

Усредненные экспериментальные динамические характеристики ПСЧЭ

Сорбенты	$T_{нр}, c,$ менее	$T_{0,1}, c,$ менее	Сорбция			Десорбция		
			τ, c	$T_{0,95}, c$	$T_{п'}, c$	τ, c	$T_{0,95}, c$	$T_{п'}, c$
Силикагель	1	5	35	90	190	40	100	210
Поли-ε-капроамид	1	5	30	85	180	35	95	195
Поли-ε-капроамид и силикагель (по методу см. рис. 2, в)	1	5	35	90	190	40	105	220
Поли-ε-капроамид и силикагель (по методу см. рис. 2, а)	1	5	40	100	230	45	115	280

Л и т е р а т у р а

1. Берлинер М. А. Измерения влажности. М.: Энергия, 1973.
2. Иващенко В. Е., Мазур В. Г., Пудалов А. Д. Исследование широкодиапазонных пьезокварцевых влажочувствительных элементов // Изв. Томского политех. ун-та. 2012. Т. 321. № 4. С. 160—165.

3. Пудалов А. Д. Унифицированная измерительная схема приборов аналитического контроля // Современные технологии. Системный анализ. Моделирование. 2011. № 3(31). С. 220—223.

4. Воронова Т. С., Мазур В. Г., Пудалов А. Д. Применение сорбционно-частотного метода для измерения влажности неполярных органических жидкостей // Современные технологии. Системный анализ. Моделирование. 2012. № 2. С. 114—118.

5. Бутурлин А. И., Крутоверцев С. А., Чистяков Ю. Д. Микроэлектронные датчики влажности // Зарубежная электронная техника. 1984. № 9. С. 3—7.

6. Кельцев Н. В. Основы адсорбционной техники. М.: Химия, 1984.

7. Серебрякова З. Г., Михайлов Н. В. Исследование сорбционных свойств полиамидных волокон в зависимости от их структуры // Высокомолекулярные соединения. 1959. Т. 1. № 2. С. 222—228.

Дата принятия 18.04.2014 г.

МЕЖДУНАРОДНОЕ СОТРУДНИЧЕСТВО

534.6:534.8

Международные ключевые сличения в области измерений мощности ультразвукового излучения в воде

А. М. ЕНЯКОВ

Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений, Менделеево, Россия, e-mail: enyakov@vniiftri.ru

Проведен анализ результатов международных ключевых сличений в области измерений мощности ультразвукового излучения в воде, проводившихся под эгидой Международного бюро мер и весов в 1999—2002 гг. и 2009—2013 гг.

Ключевые слова: мощность ультразвукового излучения, сличения, неопределенность измерений.

The analysis of the results of international key comparisons in the field of measurements of ultrasound in water power in water held under auspices of the BIPM in 1999—2002 and in 2009—2013 is presented.

Key words: ultrasound power, comparisons, measurements uncertainty.

Ультразвуковые методы исследований и лечения за последние десятилетия находят все большее распространение в самых различных областях медицины — физиотерапии и диагностике, хирургии и экстракорпоральной литотрипсии. Близость параметров (плотности, упругости) тканей человеческого тела соответствующим параметрам воды предподре-

деляет использование в здравоохранении гидроакустических методов воздействия и измерений. Эти методы наиболее эффективны для лечения и диагностики на частотах от единиц до десятков мегагерц. Гидроакустические воздействия в этом диапазоне часто называют медицинским ультразвуком, однако его безопасное использование ограничи-

вается дозировкой. Международными стандартами и их отечественными аналогами, касающимися безопасности применения приборов и аппаратов ультразвуковой терапии и диагностики, предписано, чтобы изготовитель аппаратуры декларировал в технической документации на изделие такие параметры его акустического выхода, как полная мощность ультразвукового пучка, пиковые значения интенсивности и акустического давления и др. [1, 2]. Наиболее важным из них и общим для всех видов ультразвукового медицинского оборудования является полная мощность ультразвукового пучка. От точности и достоверности измерений этого параметра существенно зависит объективность оценки потребительских свойств оборудования, мировой рынок которого непрерывно расширяется. Именно поэтому оценке измерительных и калибровочных возможностей (СМС — Calibration and Measurement Capabilities) в этом виде измерений Международное бюро мер и весов (МБМВ) и его Консультативный комитет по акустике, ультразвуку и вибрации (ССАUV) уделяют особое внимание. В области измерений мощности ультразвукового излучения в воде международные ключевые сличения были проведены два раза. Алгоритм обработки и представления результатов ключевых сличений не предполагает какого-либо анализа измерительных возможностей их участников, поэтому финальные отчеты о сличениях [3—5], подготовленные пилот-лабораторией (РТВ, Германия), содержат лишь сведения об особенностях процедуры их проведения, результатах измерений, полученных каждым участником, заявленных ими неопределенностях измерений, референсных значениях (KCRV — Key Comparison Reference Values) сравниваемой величины, а также значениях степени эквивалентности, т. е. относительных отклонениях результатов каждого участника от KCRV. В настоящей статье проведен анализ этих результатов.

Первые ключевые сличения (ССАUV.U-K1) состоялись в 1999—2002 гг. [3]. В них приняли участие метрологические институты 9 стран: Австралии (CSIRO-NML), Великобритании (NPL), Германии (PTB), Индии (NPLI), Канады (NRC), Китая (NIM), Нидерландов (TNO), России (ВНИИФТРИ) и США (NIST).

Сличения проводили на трех частотах 1,9; 6,3; 10,5 МГц и при различных уровнях электрического возбуждения эталона-переносчика таким образом, чтобы охватить диапазон мощностей излучения 10 мВт — 15 Вт. Сравнивали излучательную способность $G_{f,U}$ эталона-переносчика, определяемую как отношение излучаемой им мощности $P_{f,U}$ ультразвукового излучения к квадрату среднего квадратического значения напряжения возбуждения U_f : $G_{f,U} = P_{f,U} / U_f^2$.

В качестве эталона-переносчика использовали изготовленный пилот-лабораторией ультразвуковой преобразователь «PTB 24 LN 2 MHz» поршневого типа с активным элементом из кристалла ниобата лития, работающий на указанных выше резонансных частотах. На тыльной части корпуса преобразователя был установлен входной разъем для ввода электрического напряжения возбуждения, режимы которого (частота и среднее квадратическое значение) были оговорены в техническом протоколе сличений достаточно строго.

Результаты первых сличений выявили существенную разницу в СМС различных институтов [6]. Значения расширенной неопределенности результатов измерений $G_{f,U}$, декларируемые участниками сличений, варьировались в диапазоне 2—24 %. Некоторые участники не имели возможности

измерять низкие (около 10 мВт) или высокие (около 15 Вт) значения мощности, а также мощность на частотах 6,3 и 10,5 МГц. Измерения во всех режимах возбуждения эталонного излучателя, требуемых по техническому протоколу ССАUV, смогли выполнить только в институтах Великобритании, Германии, Канады, Китая, Нидерландов, США и России. Полученные результаты подтвердили СМС национальных метрологических институтов, зафиксированные в банке данных МБМВ.

Вторые ключевые сличения ССАUV.U-K3 проводили в период 2009—2013 гг. [4]. В них участвовали национальные метрологические институты из 11 стран: Австралии (NMI), Бразилии (INMETRO), Великобритании (NPL), Германии (PTB), Индии (NPLI), Италии (INRIM), Китая (NIM), России (ВНИИФТРИ), Турции (UME), Ю. Кореи (KRISS), Японии (NIMJ).

Как и в первых сличениях, сравнивали излучательную способность $G_{f,U}$ эталона-переносчика, предоставленного пилот-лабораторией (РТВ, Германия). Однако в этих сличениях был задействован другой преобразователь «PTB 38 LN 2 MHz», что позволило расширить частотный диапазон сравниваемых значений мощности до 16 МГц. Измерения проводили на частотах 2,0; 6,7; 11,3; 15,9 МГц, динамический диапазон измеряемых мощностей остался прежним.

Проведение этих сличений было осложнено следующими обстоятельствами.

1. У одного из участников (NPL) при измерениях возникли проблемы, связанные с подозрением на повреждение эталона-переносчика, что вынудило пилот-лабораторию перепроверить его характеристики и разрешить NPL вторично провести измерения.

2. После того как треть участников завершили измерения эталон-переносчик оказался поврежденным и подвергся ремонту. При этом некоторые значения $G_{f,U}$ изменились (особенно на высоких частотах), что вызвало необходимость обосновать и ввести определенные поправки в результаты измерений участников, закончивших измерения до наступления факта повреждения.

3. Эталонные измерительные установки NMIJ были повреждены во время землетрясения в марте 2011 г., и этот институт был вынужден приостановить свое участие в сличениях.

4. Результаты измерений $G_{f,U}$ в KRISS на частотах выше 2 МГц, а также в NPLI и INMETRO на всех частотах существенно отличались от результатов остальных участников. После детального обсуждения этих результатов (на двух совещаниях ССАUV и по переписке) было принято согласованное решение оценить значимость расхождений по методу Cox [7], в результате чего часть результатов KRISS, а также все результаты NPLI и INMETRO не были учтены при подсчете KCRV $G_{f,Uref}$.

На рис. 1 приведены некоторые результаты сличений ССАUV.U-K3, представленные в виде относительных отклонений результатов каждого участника (обозначенного порядковым номером, присвоенным пилот-лабораторией) от средневзвешенного значения $G_{f,U}$, при измерении мощности с номинальным значением около 10 мВт на частоте 2,0 МГц (см. рис. 1, а) и 100 мВт на частотах 6,7 МГц (см. рис. 1, б), 11,3 МГц (см. рис. 1, в) и 15,9 МГц (см. рис. 1, г). Результат каждого участника представлен в виде точки с цифровым обозначением отклонения и границ расширенной неопре-

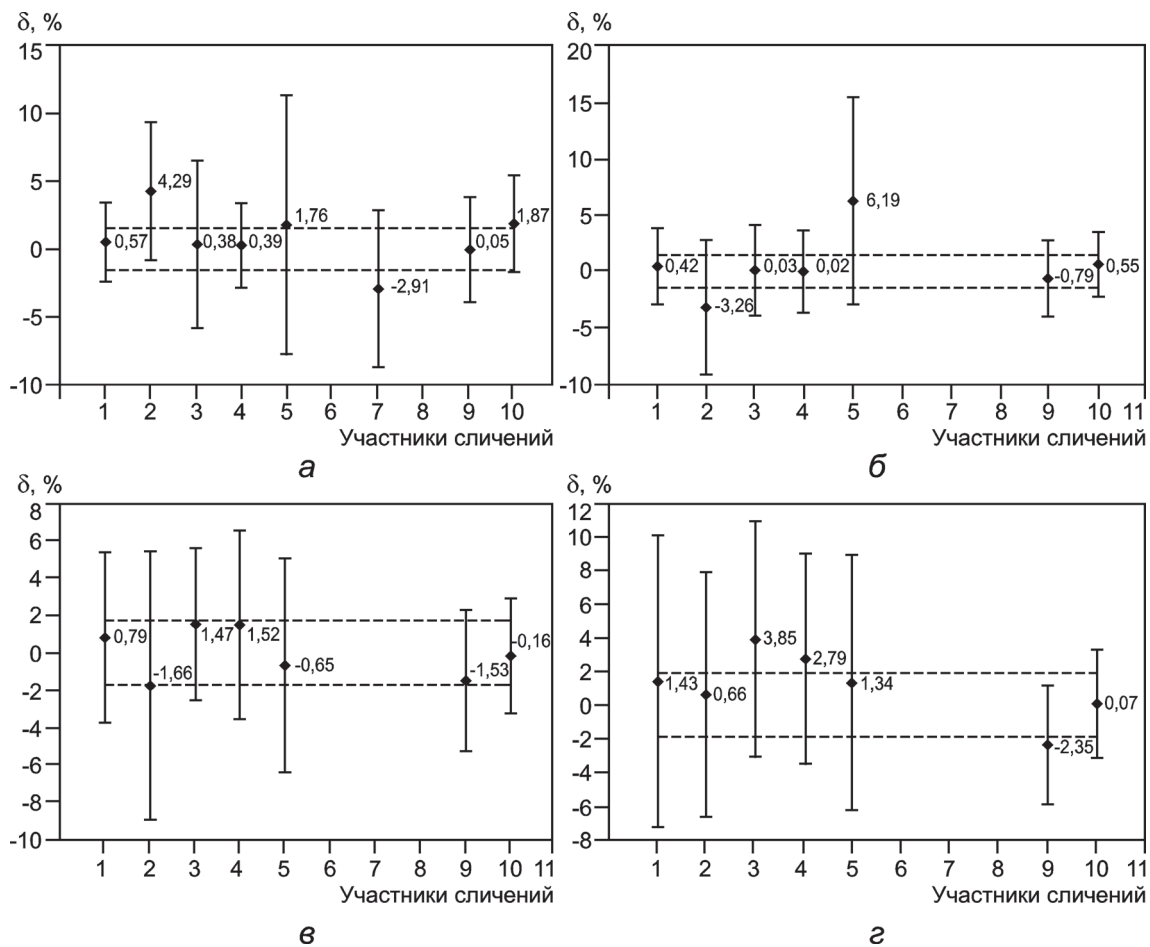


Рис. 1. Относительные отклонения δ результатов измерений $G_{f,U}$ от KCRV при измерениях мощности с номинальным значением около 10 мВт на частоте 2,0 МГц (а) и 100 мВт на частотах 6,7 МГц (б), 11,3 МГц (в), 15,9 МГц (г) на ключевых сличениях CCAUV.U-K3. Участники сличений: 1 — PTB, Германия; 2 — UME, Турция; 3 — INRIM, Италия; 4 — ВНИИФТРИ, Россия; 5 — NIM, Китай; 6 — NPLI, Индия; 7 — KRISS, Ю. Корея; 8 — INMETRO, Бразилия; 9 — NPL, Великобритания; 10 — NMIA, Австралия; 11 — NIMJ, Япония

деленности, заявленной участниками. Пунктирными линиями отмечена расширенная неопределенность результатов оценки средневзвешенных значений $G_{f,U}$.

Сопоставим значения расширенной неопределенности измерений $G_{f,U}$, заявленной участниками сличений, с фактическими отклонениями их результатов. Такое сопоставление по каждому из режимов (при различных напряжениях и частотах) возбуждения эталона-переносчика (в CCAUV.U-K1 было 9 режимов, в CCAUV.U-K3 — 8) не дает однозначного представления о соотношении заявленных участниками измерительных возможностей с полученными результатами. В некоторых режимах результат какого-либо участника может отличаться от KCRV в большую или меньшую сторону (в одном случае — в пределах заявленной им неопределенности, в другом — превышая ее), и нет возможности оценить, насколько точно используемый метод измерений и его конкретная реализация обеспечивают получение действительного значения измеряемой величины. Такую оценку можно получить, если воспользоваться заявленной участниками расширенной неопределенностью и отклонениями результатов каждого участника, усредненными по всем режимам возбуждения (рис. 2).

По оси абсцисс отмечены порядковые номера участников, присвоенные им в процессе соответствующих сличений,

а по оси ординат — усредненные значения δ относительных отклонений $G_{f,U}$ (см. ■ на рис. 2) от KCRV, границ расширенных неопределенностей $ku(G_{f,U})$ (знаки «+» и «-») и среднего квадратического разброса отклонений от их усредненных значений. Разброс отклонений (по всем режимам) результатов большинства участников не превышает усредненных значений. Однако некоторые результаты, например для участников 3, 6—8 на рис. 2, а, показывают, что отклонения больше разброса, т. е. относительно устойчивы. Если такое превышение значительно, то целесообразно рассмотреть возможность введения поправки в результаты измерений мощности сразу для всех режимов возбуждения и снижения таким образом неисключенной систематической погрешности эталона. Например, для ВНИИФТРИ по результатам CCAUV.U-K1 среднее отклонение составило 3,5 %, а средний квадратический разброс — 2 %. Это дало возможность автору настоящей статьи ввести поправку в результаты измерений мощности при участии в следующих сличениях CCAUV.U-K3, что обеспечило получение результатов со средним отклонением, не превышающим средние отклонения остальных участников последних сличений (см. результаты участника 4 на рис. 2, б).

При анализе результатов ключевых сличений CCAUV.U-K1 и CCAUV.U-K3, проводившихся с промежутком около 10 лет,

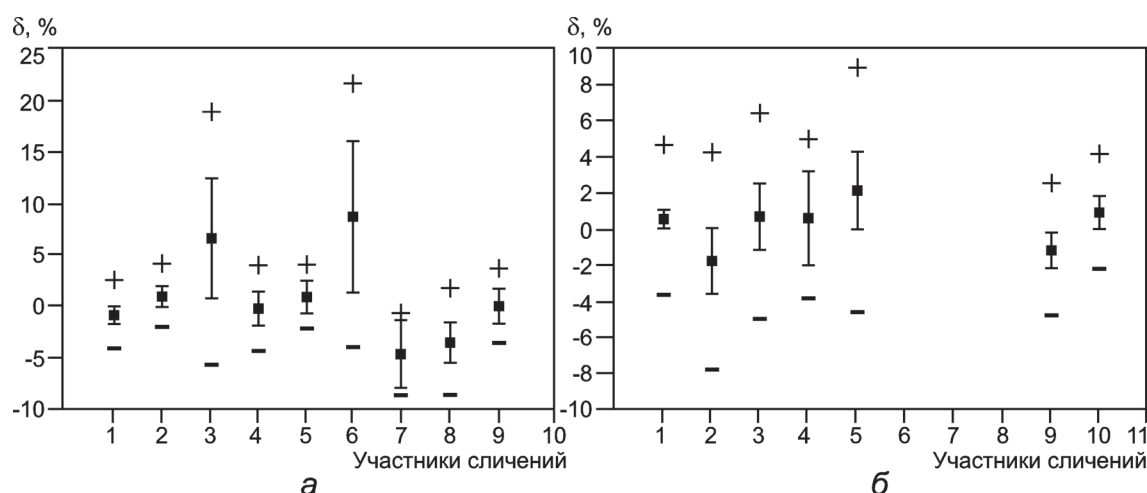


Рис. 2. Относительные отклонения δ результатов измерений $G_{f,U}$ от KCRV, усредненные по всем режимам возбуждения (■); средний квадратический разброс этих отклонений от усредненных значений и усредненные значения расширенной неопределенности измерений $G_{f,U}$ (+, –) для сличений CCAUV.U-K1 (а) и CCAUV.U-K3 (б). Участники сличений CCAUV.U-K3 (см. рис. 1) и CCAUV.U-K1:

1 — РТВ, Германия; 2 — NIST, США; 3 — NRC, Канада; 4 — NPL, Великобритания; 5 — TNO, Нидерланды; 6 — CSIRO—NML, Австралия; 7 — NPLI, Индия; 8 — ВНИИФТРИ, Россия; 9 — NIM, Китай

интересно сравнить динамику развития эталонной базы национальных метрологических институтов, участвовавших в этих сличениях, повышения точности эталонов, расширения их динамического и частотного диапазонов. Как правило, для измерений мощности ультразвукового излучения в воде все национальные эталоны используют метод гравитационного уравнивания радиационной силы ультразвукового пучка, стандартизированных МЭК [8]. Этот метод реализован в нескольких вариантах в зависимости от типа мишени (поглощающей (ПМ) или отражающей (ОМ)), способа и места ее установки относительно излучателя, конструкции системы взвешивания и т. д. Для измерений радиационной силы, как правило, используют прецизионные аналитические весы, но некоторые институты, например ВНИИФТРИ или NPLI, применяют оригинальные методы, основанные на перемещении под воздействием ультразвукового излучения специальной мишени, плавучесть которой близка к нейтральной [6]. По-прежнему используют высокоточные электронные весы фирм Sartorius (Германия) или Mettler Toledo (Швейцария), радиочастотные вольтметры фирм Fluke, Rode&Schwarz, Racal Dana, Hewlett-Packard и др.

Из отчетов по сличениям [3, 4] можно проследить некоторую общую тенденцию в совершенствовании национальных эталонов стран-участников, связанную, прежде всего, с более широким использованием ПМ вместо ОМ. Это объясняется созданием высокоэффективных поглощающих материалов, например, таких как HAM A и Aptflex F28 P фирмы Precision Acoustics (Великобритания) [9]. Потери на поглощение ультразвуковой волны в материале HAM A составляют 30 дБ на 1 МГц и превы-

шают 50 дБ на частотах выше 1,5 МГц. Ультразвуковые отражения от его поверхности снижаются на 44 дБ на частоте 1 МГц и на 30 дБ — на 16 МГц. Такие характеристики позволяют создавать достаточно совершенные ПМ, и это широко используется многими национальными метрологическими институтами. В табл.1 представлены данные о типах мишеней в эталонах институтов-участников двух сличений.

Из данных табл. 1 следует, что все институты оценили опыт своего участия в первых сличениях и перешли, в основном, на применение ПМ, изготавливаемых из материалов HAM A и F28 P. В РТВ используют поглощающие материалы собственной разработки. В Государственном первичном специальном эталоне единицы мощности ультразвука в воде в диапазоне частот от 0,5 до 12,0 МГц ГЭТ 169—2005 исполь-

Таблица 1

Типы мишеней в эталонах участников сличений CCAUV.U-K1 и CCAUV.U-K3

Институт	CCAUV.U-K1		CCAUV.U-K3	
	Вид мишени	Диаметр мишени, мм	Вид мишени	Диаметр мишени, мм
РТВ	3 ПМ* 2 выпуклых ОМ	50; 110 —	3 ПМ*	50; 110; 115
NPL	2 выпуклых ОМ	60; 80	ПМ из HAM A	81
NPLI	Выпуклая ОМ Вогнутая плавающая ОМ	25 60	ПМ из HAM A	50×60
NIM	Выпуклая и вогнутая ОМ	80	Выпуклая и вогнутая ОМ ПМ из HAM A	80 80
NML—NMIA	Выпуклая ОМ	80	ПМ (из F28 P)	80
ВНИИФТРИ	Вогнутая плавающая ОМ	100	Вогнутая плавающая ОМ ПМ из HAM A ПМ из F28 P ПМ*	100 70 70 70

Примечание: * — материал мишени собственной разработки.

зована плавающая вогнутая коническая ОМ и ПМ, сделанные как из покупных материалов, так и из полиуретанов собственного производства и конструкции. По мнению авторов, совместное использование мишеней альтернативных типов позволяет выявить некоторые источники неисключенной систематической погрешности эталона.

Однако результаты последних сличений не показали ожидаемого тотального повышения точности измерений ультразвуковой мощности. В табл. 2 приведены значения расширенной неопределенности результатов измерений $G_{f,U}$, усредненные по всем режимам возбуждения эталона-переносчика. Некоторое повышение точности заявлено только тремя институтами — NPL, NMIA и ВНИИФТРИ, в то время как неопределенности, представленные PTB, NIM и NPLI, оказались выше, чем 10 лет назад. Впрочем, последнее обстоятельство может быть связано с расширением частотного диапазона сличений и ожидаемым повышением погрешностей измерений высокочастотного напряжения возбуждения эталона-переносчика. Большинство участников достаточно корректно оценивали неопределенность своих измерений $G_{f,U}$ и ее частотную зависимость (рис. 3).

Таблица 2

Расширенная неопределенность измерений $G_{f,U}$

ССАUV.U-K1		ССАUV.U-K3	
Институт	$ku(G_{f,U})$, %	Институт	$ku(G_{f,U})$, %
PTB	3,4	PTB	4,15
NPL	4,1	NPL	3,75
NPLI	4,1	NPLI	4,35
NIM	3,7	NIM	6,8
CSIRO—NML	12,9	NMIA	3,25
ВНИИФТРИ	5,3	ВНИИФТРИ	4,5
NIST	3,1	UME	6,1
NRC	12,3	INRIM	5,7
TNO	3,1	KRISS	5,2
		INMETRO	15,5

Как отмечено выше, основой национальных эталонов единицы мощности ультразвукового излучения практически всех участников сличений являются высокоточные электронные весы. Причем только 4 (NPL, NPLI, NIM и KRISS) из 10 участников ССАUV.U-K3 применяют весы с предельным разрешением 1 мкг (что соответствует разрешению по

мощности ультразвукового излучения, равному 0,015 мВт или 0,15 % от самого низкого значения измеряемой величины по условиям сличений). Как показывают результаты сличений, такое разрешение является избыточным. Пользователи этих весов не декларировали значимого снижения расширенной неопределенности (см. табл. 2), а отклонения их результатов от KCRV были, как правило, выше, чем у участников (PTB, INRIM, NMIA, ВНИИФТРИ), использующих весы с меньшим разрешением (0,01 мг) — см. рис. 1. Очевидно, что разрешающая способность весов не является доминирующим средством повышения точности измерений в милливаттном диапазоне мощностей. Здесь важно обратить внимание на другие источники погрешности, достаточно подробно изложенные в [8].

Важной особенностью ключевых сличений ССАUV.U-K1 и ССАUV.U-K3 являлось то, что сличаемой величиной была не мощность ультразвукового излучения эталона-переносчика, а его излучательная способность $G_{f,U}$. Это не соответствует классификатору СМС и представленным на сайте МБМВ СМС-данным национальных метрологических институтов. Во время сличений их участники должны были подтвердить свои возможности не только в области измерений мощности ультразвукового излучения в воде, но, фактически, и в области измерений высокочастотного электрического напряжения на входе эталонного излучателя. Именно со второй задачей не справились некоторые участники последних сличений, они не смогли правильно измерить напряжение из-за интерференционных эффектов в соединительном кабеле, неправильного выбора вольтметра и т. д. Как правило, с ростом частоты напряжения возбуждения эталона-переносчика измеряемое напряжение все более завышалось, что приводило к существенному (в 2—3 раза на частоте 15,9 МГц) занижению $G_{f,U}$ по сравнению с KCRV, а собственно мощность ультразвукового излучения как таковую они измеряли, может быть, правильно.

Такая коллизия между результатами сличений и СМС-данными ее участников требует обсуждения. Для сличений по мощности необходим не эталон-переносчик в виде пассивного пьезоэлектрического преобразователя, а специальный эталонный источник, включающий эталонные генератор и преобразователь. Такие источники коммерчески доступны [9], однако погрешность воспроизводимых ими значений мощности пока велика (± 4 %). Проведенные в рамках ССАUV.U-K1 и ССАUV.U-K3 измерения излучательной спо-

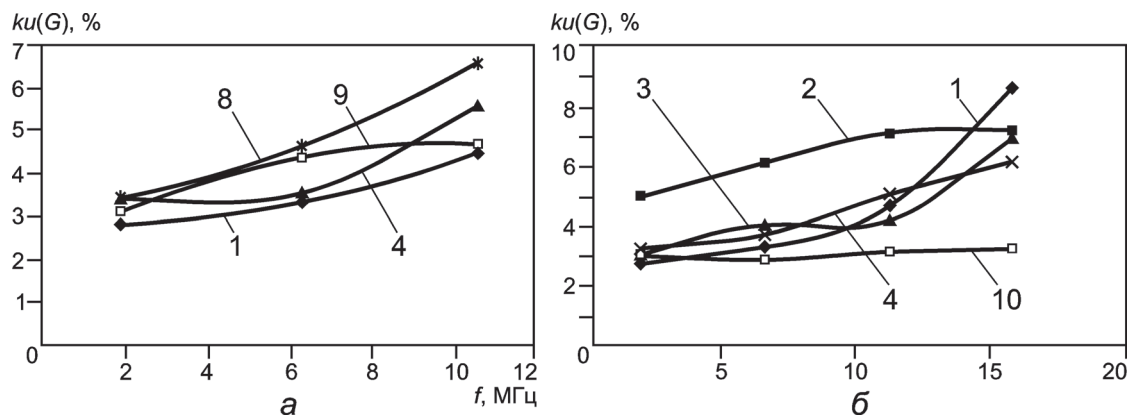


Рис. 3. Частотные зависимости расширенной неопределенности измерений $G_{f,U}$, декларируемой участниками сличений ССАUV.U-K1 (а) и ССАUV.U-K3 (б), при одном и том же напряжении на эталоне-переносчике. Участники сличений те же, что и на рис. 1, 2

способности $G_{f,U}$ целесообразно включить в классификатор СМС МБМВ как отдельный вид измерений с добавлением соответствующих строк в СМС-данные национальных метрологических институтов.

Л и т е р а т у р а

1. **ГОСТ Р 8.583—2001** (МЭК 61689—96) ГСИ. Оборудование медицинское ультразвуковое терапевтическое. Общие требования к методикам выполнения измерений параметров акустического выхода в диапазоне частот от 0,5 до 5,0 МГц.

2. **ГОСТ Р МЭК 61157—2008**. ГСИ. Изделия медицинские электрические. Приборы ультразвуковой диагностики. Требования к представлению параметров акустического выхода в технической документации.

3. **Beissner K.** Report on Key Comparison CCAUV.U-K1 (Ultrasonic Power) // Metrologia. 2002. N. 39. Tech. Suppl. 09001.

4. **Koch C., Jenderka K.-V.** Report on Key Comparison CCAUV.U-K3 for Ultrasonic Power // Metrologia. 2014. V. 51. Tech. Suppl. 09001.

5. **BIPM** [Официальный сайт]. <http://www.bipm.org/> (дата обращения 07.03.2014 г.).

6. **Еняков А. М.** Государственный специальный эталон единицы мощности ультразвука в воде // Измерительная техника. 2006. № 3. С. 3—7; **Enyakov A. M.** State special standard for the unit of ultrasonic power in water // Measurement Techniques. 2006. V. 49. N. 3. P. 203—210.

7. **Cox M. G.** The evaluation of key comparison data: determining the largest consistent subset // Metrologia. 2007. V. 44. P. 187—200.

8. **ГОСТ Р МЭК 61161—2009**. ГСИ. Мощность ультразвука в жидкостях. Общие требования к методикам измерений в диапазоне частот от 0,5 до 25 МГц.

9. **Precision Acoustics** [Официальный сайт]. <http://acoustics.co.uk> (дата обращения 07.03.2014 г.).

Дата принятия 07.05.2014 г.

