверждения типа средств измерений.

Л и т е р а т у р а

1. Запорожец А. С., Парфенова Е. Г., Гущина М. О. Метрологическое обеспечение влагометрии продукции (в рамках требований технических регламентов таможенного союза) // Методы оценки соответствия. 2013. № 9. С. 19—22.

2. ГОСТ 29027—91. Влагомеры твердых и сыпучих веществ. Общие технические требования и методы испытаний.

3. Берлинер М. А. Контроль влажности твердых и сыпучих материалов. М.: Энергия, 1973.

4. Кричевский Е. С., Волченко А. Г., Галушкин С. С. Контроль влажности твердых и сыпучих веществ. М.: Энергоатомиздат, 1978.

5. Саитов Р. И. СВЧ-влажнометрия сельскохозяйственных продуктов. Уфа: Гилем, 2009.

6. А. с. СССР № 1419302. Способ измерения влажности / П. Р. Исмагуллаев, Р. И. Саитов, Г. И. Икрамов, Б. М. Ахмедов // Открытия. Изобретения. 1988.

7. ГОСТ 13586.3. Зерно. Правила приемки и методы отбора проб.

Дата принятия: 20.10.2015.

НАНОМЕТРОЛОГИЯ

543.427.34:536.2

Тепловые эффекты при низковольтном электронно-зондовом рентгеноспектральном микроанализе с нанометровой локальностью

А. Ю. КУЗИН¹, М. А. СТЕПОВИЧ³, В. Б. МИТЮХЛЯЕВ², П. А. ТОДУА²,
М. Н. ФИЛИППОВ^{2, 4}

¹ Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы, Москва, Россия, e-mail: kuzin@vniims.ru

² Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума, Москва, Россия, e-mail: fgurnicpv@mail.ru

³ Калужский государственный университет им. К. Э. Циолковского, Калуга, Россия

⁴ Институт общей и неорганической химии им. Н. С. Курнакова РАН, Москва, Россия, e-mail: fil@igic.ras.ru

Даны оценки теплового воздействия электронного зонда при низковольтном рентгеноспектральном микроанализе с нанометровой локальностью. Показано, что для большинства неорганических материалов тепловые эффекты не важны, несмотря на значительный рост объемной плотности мощности, обусловленной электронным облучением. Для органических материалов эти эффекты могут существенно влиять на результаты и вызывать разрушение образца.

Ключевые слова: низковольтный электронно-зондовый рентгеноспектральный микроанализ, тепловое воздействие, электронный зонд, теплопроводность.

Evaluation is made of thermal influence of the electron probe in the low-voltage x-ray nanoanalysis. It is shown that despite significant increase in volumetric power density, due to electron irradiation, for most inorganic materials thermal effects are of no significance. For organic materials, these effects can significantly affect the results, causing destruction of a sample.

Key words: low-voltage electron probe x-ray microanalysis, heat effect, electron probe, thermal conductivity.

Электронно-зондовый рентгеноспектральный микроанализ (ЭЗРСМА) в настоящее время является одним из наиболее разработанных методов локальных измерений содержания элементов. Под локальностью измерений содержания элементов понимается характерный размер области образца, из которой с принятой доверительной вероятностью, например 95 %, выходит заданная часть, например 99 %, характеристического рентгеновского излучения определяемого элемента [1].

С развитием нанотехнологий возросла актуальность проблемы определения элементного состава отдельных объектов размером 1—100 нм. В традиционной версии ЭЗРСМА

обычно используют энергию электронов зонда более 10 кэВ, что связано, прежде всего, с потенциалами возбуждения аналитических линий (K-серий лёгких и переходных элементов, L-серий более тяжёлых элементов) [2]. Это позволяет снизить пределы обнаружения, однако локальность измерений элементного состава обусловлена размером области торможения электронов до энергий, соответствующих потенциалу возбуждения линий характеристического рентгеновского излучения каждого элемента. В этом случае локальность измерений составляет от десятых долей до единиц микрометров. Такая локальность существенно ограничивает возможности метода при исследовании нанообъектов. Ав-