

Определение интегрального содержания компонентов веществ при контроле, учёте и мониторинге производства и образования отходов веществ в промышленных объёмах

С. В. МЕДВЕДЕВСКИХ, В. А. ФИРСАНОВ

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

Рассмотрена задача нахождения интегрального содержания компонентов веществ и материалов при заданных объёме и массе вещества (материала) в определённые моменты или промежутки времени на основе средневзвешенных оценок. Решение задачи актуально для контроля, учёта и мониторинга производства веществ в промышленных объёмах, образования отходов, включая выбросы и сбросы. Приведены формулы для вычисления суммарной стандартной неопределённости средневзвешенных оценок с учётом неопределённости значений весовых коэффициентов оценок, обусловленной неопределённостью измерений массы анализируемого вещества.

Ключевые слова: интегральное содержание компонентов веществ и материалов, средневзвешенная оценка.

The problem of estimating the integral content of components of chemical composition of substances and materials in the tasks of control, recording and monitoring of their production, generation of waste, emissions and discharges in industrial-scale volumes at the given volume and mass of a substance (material) at certain time moments or intervals, based on weighted mean estimates is considered. The formulae for calculating the total standard uncertainty of weighted mean estimates are given, taking into consideration the uncertainty of the values of the weighting coefficients estimates, due to the uncertainty of the mass measurements of the analyzed substance.

Key words: integral content of components of substances and materials, weighted mean estimates.

Решение задач контроля, учёта и мониторинга содержания компонентов веществ и материалов при реализации технологических процессов производства веществ, образования отходов, выбросов и сбросов в промышленных объёмах является чрезвычайно важным и актуальным. Это решение основано на интегральной оценке показателей химического состава в заданных объёме и массе вещества (материала) в определённые моменты или промежутки времени. Такие интегральные оценки, как правило, представляют в виде среднего значения результатов измерений доступных для анализа частей веществ и материалов из заданных объёмов и массы, полученных в определённый период времени [1, 2]. Показатели точности интегральных оценок получают различными статистическими методами обработки информации о точностных характеристиках используемых технических средств, а также методик измерений, пробоотбора и пробоподготовки [1–3]. Выбор оценки обусловлен особенностями применяемых схем пробоотбора (простые выборки, расслоенные стратифицированные выборки и т. д.) [1, 2, 4].

Несколько другой аспект приобретает задача выбора вида оценки интегральных показателей химического состава при использовании для измерений автоматизированных измерительных систем химического состава (АИС ХС), которые в зависимости от особенностей объекта и

условий измерений могут включать автоматизированные устройства: средства измерений (СИ) содержания компонентов веществ и материалов; пробоотборные устройства; СИ массового расхода газов или жидкостей; конвейерные или бункерные весы. В этом случае получение надёжных интегральных оценок и их показателей точности будет связано с учётом в том или ином виде дополнительной измерительной информации о массах анализируемых веществ и материалов в определённые моменты или промежутки времени. Цель настоящей работы – построение оценок интегрального содержания компонентов веществ и материалов и оценивание стандартной неопределённости этих оценок в виде средневзвешенных значений результатов измерений АИС ХС.

В дальнейшем без потери общности содержание x компонентов веществ и материалов будем выражать в единицах массовой доли анализируемого компонента вещества объёмом $V(t)$ и массой $m(t)$ в момент времени $t \in [t_0, T]$ и вычислять по формуле

$$x(m(t), V(t), t) = m_x(t)/m(t), \quad (1)$$

где $m_x(t)$ – масса анализируемого компонента вещества $m(t) < \infty$; $[t_0, T]$ – заданный промежуток времени, определяемый задачами применения АИС ХС.

Величина $x(m(t), V(t), t)$ ограничена и в общем случае может принимать любые неотрицательные вещественные значения на промежутке $[0, 1] \forall t \in [t_0, T]$.

Физическая модель контролируемых объектов (веществ) в промышленных объемах с применением АИС ХС. Для промышленных объемов веществ в технологических процессах с использованием АИС ХС характерны условия $V(t) \gg V_0$, $m(t) \gg m_0$ (V_0 – базовый измеряемый объем вещества массой m_0). Физико-химические характеристики объекта, условия применения АИС ХС, стабильность вещества в объеме $V(t) \gg V_0$ и во время использования АИС ХС будут полностью определяться стабильностью технологического процесса и условий окружающей среды. Поэтому с целью обобщения моделей и алгоритмов будем рассматривать величину $x(m(t), V(t), t)$ как случайный процесс с непрерывным временем. Из ограниченности величины $x(m(t), V(t), t)$ следует, что выполняется условие $E[x^2(m(t), V(t), t)] < \infty$ и существуют конечные математическое ожидание $E[x(m(t), V(t), t)]$, дисперсия $D[x(m(t), V(t), t)]$ и ковариационная функция

$$R_x(t, \tau) \equiv E\{[x(m(t), V(t), t) - E[x(m(t), V(t), t)]] \times [x(m(\tau), V(\tau), \tau) - E[x(m(\tau), V(\tau), \tau)]]\}, \forall t, \tau \in [t_0, T]$$

где $E(\cdot)$ – математическое ожидание случайной величины [5].

Рассмотрим преобразование модели (1), связанное с разбиением объема вещества $V(t)$ в момент времени $t \in [t_0, T]$ на базовые объемы, полностью перекрывающиеся (возможно пересекающиеся), измеряемые объемы $V_0(\mathbf{r}_i, t) \leq V(t)$ вещества массой $m_0(\mathbf{r}_i, t) \leq m(t)$. Масса и содержание (в единицах массовой доли) анализируемого компонента вещества выражаются как $m_{x0}(\mathbf{r}_i, t) \leq m_0(\mathbf{r}_i, t)$; $x(m_0(\mathbf{r}_i, t), V_0(\mathbf{r}_i, t), t) = m_{x0}(\mathbf{r}_i, t) / m_0(\mathbf{r}_i, t)$, $i = \overline{1, N}$, $N = 1, 2, \dots$. Тогда (1) можно представить в виде

$$x(m(t), V(t), t) = \sum_{i=1}^N m_{x0}(\mathbf{r}_i, t) / \sum_{i=1}^N m_0(\mathbf{r}_i, t) = \sum_{i=1}^N \alpha(m_0(\mathbf{r}_i, t)) x(m_0(\mathbf{r}_i, t), V_0(\mathbf{r}_i, t), t), \quad (2)$$

где $\alpha(m_0(\mathbf{r}_i, t)) = m_0(\mathbf{r}_i, t) / \sum_{i=1}^N m_0(\mathbf{r}_i, t)$ – в общем случае случайные функции, значения траекторий которых удовлетворяют

условию $\sum_{i=1}^N \alpha(m_0(\mathbf{r}_i, t)) = 1$; $i = \overline{1, N}$, $N = 1, 2, \dots$; $\forall t \in [t_0, T]$; $\mathbf{r}_i$ – ра-

диус-вектор геометрического центра базового i -го объема в объеме V в системе координат, начало которой без ограничения общности поместим в точку, задаваемую нулевым радиус-вектором $\mathbf{r}_1 = (0, 0, 0)$.

В рамках предложенной модели с физической точки зрения содержание вещества $x(m_0(\mathbf{r}_i, t), V_0(\mathbf{r}_i, t), t)$ в момент времени $t \in [t_0, T]$ можно рассматривать как некоторую совокупность случайных величин, описывающих распределение массовой доли анализируемого компонента по

базовым объемам $V_0(\mathbf{r}_i, t)$. При этом предполагается, что в силу непрерывности векторов $\mathbf{r}_i$ число разбиений объема вещества $V(t)$ в момент времени $t \in [t_0, T]$ на базовые объемы $V_0(\mathbf{r}_i, t) \leq V(t)$ может быть произвольным. Для каждой величины $x(m_0(\mathbf{r}_i, t), V_0(\mathbf{r}_i, t), t)$ выполняется условие

$E[x^2(m_0(\mathbf{r}_i, t), V_0(\mathbf{r}_i, t), t)] < \infty$ и существуют и конечны рассматриваемые по пространственным и временным координатам математическое ожидание $E[x(m_0(\mathbf{r}_i, t), V_0(\mathbf{r}_i, t), t)]$, дисперсия $D[x(m_0(\mathbf{r}_i, t), V_0(\mathbf{r}_i, t), t)]$ и ковариационная функция

$$R_{xij}(t, \tau) \equiv E\{[x(m_0(\mathbf{r}_i, t), V_0(\mathbf{r}_i, t), t) - E[x(m_0(\mathbf{r}_i, t), V_0(\mathbf{r}_i, t), t)]] \times [x(m_0(\mathbf{r}_j, \tau), V_0(\mathbf{r}_j, \tau), \tau) - E[x(m_0(\mathbf{r}_j, \tau), V_0(\mathbf{r}_j, \tau), \tau)]]\},$$

$\forall t, \tau \in [t_0, T]$, $i, j = \overline{1, N}$. Величины $\alpha(m_0(\mathbf{r}_i, t))$ в общем случае также случайные.

С точки зрения теории систем анализируемое вещество (объект измерения АИС ХС) можно рассматривать как динамическую систему, которая описывается $2N$ -мерным пространством состояний, полностью определяемым в конечно-мерном пространстве состояний вектором состояния

$$\mathbf{X}^T(t) = [\alpha(m_0(\mathbf{r}_1, t)), \dots, \alpha(m_0(\mathbf{r}_N, t)), \rightarrow x(m_0(\mathbf{r}_1, t), V_0(\mathbf{r}_1, t), t), \dots, x(m_0(\mathbf{r}_N, t), V_0(\mathbf{r}_N, t), t)]^T.$$

Если хотя бы одно из условий применения модели (2) не выполняется (когда технически невозможно мгновенно и одновременно измерить массовую долю всех компонентов, входящих в (2)), то эту модель можно рассматривать лишь как описание некоторой реализации случайной величины $x(m(t), V(t), t)$.

Мгновенность измерений величины $x(m_0(\mathbf{r}_i, t), V_0(\mathbf{r}_i, t), t)$, $i = \overline{1, N}$ в данном случае означает, что время τ измерений больше времени τ_c релаксации системы (времени установления квазиравновесного состояния) в веществе, но может быть сравнимо с периодом времени T_0 возможных макроскопических изменений содержания анализируемого компонента и плотности вещества: $\tau_c < \tau < T_0$. Тем не менее, формула (2) пригодна при любых применениях АИС ХС в рамках некоторых приближений, связанных с дискретным характером измерений в зависимости от условий и методик измерений. Покажем это на примере трёх наиболее распространённых задач в практике измерений массовой доли компонентов веществ и материалов.

В *первой задаче* СИ (датчики) величин $x(m_0(\mathbf{r}_i, t), V_0(\mathbf{r}_i, t), t)$ и $m(t)$ устанавливаются стационарно по отношению к движущемуся в одном направлении потоку вещества (например, на ленточном конвейере, в трубах для сброса сточных вод или выброса газов). Если измерения $x(m_0(\mathbf{r}_i, t), V_0(\mathbf{r}_i, t), t)$ и $m(t)$ производятся АИС ХС дискретно в моменты времени t_j и получены за заданные одинаковые промежутки времени $\Delta t_j = t_j - t_{j-1} = \tau$, то их число за промежуток времени $[t_0, T]$ равно $n_T = [(T - t_0) / \tau]$, где [...] – знак целой части

числа, $j = \overline{1, n_T} \geq N$. Тогда выражение (2) можно представить в дискретном виде:

$$x(m(T), V(T)) = \frac{m_x(T)}{m(T)} = \sum_{j=1}^{n_T} \alpha(m(\tau, t_j), T) x(m(\tau, t_j), V(\tau, t_j), \tau, t_j);$$

$$\alpha(m(\tau, t_j)) = m(\tau, t_j) / \sum_{j=1}^{n_T} m(\tau, t_j), \quad (3)$$

с условием нормировки $\sum_{j=1}^{n_T} \alpha(m(\tau, t_j)) = 1$; $j = \overline{1, n_T}$. При этом

измеряются (например, с помощью конвейерных весов, СИ массового расхода жидкости или газа) величины $m(\tau, t_j)$.

Во второй задаче измерения выполняют во всех базовых объёмах вещества за промежуток времени $[t_0, T]$ (например, с применением быстродействующих переносных автоматических приборов время одного измерения $\tau_0 \in [t_0, T]$). В этом случае объём вещества состоит из неподвижных относительно СИ базовых объёмов $V_0(\mathbf{r}_i, t) = V_0(\mathbf{r}_i) = V_0$ массами $m_0(\mathbf{r}_i, t) = m_0(\mathbf{r}_i) = m_0$. Объём и масса вещества определяются выражениями

$$V(t) = V = \sum_{i=1}^N V_0(\mathbf{r}_i); m(t) = m = \sum_{i=1}^N m_0(\mathbf{r}_i);$$

$$\alpha(m(\mathbf{r}_i, t)) = \alpha m_0(\mathbf{r}_i) = m_0(\mathbf{r}_i) / \sum_{i=1}^N m_0(\mathbf{r}_i) = 1/N,$$

$$V(\mathbf{r}_i) \cap V(\mathbf{r}_j) = \emptyset, \forall i \neq j; i, j = \overline{1, N}.$$

Содержание этого вещества описывается равенством

$$x(m_0(\mathbf{r}_i, t), V_0(\mathbf{r}_i, t), t) = x(m_0(\mathbf{r}_i), V_0(\mathbf{r}_i), t_j, \tau_0, T),$$

$$t_j \in [t_0, T], j = 1, 2, \dots, N.$$

Соответственно с учётом (2) получим массовую долю анализируемого компонента вещества заданных объёма и массы:

$$x(m(T), V(T)) = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N x(m_0(\mathbf{r}_i), V_0(\mathbf{r}_i), t_j, \tau_0). \quad (4)$$

В третьей задаче измерения выполняют в рамках операций пробоотбора и пробоподготовки вещества, предусмотренных в технологических процессах его переработки, производства, хранения и транспортировки в промышленных объёмах за промежуток времени $[t_0, T]$. При этом перед измерением содержания $x(m_0(\mathbf{r}_i, t), V_0(\mathbf{r}_i, t), t)$, $i = \overline{1, N}$, всё вещество или его части подвергаются различным воздействиям (отбору, перемешиванию, квартованию, объединению, измельчению, кондиционированию и т. п.), определяемым соответствующими характеристиками применяемых технических средств и методиками пробоотбора, пробоподготовки, измерений [1–3]. В веществе происходят необратимые процессы, связанные с изменением параметров матрицы вещества, перераспределением анализируемого компонента

в объёме вещества. В зависимости от условий окружающей среды (температуры, давления, относительной влажности воздуха) устанавливается новое состояние с новыми величинами:

$$x'(\mathbf{X}(t), m_0(\mathbf{r}_i, t'), V_0(\mathbf{r}_i, t'), t'); t' = t + \tau_B; t' \in [t_0, T],$$

где τ_B – время воздействия на вещество (продолжительность пробоотбора и пробоподготовки), $i = \overline{1, n'} \leq N$, n' – число базовых объёмов вещества $V_0(\mathbf{r}_i, t) < V(t)$, подвергшихся преобразованию при пробоотборе и пробоподготовке и в общем случае не полностью перекрывающих заданный объём вещества $V(t)$.

Величины $x'(\mathbf{X}(t), m_0(\mathbf{r}_i, t'), V_0(\mathbf{r}_i, t'), t')$ можно представить с помощью построенных с учётом (2) функций $\hat{B}_T(\gamma, \beta, \xi, t, t')$ (в общем случае нелинейных) преобразования величин $x(m_0(\mathbf{r}_i, t), V_0(\mathbf{r}_i, t), t)$ на промежутке времени $t \in [t_0, t_0 + \tau_B]$. Эти функции зависят от векторов, характеризующих параметры пробоотбора $\gamma \equiv \gamma(V_0(\mathbf{r}_i, t), V_\gamma(t), V_\beta(t), V(t), t)$ и пробоподготовки $\beta \equiv \beta(V_0(\mathbf{r}_i, t), V_\gamma(t), V_\beta(t), V(t), t)$, а также параметров окружающей среды $\xi \equiv \xi(T_{\text{возд}}(t), P_{\text{возд}}(t), w_{\text{возд}}(t), t)$. Здесь $V_0(\mathbf{r}_i, t) \leq V_\beta(t) \leq V_\gamma(t) \leq V(t)$; $V_\gamma(t)$, $V_\beta(t)$ – объёмы частей вещества, подвергаемых пробоотбору и пробоподготовке, соответственно; $T_{\text{возд}}(t)$, $P_{\text{возд}}(t)$, $w_{\text{возд}}(t)$ – температура, давление и влажность окружающей вещество воздушной среды, соответственно.

Масса части вещества, подвергаемой пробоотбору и пробоподготовке, может быть меньше массы исходного вещества и определяется как

$$m_{\beta\gamma}(t, \tau) = \sum_{i=1}^{n'} \alpha_{\beta\gamma}(\mathbf{r}_i, t, \tau_B) m_0(\mathbf{r}_i, t),$$

где $\alpha_{\beta\gamma}(\mathbf{r}_i, t, \tau_B) = m_0(\mathbf{r}_i, t + \tau_B) / m_0(\mathbf{r}_i, t) \leq 1$; $\sum_{i=1}^{n'} \alpha_{\beta\gamma}(\mathbf{r}_i, t, \tau_B) = 1$, $i = \overline{1, n'} \leq N$.

Если оператор $\hat{B}_T(\gamma, \beta, \xi, t, t')$ линейный, то величину $x'(\mathbf{X}(t), m_0(\mathbf{r}_i, t'), V_0(\mathbf{r}_i, t'), t')$, $i = \overline{1, n'} \leq N$ можно представить в виде

$$x'(\mathbf{X}(t), m_0(\mathbf{r}_i, t'), V_0(\mathbf{r}_i, t'), t') =$$

$$= \sum_{i=1}^{n'} \alpha_{\beta\gamma}(\mathbf{r}_i, t, \tau_B, T) x(m_0(\mathbf{r}_i, t), V_0(\mathbf{r}_i, t), \tau_B). \quad (5)$$

Тогда с учётом (2) при $n' = N$ и по аналогии с выводом (3) справедливо равенство

$$x(m(T), V(T)) =$$

$$= \sum_{i=1}^{n'} \alpha(m_0(\mathbf{r}_i, t'), T) x'(\mathbf{X}(t), m_0(\mathbf{r}_i, t'), V_0(\mathbf{r}_i, t'), t'). \quad (6)$$

В целом большинство задач контроля, учёта и мониторинга содержания компонентов веществ и материалов при их промышленном производстве и образовании отходов, включая выбросы и сбросы, с применением АИС ХС сводят-

ся к описанным выше трём задачам или их различным комбинациям.

Таким образом, при использовании АИС ХС интегральная оценка содержания x в виде средневзвешенного типа (2) непосредственно следует из определения интегрального по заданному объёму и массе содержанию анализируемого компонента вещества. Веса средневзвешенной оценки определяются по результатам измерения массы анализируемого вещества в заданный промежуток времени $[t_0, T]$. В отличие от традиционных средневзвешенных оценок в данном случае веса представляют случайные величины, найденные с некоторой неопределённостью, обусловленной неопределённостью измерений массы вещества.

Уравнения и неопределённости измерений интегральных содержаний компонентов веществ и материалов с применением АИС ХС. Уравнение измерения величины $x(m(t), V(t), t)$ с учётом (2) можно представить в виде

$$\hat{x}(m(t), V(t), t) = \hat{\alpha}_0^T(t) \hat{x}_0(t), \quad (7)$$

где $\hat{\alpha}_0^T(t) = (\hat{\alpha}(m_0(r_1, t)), \dots, \hat{\alpha}(m_0(r_N, t)))$ – вектор-строка весовых коэффициентов, состоящая из отношений результатов измерений массы базовых объёмов вещества к массе всего вещества; $\hat{x}_0^T(t) = (\hat{x}(m_0(r_1, t), V_0(r_1, t), t), \dots, \hat{x}(m_0(r_N, t), V_0(r_N, t), t))$ – вектор-строка результатов измерений массовой доли анализируемого компонента базовых объёмов вещества, $t \in [t_0, T]$.

Компоненты векторов $\hat{\alpha}_0(t)$, $\hat{x}_0(t)$ образуют совокупность результатов измерений входных измеряемых величин, непосредственно используемых для вычисления значения величины $x(m(t), V(t), t)$ по (7). Если АИС ХС не предусматривает при определении значения этой величины измерений массы базовых объёмов вещества, то предполагается $m_0(r_i, t) = m_0(r_0, t) \quad \forall i = \overline{1, N}, \quad \forall t \in [t_0, T]$. Тогда формулу (7) можно записать как интегральную оценку в виде среднего значения:

$$\hat{\bar{x}}(m(t), V(t), t) = \mathbf{I}^T \hat{x}_0(t) / N, \quad (8)$$

где $\mathbf{I}^T = (1, 1, \dots, 1)_{1 \times N}$ – единичная вектор-строка размерности N .

Найдем оценки результата измерения величины $x(m(t), V(t), t)$ в виде $\hat{x}(m(t), V(t), t) \approx \bar{x}_w$ и суммарной стандартной неопределённости этой оценки в соответствии с рекомендациями [6]. Для упрощения введём обозначения $\hat{m}_0(r_i, t) \equiv m_i$, $\hat{x}_0(r_i, t) \equiv x_i$ и используем приближение [6]:

$$E(\bar{x}_w) = E\left(\sum_{i=1}^N m_i x_i / \sum_{i=1}^N m_i\right) \approx \sum_{i=1}^N E(m_i) E(x_i) / \sum_{i=1}^N E(m_i). \quad (9)$$

Тогда выражение (7) можно переписать в виде

$$\bar{x}_w = \sum_{i=1}^N m_i x_i / \sum_{i=1}^N m_i. \quad (10)$$

Согласно [6] квадрат суммарной стандартной неопределённости величины $\bar{x}_w$ из (10) выражается как

$$u^2(\bar{x}_w) = \left[\sum_{i=1}^N E(m_i) \right]^{-2} \sum_{i,j=1}^N [E(m_i) E(m_j) u(x_i, x_j) + (E(x_i) - E(\bar{x}_w))(E(x_j) - E(\bar{x}_w)) u(m_i, m_j) + (E(x_i) - E(\bar{x}_w)) E(m_j) u(x_i, m_j)], \quad (11)$$

где $u(\bar{x}_w)$ – суммарная стандартная неопределённость величины; $u(\dots)$ – знак ковариаций случайных величин.

Рассмотрим конкретизацию формулы (11) без учёта влияющих факторов и с использованием простых моделей измерений входных величин x_i , m_i , $i = \overline{1, N}$ в виде

$$x_i = E(x_i) + \delta x_i; \quad (12)$$

$$m_i = E(m_i) + \delta m_i, \quad (13)$$

где δx_i , δm_i – погрешности результатов измерений содержания компонента и массы вещества, соответственно. В модели (12) предполагается, что базовый объём зоны измерения x_i равен базовому объёму, занимаемому анализируемым веществом массой m_i , $i = \overline{1, N}$ или его превышает.

Согласно методологии [6] положим, что все результаты измерений x_i и m_i исправлены, т. е. выполняются условия $E(\delta x_i) = 0$, $E(\delta m_i) = 0$, существуют и известны из сертификатов калибровки СИ величин x_i , m_i оценки стандартных неопределённостей и их математические ожидания

$$u(\delta x_i) \equiv \sigma(x_i) \leq \sigma_{x_i}; \quad u(\delta m_i) \equiv \sigma(m_i) \leq \sigma_{m_i}$$

$$E(x(m_0(r_i, t), V_0(r_i, t), t)) = E(x_i); \quad E(m_0(r_i, t)) = E(m_i), \quad i = \overline{1, N}.$$

В большинстве практических случаев можно считать, что все измерения x_i , m_i , $i = \overline{1, N}$ выполняются независимо друг от друга. Кроме того, предположим, что соблюдаются следующие условия:

$$m(t) = \sum_{i=1}^N m_0(r_i, t); \quad V(t) = \sum_{i=1}^N V_0(r_i, t); \quad V(r_i, t) \cap V(r_j, t) = \emptyset,$$

$$\forall i \neq j; \quad i, j = \overline{1, N}.$$

Дополнительно будем считать, что отсутствует массообмен базовых объёмов вещества друг с другом и с окружающей средой и не происходят химические реакции. Тогда можно предполагать статистическую независимость измеряемых величин $x(m(t), V(t), t)$, $i = \overline{1, N}$. Соблюдение дополнительных предположений необходимо проверять перед каждым вычислением значения $u^2(\bar{x}_w)$. В таком случае с учётом моделей (12), (13) можно показать, что $\forall i, j = \overline{1, N}$, при $i \neq j$ все ковариационные члены (11) равны нулю. Окон-

чательно в рамках моделей (10), (12), (13) из (11) следует равенство

$$u^2(\bar{x}_w) = \left[\sum_{j=1}^N E(m_j) \right]^2 \times \sum_{i=1}^N [E(m_i)^2 u^2(x_i) + (E(x_i) - E(\bar{x}_w))^2 u^2(m_i)]. \quad (14)$$

Таким образом, согласно моделям (10), (12), (13) результаты измерений величин x_i , m_i представляют единичные наблюдения, т. е. $u(x_i) = \sigma(x_i)$; $u(m_i) = \sigma(m_i)$, $i = \overline{1, N}$.

Рассмотрим использование выражений (10), (14) для оценки содержания $x(m(t), V(t))$, определённого выражением (3), в виде оценки $\hat{x}(m(T), V(T)) \equiv \bar{x}_{wT}$ и её суммарной стандартной неопределённости $u^2(\bar{x}_{wT})$. При этом подставив вместо N значение n_T и вместо величин x_i , m_i – результаты их измерений $\hat{x}(m(\tau, t_j), V(\tau, t_j)) \equiv x_{Tj}$, $\hat{m}(\tau, t_j) \equiv m_{Tj}$, $j = \overline{1, n_T}$, соответственно. Оценки для величин из (4), (6) можно получить аналогично. Если для $\forall i = \overline{1, n_T}$ выполняются условия $u(x_i) = \sigma(x_{iT}) = \sigma_{xT}$; $u(m_i) = \sigma(m_{iT}) = \sigma_{mT}$, то выражение (14) после алгебраических преобразований будет иметь вид

$$\begin{aligned} u^2(\bar{x}_{wT}) &= n_T^{-1} \sigma_{xT}^2 + \\ &+ \sigma_{xT}^2 \left[\sum_{j=1}^{n_T} E(m_{Tj}) \right]^{-2} \sum_{i=1}^{n_T} [E(m_{Ti}) - E(\bar{m}_T)]^2 + \\ &+ \sigma_{mT}^2 \left[\sum_{j=1}^{n_T} E(m_{Tj}) \right]^{-2} \sum_{i=1}^{n_T} [E(x_{Ti}) - E(\bar{x}_{wT})]^2; \\ \bar{x}_{wT} &= \sum_{i=1}^{n_T} m_{Ti} x_{Ti} / \sum_{j=1}^{n_T} m_{Tj}; \quad \bar{m}_T = \frac{1}{n_T} \sum_{j=1}^{n_T} m_{Tj}. \end{aligned} \quad (15)$$

значения величин σ_{xT} , σ_{mT} известны из сертификатов калибровки соответствующих СИ.

Выражения (14), (15) применимы только, если доступна измерительная информация о содержании компонентов и массе всех базовых объёмов анализируемого вещества. В реальной измерительной практике из-за ограниченных возможностей используемых в АИС ХС технических средств это условие часто не выполняется. При этом могут возникать требующие учёта дополнительные источники неопределённости оценки значения интегральной величины $x(m(t), V(t))$ по уравнению (7) (например, обусловленные влиянием неоднородности химического состава вещества).

В качестве примера рассмотрим влияние эффекта ограниченности зоны измерения (анализируемое вещество объёмом V_{0x} и массой m_{0x}) СИ содержания компонентов вещества по сравнению с базовыми объёмом $V_0 > V_{0x}$ и массой $m_0 > m_{0x}$ вещества. Согласно [6] результаты измерения содержания компонентов вещества массой m_{0x} можно использовать для оценки величины x_i путём их прямой подстановки в (10) со стандартной суммарной неопределённостью (11) с учётом неопределённости δ_{Hi} , $i = \overline{1, N}$ оценки величины x_i , связанной с влиянием неоднородности вещества по содержанию компонентов. Для конкретизации формулы (11)

аналогично получению выражения (14) и в рамках тех же предположений будем использовать модель (13) и модель (12), приведённую к виду

$$x_i = E(x_i) + \delta_{Hi} + \delta x_i. \quad (16)$$

Здесь δ_{Hi} рассматриваются как статистически независимые друг от друга случайные величины с математическим ожиданием $E(\delta_{Hi}) = 0$ и дисперсиями $\sigma_{Hi}^2 < \infty$, а также статистически независимые $\forall i = \overline{1, N}$ от случайных величин δx_i , δm_i . Тогда, принимая во внимание модели (13), (16), можно показать, что $\forall i, j = \overline{1, N}$ при $i \neq j$ ковариационные члены выражения (11) равны нулю за исключением $u(x_i, x_j) = \sigma_{Hi} \sigma_{Hj}$. При $i = j \quad \forall i = \overline{1, N} \quad u(x_i, x_i) = \sigma_{Hi}^2 + \sigma^2(x_i)$. В этом случае с учётом (10), (13), (16) из (11) следует равенство

$$\begin{aligned} u^2(\bar{x}_w, H) &= \left[\sum_{j=1}^N E(m_j) \right]^{-2} \times \\ &\times \left\{ \sum_{i=1}^N [E(m_i)^2 \sigma^2(x_i) + (E(x_i) - E(\bar{x}_w))^2 u^2(m_i)] + \right. \\ &\left. + \left[\sum_{j=1}^N E(m_j) \sigma_{Hj} \right]^2 \right\}, \end{aligned} \quad (17)$$

где $u(\bar{x}_w, H)$ – суммарная стандартная неопределённость величины $\bar{x}_w$ с учётом влияния неоднородности вещества δ_{Hi} ; оценивание дисперсий σ_{Hi}^2 производят, как правило, с использованием априорной информации об объекте и методе измерений, это оценивание является самостоятельной задачей, выходящей за рамки настоящей работы.

Формула (17) показывает, что влияние неоднородности вносит отдельный вклад в неопределённость измерения интегральной величины $x(m(t), V(t))$, оцениваемой в виде средневзвешенного значения. Кроме того, из вывода (17) следует необходимость оценивания ковариационных членов (11) в каждом конкретном случае применения АИС ХС при её вводе в эксплуатацию, разработке и аттестации методик измерений, контроле правильности измерений этой интегральной величины.

Для указанной интегральной величины, определённой выражением (3) в виде $\hat{x}(m(T), V(T)) \equiv \bar{x}_{wT}$ в рамках модели (13), (16), если $\forall i = \overline{1, n_T}$ выполняются условия $u(x_i) = \sigma(x_{iT}) = \sigma_{xT}$, $u(m_i) = \sigma(m_{iT}) = \sigma_{mT}$, $\sigma_{Hi}^2 = \sigma_{H}^2$, то с учётом (15), (17) формула для оценки квадрата суммарной стандартной неопределённости будет иметь вид

$$\begin{aligned} u^2(\bar{x}_{wT}, H) &= \sigma_{xT}^2 / n_T + \\ &+ \sigma_{xT}^2 \left[\sum_{j=1}^{n_T} E(m_{Tj}) \right]^{-2} \sum_{i=1}^{n_T} [E(m_{Ti}) - E(\bar{m}_T)]^2 + \\ &+ \sigma_{mT}^2 \left[\sum_{j=1}^{n_T} E(m_{Tj}) \right]^{-2} \sum_{i=1}^{n_T} [E(x_{Ti}) - E(\bar{x}_{wT})]^2 + \sigma_H^2. \end{aligned} \quad (18)$$

Сравнение оценок интегральных содержаний компонентов веществ и материалов, полученных с приме-

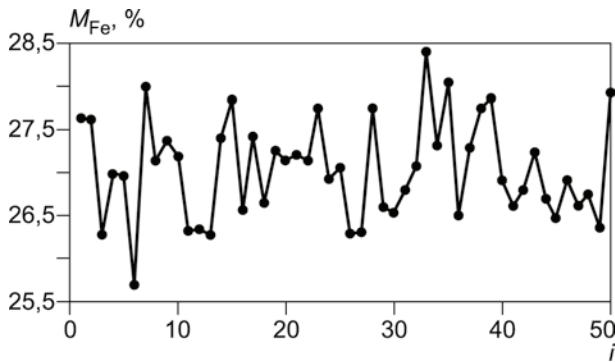


Рис. 1. Заданные значения массовой доли M_{Fe} магнитного железа в обогащённой руде для отлаженного процесса измерений (график для модели 1); i – номер измеряемого базового объёма железа

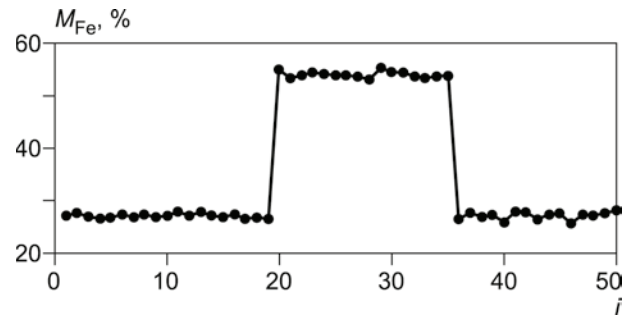


Рис. 2. Заданные значения массовой доли M_{Fe} магнитного железа в обогащённой руде для процесса измерений с «разладкой» (график для модели 2); i – то же, что на рис. 1

нием АИС ХС и методом Монте–Карло. Проверку результатов оценивания согласно [6] вычисляемых по (15), (18) неопределённостей интегральной величины $x(m(T), V(T))$, определённой выражением (3), проведём сравнением с результатами, найденными методом Монте–Карло [7]. Для метода Монте–Карло исходными были выбраны данные, полученные в процессе функционирования АИС ХС при измерении интегральной массовой доли магнитного железа в обогащённой руде, перемещаемой по ленте конвейера. Векторы измерений входных величин $\hat{m}_0^T(\tau, n_T) = (m_{T1}, \dots, m_{Tn_T})$, $\hat{x}_0(\tau, n_T) = (x_{T1}, \dots, x_{Tn_T})$ из (3), (7), соответственно, аппроксимировались многомерными нормальными распределениями с математическими ожиданиями $E(x_i)$, $E(m_i)$, $i = \overline{1, n_T}$, $n_T = 50$. Расчётная формула (15) имеет вид диагональных ковариационных матриц, на главных диагоналях которых располагаются значения σ_{xT}^2 , $\sigma_{xT} = 0,19\%$ и σ_{mT}^2 , $\sigma_{mT} = 50$ кг. При вычислениях по формуле (18) на главной диагонали ковариационной матрицы для $\hat{x}_0(\tau, n_T)$ находятся суммы $\sigma_{xT}^2 + \sigma_H^2$, все недиагональные члены равны σ_H^2 , $\sigma_{xT} = 0,19\%$, $\sigma_H = 0,03\%$, а на главной диагонали диагональной ковариационной матрицы для $\hat{m}_0^T(\tau, n_T)$ стоят значения σ_{mT}^2 , $\sigma_{mT} = 50$ кг. Рассматривались два процесса измерений массовой доли железа в руде и массы руды $E(x_i)$ и $E(m_i)$, $i = \overline{1, n_T}$, $n_T = 50$, соответственно: отлаженный (рис. 1) и с «разладкой» (рис. 2). Использовались по две модели для отлаженного процесса (модели 1, 3 при $\sigma_H = 0; 0,03$ соответственно) и процесса с «разладкой» (модели 2, 4 при $\sigma_H = 0; 0,03$ соответственно); графики для моделей 1, 3 и 2, 4 на рис. 1, 2 совпадают.

Оценки величины $x(m(T), V(T))$ получали в виде средневзвешенного значения $\bar{x}_{wT}$ из (15) и среднего

$$\bar{x}_T = \sum_{i=1}^{n_T} x_i / n_T.$$

Оценки квадратов суммарных стандартных неопределённостей величины $\bar{x}_T$ получали по формулам (15), (17), полагая $\sigma_{mT} = 0$, $m_{Ti} = m_{Ti} \forall i = \overline{1, n_T}$. Проверка возможности применения методологии GUM [6] для оценки $u(\bar{x}_w)$ по формуле (11) проводилась согласно алгоритму [7] методом Монте–Карло.

Результаты оценки интегральной массовой доли магнитного железа в обогащённой руде и суммарной стандартной неопределённости оценки (средневзвешенного значения $\bar{x}_{wT}^{GUM}$ с неопределённостью $u^{GUM}(\bar{x}_{wT})$, среднего значения $\bar{x}_T^{GUM}$ с неопределённостью $u^{GUM}(\bar{x}_T)$, значения, найденного методом Монте–Карло $\bar{x}_{wT}^{MC}$ с неопределённостью $u^{MC}(\bar{x}_{wT})$) для моделей 1–4 приведены в таблице.

Из таблицы следует, что можно применять методологию GUM [6] для расчёта суммарной стандартной неопределённости средневзвешенного значения содержания компонентов веществ и материалов по формуле (11). Если при этом не учесть влияние неоднородности вещества (пренебречь недиагональными элементами ковариационных матриц в (11)), то можно получить существенно заниженные оценки суммарной стандартной неопределённости $u(\bar{x}_w)$. Кроме того, при некоторых условиях статистически значимо может отличаться от нуля смещение значения интегральной величины $x(m(T), V(T))$, определённой (3), относительно оценки этой величины «простым» средним $\bar{x}_T$. Математическое ожидание этого смещения с учётом (9) имеет вид

$$E[x(m(T), V(T)) - \bar{x}_T] \approx \sum_{i=1}^{n_T} E(x_i) [E(m_i) - E(\bar{m})] / \sum_{i=1}^{n_T} E(m_i),$$

в то время как математическое ожидание смещения между величинами $x(m(T), V(T))$ и $\bar{x}_{wT}$ будет выражаться как $E[x(m(T), V(T)) - \bar{x}_{wT}] \approx 0$. Поэтому оценка интегральной величины $x(m(T), V(T))$ в виде средневзвешенного значения $\bar{x}_{wT}$ показывает большую степень согласованности с оценками, найденными методом Монте–Карло, по сравнению с традиционными оценками в виде «простого» среднего.

Закключение. Средневзвешенная величина, выражаемая формулой (2), равна интегральному содержанию компонента вещества (материала) в виде массовой доли компонента согласно её определению (1). Это позволяет сделать предположение о более эффективной применимости средневзвешенных оценок для оценки интегрального содержания компонента вещества (материала), по сравнению с другими оценками, в частности, при пиковых сбросах и выбросах, мониторинге окружающей среды, эффекте «пустой ленты», контроле производственных процессов конвейерного типа.

Оценки и суммарные стандартные неопределённости интегральной массовой доли магнитного железа в обогащённой руде для моделей 1–4

Модель	$\bar{x}_{wT}^{MC}$	$u^{MC}(\bar{x}_{wT})$	$\bar{x}_{wT}^{GUM}$	$u^{GUM}(\bar{x}_{wT})$	$\bar{x}_T^{GUM}$	$u^{GUM}(\bar{x}_T)$
1 ($\sigma_H=0$)	27,083	0,028	27,082	0,028	27,040	0,027
2 ($\sigma_H=0$)	37,437	0,045	37,437	0,049	35,661	0,027
3 ($\sigma_H=0,03$)	27,082	0,041	27,082	0,041	27,039	0,040
4 ($\sigma_H=0,03$)	36,111	0,059	36,111	0,061	35,660	0,040

Однако в силу нелинейности средневзвешенной оценки для каждой конкретной измерительной задачи требуются дополнительные обоснования её практической эффективности, в частности несмещённости, и преимуществ по сравнению с другими статистическими оценками этой интегральной величины по результатам измерений содержания компонента и всей массы анализируемого вещества. Указанное применение средневзвешенной величины будет зависеть от условий конкретной измерительной задачи, особенностей объекта измерений, метрологических и технических характеристик, используемых в АИС ХС методов измерений и СИ. Эти обстоятельства обуславливают необходимость разработки соответствующих методик измерений интегрального содержания компонента вещества (материала) с применением АИС ХС, предусматривающих оценивание статистических характеристик результатов измерений содержаний компонентов и массы веществ в базовых (доступных для измерений) объёмах, связанных с различными случайными и систематическими эффектами. К таким эффектам можно отнести:

неоднородность вещества по химическому составу и плотности;

учёт неполноты измерительной информации о содержаниях компонентов и всей массы вещества во всех базовых объёмах вещества, составляющих его заданный объём в заданный период времени измерений;

процедуры контроля точности измерений;

анализ источников возникновения выбросов в результатах измерений, выполненный в том числе с применением традиционных методик измерений интегрального содержания компонента вещества (материала) на основе процедур пробоотбора и последующего химического анализа проб в лабораторных или полевых условиях.

Отсюда следует, что если заданы нормы точности и условия измерений интегрального содержания компонента вещества (материала), то они должны быть учтены при назначении норм и показателей точности АИС ХС.

Использование методологии [6] позволяет получать адекватные оценки интегрального содержания компонента вещества (материала) в виде средневзвешенной оценки (10) и её суммарной стандартной неопределённости (11). Однако в каждом конкретном случае требуется контролировать вы-

полнение условий применимости этой методологии либо более детально осуществлять статистический анализ процесса измерений и оценивание ковариационных членов в выражении для стандартной суммарной неопределённости результатов измерения.

Перспективным представляется развивать методологию оценивания интегрального содержания компонента вещества (материала) на основе моделей типа ARIMA и теории нелинейной фильтрации.

В целом использование АИС ХС в задачах контроля, учёта и мониторинга содержания компонентов веществ и материалов в промышленных объёмах в процессах производства, образования отходов, включая выбросы и сбросы, помимо технических проблем, связанных с разработкой, внедрением и эксплуатацией АИС ХС, требует решения комплекса научно-методических задач по нормированию и контролю показателей точности измерений, разработки и аттестации методик измерений. Эти задачи должны рассматриваться как неотъемлемая часть обеспечения единства измерений, проводимых с применением АИС ХС, включая нормативную и (при необходимости) нормативно-правовую составляющие.

Л и т е р а т у р а

1. **ГОСТ Р ИСО 11648-1-2009.** Статистические методы. Выборочный контроль нештучной продукции. Ч. 1. Общие принципы.
2. **ГОСТ Р ИСО 11648-2-2009.** Статистические методы. Выборочный контроль нештучной продукции. Ч. 2. Отбор выборки сыпучих материалов.
3. **Карпов Ю. А., Савостин А. П.** Методы пробоотбора и пробоподготовки. М.: Бином. Лаборатория знаний. 2003.
4. **Gatz D.F., Smith L.** The standard error of a weighted mean concentration-I. Bootstrapping vs other methods // Atmospheric Environment. 1995. No. 29. P. 1185–1193.
5. **Справочник** по теории вероятностей и математической статистике / Под ред. В. С. Корольюк. М.: Наука. 1985.
6. **ГОСТ Р 54500.3-2011.** Руководство по выражению неопределённости измерений. Ч. 3. Неопределённость измерений.
7. **ГОСТ Р 54500.3.1-2011.** Руководство по выражению неопределённости измерения. Неопределённость измерений. Ч. 3. Дополнение 1. Трансформирование распределений с использованием метода Монте-Карло.

Дата принятия: 14.11.2017.