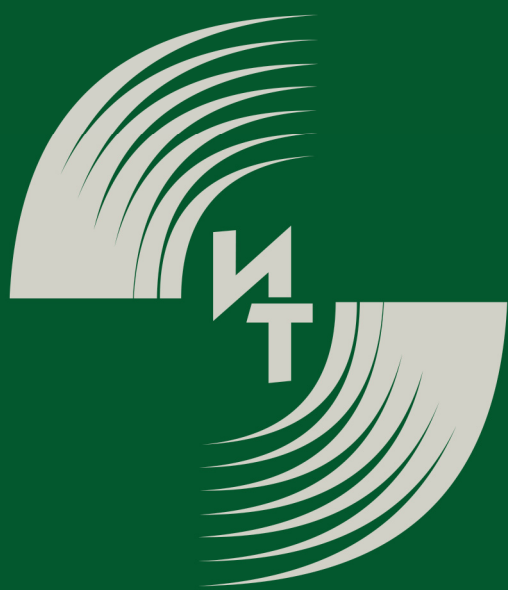




**ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ
ТЕХНИКА
2021
№1**



RIGOL

Possibilities and More



На правах рекламы

Расширенные возможности технологий в области измерений и многое другое



MS08000 Цифровой осциллограф

- Полоса пропускания от 600МГц до 2ГГц
- Максимальная частота дискретизации 10Гвыб/с
- Глубина записи 500 М
- Сенсорный дисплей 10.1" (1024x600)
- Возможности MSO



MS05000 Цифровой осциллограф

- Полоса пропускания 70МГц–350МГц
- Максимальная частота дискретизации 8 Гвыб/с
- Глубина записи 100М (200М Opt)
- Сенсорный дисплей 9" (1024x600)
- Возможности MSO



RSA5000 Анализатор спектра

- Модели с частотой 3.2ГГц и 6.5ГГц
- Средний уровень собственного шума DANL менее 165дБм
- Минимальная разрешающая способность по полосе пропускания RBW 1Гц
- Полоса пропускания в реальном времени 25МГц (40МГц opt)
- Минимум 100% POI - 7.45 мкс
- Сенсорный дисплей 10.1"

О компании RIGOL Technologies:

RIGOL Technologies динамично развивающаяся компания в области измерительной и испытательной техники. Наша премиальная линейка продуктов включает в себя цифровые запоминающие осциллографы, цифровые осциллографы смешанных сигналов, анализаторы спектра, функциональные генераторы сигналов произвольной формы, программируемые источники питания и нагрузки, цифровые мультиметры, системы сбора данных и прикладное программное обеспечение.

Наши решения сочетают в себе высокую производительность, безупречное качество и передовые характеристики, при этом привлекают своими ценами.

Продукция RIGOL способствует повышению качества, сокращению сроков и снижению стоимости проведения испытаний, это лучшая инвестиция в ваше производство.



Телефоны:
+7-812-983-49-04, +79216447168

адрес электронной почты:
tdus@td-unitervis.ru

Веб-сайт: td-unitervis.ru

ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ ТЕХНИКА 2021

№ 1 январь

Ежемесячный
научно-технический
журнал

Основан в 1939 г.

УЧРЕДИТЕЛИ

Федеральное агентство
по техническому регулированию
и метрологии

ФГУП «Всероссийский
научно-исследовательский
институт метрологии
им. Д. И. Менделеева»

ФГУП «Всероссийский
научно-исследовательский
институт оптико-физических
измерений»

ФГУП «Всероссийский
научно-исследовательский
институт физико-технических и
радиотехнических измерений»

ФГУП «Всероссийский
научно-исследовательский
институт метрологической
службы»

ФГУП «Российский
научно-технический центр
информации по стандартизации,
метрологии и оценке соответствия»

Метрологическая академия

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ ЭТАЛОНЫ

- Т. В. Гроппа, В. С. Иванов, А. А. Либман, А. С. Микрюков, С. А. Москалюк.
Государственный первичный эталон единицы средней мощности лазерного
излучения ГЭТ 28-2016 3

ФУНДАМЕНТАЛЬНЫЕ ПРОБЛЕМЫ МЕТРОЛОГИИ

- С. Г. Семенчинский. Квантовый эффект Холла и постоянная Клитцинга 9

ОБЩИЕ ВОПРОСЫ МЕТРОЛОГИИ И ИЗМЕРИТЕЛЬНОЙ ТЕХНИКИ

- А. В. Лапко, В. А. Лапко. Оценивание нелинейного функционала от плотности
вероятности при оптимизации непараметрических решающих функций 14

НАНОМЕТРОЛОГИЯ

- П. В. Гуляев. Измерение длины объектов на изображениях сканирующего зондового
микроскопа с помощью детекторов кривизны 21

ИЗМЕРЕНИЯ ВРЕМЕНИ И ЧАСТОТЫ

- Д. А. Парёхин. Алгоритмы управления в квантовых стандартах частоты
на основе эффекта когерентного пленения населённости 27

ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

- А. А. Бурдакин, В. Р. Гаврилов, Е. А. Ус, В. С. Бормашов. Новая реперная точка
орбитальной калибровочной шкалы на базе эвтектического сплава In-Bi для
применения в высокостабильных опорных бортовых излучателях нового
поколения 32
- Б. А. Лапинов, Н. И. Тимченко. Измерение пространственных характеристик
эрозионной лазерной плазмы кремния с помощью малогабаритных спектро-
метров высокого разрешения 38
- В. К. Битюков, Р. А. Горбунов, Д. С. Симачков, А. А. Улановский, А. В. Фрунзе.
Оптическая часть пирометра установки для калибровки вольфрам-рениевых
термопар 43

ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫЕ ИЗМЕРЕНИЯ

- Н. В. Анютин. Преобразование электромагнитного поля с описанной вокруг
антенны замкнутой поверхности на апертуру антенны 48

ИЗМЕРЕНИЯ ИОНИЗИРУЮЩИХ ИЗЛУЧЕНИЙ

- И. М. Лебеденко, С. С. Хромов, Е. М. Чертенков, Т. В. Бондаренко. Расчёт по-
глощённой биологической тканью человека дозы излучения при использовании
средств визуализации в лучевой терапии 56

МЕДИЦИНСКИЕ И БИОЛОГИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

- А. А. Волков, И. А. Волков, А. Г. Плугов, Е. В. Кулябина, О. Н. Мелкова, Г. С. Лаеров,
Д. В. Бочарова, Я. И. Алексеев. Генетический анализатор Нанофор 05
в качестве средства измерений при секвенировании ДНК 60

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

- С. В. Прокунин, А. Н. Щипунов, Д. А. Веньгина, Ф. Бастковский, Э. Юсал,
С. Мкртчян, Б. К. Жанасбаева, А. Бескупский, О. Б. Табулло, Е. А. Золо-
торевич, А. В. Петренко. Результаты пилотных сличений национальных
эталонов показателя активности ионов водорода в водных растворах 66

Главный редактор
С. С. Голубев

Редакционная коллегия:

В. И. Белоцерковский
С. И. Донченко
И. В. Емельянова
(зам. гл. редактора)
Л. К. Исаев
А. Д. Козлов
Е. П. Кривцов
В. Н. Крутиков
А. Ю. Кузин
С. В. Медведевских
А. И. Механиков
В. В. Окрепилов
В. Н. Храменков
И. А. Шайко
В. В. Швыдун

**Журнал переводится
на английский язык
под названием
«Measurement
Techniques»
издательством Springer
www.springer.com/11018**

Корректор *М. В. Бучная*
Компьютерная вёрстка *С. А. Мамедова*

Сдано в набор: 25.12.2020.
Подписано в печать: 29.01.2021.
Формат 60х90 1/8. Бумага мелованная. Печать офсетная.
Усл. п.л. 9,0. Уч.-изд. л. 11,5. Тир. 250 экз. Зак. 02-21а.

Свидетельство о регистрации ПИ № ФС77-21572
от 15.07.2005.

Адрес редакции: 119361 Москва, ул. Озёрная, 46,
ФГУП «ВНИИМС»
Тел.: +7 (495) 781-48-70
e-mail: izmt@vniims.ru
www.izmt.ru

Редакция не несёт ответственности за
содержание рекламных материалов. Точка зрения
редакции может не совпадать с мнением авторов.

ООО «Типография Миттель Пресс»
127254 Москва, ул. Руставели, 14, с. 6, оф. 7

© Измерительная техника, 2021

STATE STANDARDS

T. V. Groppa, V. S. Ivanov, A. A. Liberman, A. S. Mikryukov, S. A. Moskalyuk. National primary standard for the unit of average laser radiation power GET 28-2016.....3

FUNDAMENTAL PROBLEMS OF METROLOGY

S. G. Semenchinskiy. Quantum Hall effect and von Klitzing constant.....9

GENERAL PROBLEMS OF METROLOGY AND MEASUREMENT TECHNIQUES

A. V. Lapko, V. A. Lapko. Estimation of a nonlinear functional from the probability density when optimizing nonparametric decision functions14

NANOMETROLOGY

P. V. Gulyaev. Measuring the length of objects on scanning probe microscope images using curvature detectors.....21

TIME AND FREQUENCY MEASUREMENTS

D. A. Paryohin. Control algorithms in quantum frequency standards based on the effect of coherent population trapping.....27

TERMOPHYSICAL MEASUREMENTS

A. A. Burdakin, V. R. Gavrilov, E. A. Us, V. S. Bormashov. New fixed point of on-orbit calibration scale based on the In-Bi eutectic alloy for application in novel high-stable space-borne standard sources.....32

B. A. Lapshinov, N. I. Timchenko. Measurement of the spatial characteristics of an erosive silicon laser plasma using small-sized high-resolution spectrometers38

V. K. Bityukov, R. A. Gorbunov, D. S. Simachkov, A. A. Ulanovsky, A. V. Frunze. The modified optical part of a pyrometer used for calibrating tungsten-rhenium thermocouples.....43

ELECTROMAGNETIC MEASUREMENTS

N. V. Anyutin. Electromagnetic field transformation from a surface closed around the antenna to its aperture48

MEASUREMENT OF IONIZING RADIATION

I. M. Lebedenko, S. S. Khromov, E. M. Chertenkov, T. V. Bondarenko. Calculation of the radiation dose absorbed by human biological tissue when using imaging equipment in radiotherapy.....56

MEDICAL AND BIOLOGICAL MEASUREMENTS

A. A. Volkov, I. A. Volkov, A. G. Plugov, E. V. Kulyabina, O. N. Melkova, G. S. Lavrov, D. V. Bocharova, Y. I. Alekseev. Genetic analyzer Nanophore 05 as a measuring instrument for DNA sequencing60

PHISICOCHEMICAL MEASUREMENTS

S. V. Prokunin, A. N. Shchipunov, D. A. Vengina, F. Bastkowskiy, E. Uysal, S. Mkrtichyan, B. K. Zhanasbaeva, A. Beskupskiy, O. B. Tabullo, E. A. Zolotovrevich, A. V. Petrenko. Results of pilot comparisons of national standards for the activity of hydrogen ions in aqueous solutions.....66

Государственный первичный эталон единицы средней мощности лазерного излучения ГЭТ 28-2016

Татьяна Владиславовна Гроппа¹, Вячеслав Семёнович Иванов², Анатолий Абрамович Либерман³, Алексей Сергеевич Микрюков⁴, Сергей Александрович Москалюк⁵

^{1, 2, 3, 4, 5} Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений, Москва, Россия

¹groppe@vniiofi.ru, ²vsivanov@vniiofi.ru, ³liber-f2@vniiofi.ru, ⁴anzio64@gmail.com, ⁵mrsergik@mail.ru

Аннотация. Приведено описание Государственного первичного эталона единицы средней мощности лазерного излучения ГЭТ 28-2016 с диапазоном мощности 10^{-9} – $5 \cdot 10^{-3}$ Вт. Описан принцип работы эталона на основе фотоэлектрического трап-детектора в диапазоне 10^{-9} – $5 \cdot 10^{-3}$ Вт. В результате метрологических исследований на ГЭТ 28-2016 в рассматриваемом диапазоне получена суммарная стандартная неопределённость воспроизведения и передачи единицы средней мощности лазерного излучения не более 0,36 %. Приведена модель и теоретические характеристики измерительного светоделиителя, который позволит расширить диапазон ГЭТ 28-2016 в область киловаттных уровней мощности. В настоящее время ГЭТ 28-2016 позволяет решать задачи метрологического обеспечения перспективных низкоуровневых лазерных систем локации как в наземной, так и в авиационно-космической области, обеспечивать единство измерений радиометрических параметров низкоинтенсивных потоков лазерного излучения.

Ключевые слова: эталон, лазерное излучение, мощность лазерного излучения, низкие уровни лазерного излучения, высокие уровни лазерного излучения, трап-детектор, стандартная неопределённость

Для цитирования: Гроппа Т. В., Иванов В. С., Либерман А. А., Микрюков А. С., Москалюк С. А. Государственный первичный эталон единицы средней мощности лазерного излучения ГЭТ 28-2016 // Измерительная техника. 2021. № 1. С. 3–8. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-1-3-8>

National primary standard for the unit of average laser radiation power GET 28-2016

Tatiana V. Groppa¹, Vyacheslav S. Ivanov², Anatoly A. Liberman³, Aleksey S. Mikryukov⁴, Sergey A. Moskalyuk⁵

^{1, 2, 3, 4, 5} All-Russian Research Institute for Optical and Physical Measurements, Moscow, Russia

¹groppe@vniiofi.ru, ²vsivanov@vniiofi.ru, ³liber-f2@vniiofi.ru, ⁴anzio64@gmail.com, ⁵mrsergik@mail.ru

Abstract. The description of the National primary standard for the unit of average laser radiation power GET 28-2016 with a power range from 10^{-9} to $5 \cdot 10^{-3}$ W is described. The principle of operation of a standard based on a photoelectric trap detector in the range from 10^{-9} to $5 \cdot 10^{-3}$ W is described. As a result of metrological studies at National primary standard, it was determined that the value of the total standard uncertainty of reproduction and transmission of an average power unit for the range from 10^{-9} to $5 \cdot 10^{-3}$ W is no more than 0.36 %. The model and theoretical characteristics of the measuring beam splitter, allowing to expand the range of the National primary standard to the range of kilowatt power levels, are presented.

National primary standard allows solving the problems of metrological support of promising low-level laser ranging systems both in the ground and in the aerospace field, ensuring the uniformity of measurements of radiometric parameters of low-intensity laser radiation fluxes.

Keywords: standard, laser radiation, laser power, low laser power, high laser power, trap-detector, standard uncertainty

Введение. В настоящее время в России единство измерений средней мощности и энергии лазерного излучения регламентировано разработанной во ВНИИОФИ государственной поверочной схемой для средств измерений (СИ) средней мощности лазерного излучения и энергии импульсного лазерного излучения в диапазоне длин волн 0,3–12,0 мкм.

Многоступенчатая поверочная схема гарантирует поверку большинства СИ средней мощности и энергии лазерного излучения, находящихся в обращении в любом регионе страны, а также регламентирует процесс поверки СИ, работающих в среднем и низкоуровневом диапазонах мощностей лазерного излучения соответственно 10^{-3} – 10^3 Вт и 10^{-15} – 10^{-3} Вт.

Возглавляет поверочную схему ГЭТ 28-2016, который воспроизводит, хранит и передает единицу мощности лазерного излучения вторичным эталонам. ГЭТ 28-2016

имеет широкий диапазон мощности лазерного излучения 10^{-9} –2,0 Вт и позволяет воспроизводить и передавать единицу средней мощности в двух поддиапазонах $5 \cdot 10^{-3}$ –2 Вт [1] и 10^{-9} – $5 \cdot 10^{-3}$ Вт.

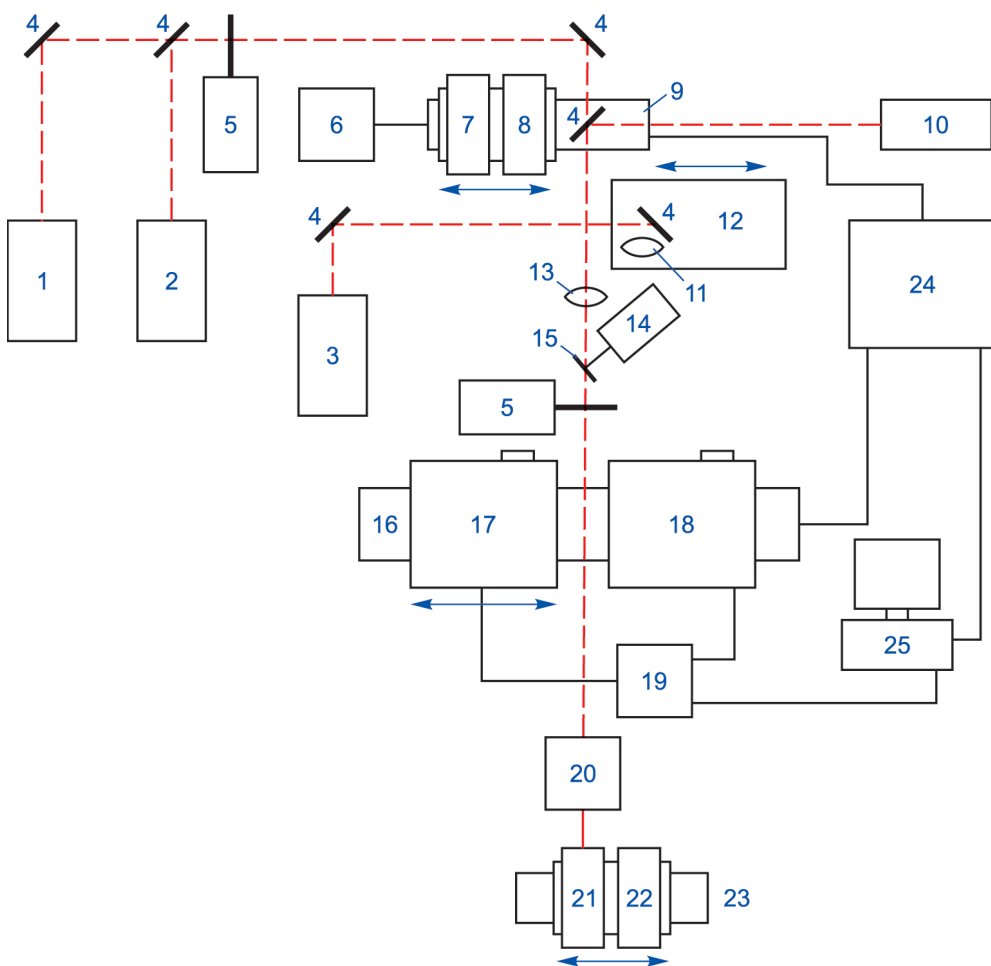


Рис. 1. Структурная схема ГЭТ 28-2016:

1 – лазер Verdi V8 (длина волны 0,532 мкм); 2 – лазер Compass 1064 – 4000 (1,064 мкм); 3 – лазер GEM SELECT 50 (10,6 мкм); 4 – поворотное зеркало; 5 – затвор-шторка; 6 – блоки питания полупроводниковых лазеров; 7, 8 – полупроводниковые лазеры соответственно EMS-1060-50 (1,053 мкм), EMHO-910-3CS (0,912 мкм); 9 – высокоточная подвижка LTM60-150; 10 – газовый лазер Thorlabs HRS015 Stabilized He-Ne (0,632 мкм); 11, 13 – фокусирующие линзы соответственно из AsGa и BaF₂; 12 – подвижка для ввода в оптическую схему длины волны 10,6 мкм; 14 – приёмник-свидетель; 15 – плоскопараллельная пластина; 16 – высокоточная подвижка LINES 170-600; 17 – эталонный первичный измерительный преобразователь; 18 – поверяемое СИ в диапазоне от $5 \cdot 10^{-3}$ до 2 Вт; 19 – блок управления и коммутации; 20 – ослабитель из нейтральных светофильтров; 21 – фотоэлектрический трап-детектор с трансимпедансным усилителем; 22 – поверяемое СИ в диапазоне от 10^{-9} до $5 \cdot 10^{-3}$ Вт; 23 – высокоточная подвижка Standa 8MT175-200; 24 – контроллер PS90; 25 – персональный компьютер

Fig. 1. Block diagram of GET 28-2016:

1 – laser Verdi V8 (wavelength 0,532 μm); 2 – laser Compass 1064 – 4000 (wavelength 1,064 μm); 3 – laser GEM SELECT 50 (wavelength 10,6 μm); 4 – swivel mirror; 5 – shutter; 6 – laser power supplies; 7 – laser EMS-1060-50 (wavelength 1,053 μm); 8 – laser EMHO-910-3CS (wavelength 0,912 μm); 9 – high-precision movement LTM60-150; 10 – laser Thorlabs HRS015 Stabilized He-Ne (wavelength 0,632 μm); 11 – focusing lens AsGa; 12 – high-precision movement for 10,6 μm ; 13 – focusing lens BaF₂; 14 – monitor-detector; 15 – plane-parallel plate; 16 – high-precision movement LINES 170-600; 17 – standard; 18 – verified detector; 19 – control unit; 20 – ND attenuator; 21 – trap-detector; 22 – verified detector; 23 – high-precision movement Standa 8MT175-200; 24 controller PS90; 25 – computer

ГЭТ 28-2016 работает практически полностью в автоматическом режиме и имеет широкие функциональные возможности, в частности автоматическую перестройку оптического тракта для работы с шестью длинами волн: 0,532; 0,632; 0,912; 1,053; 1,064; 10,6 мкм. Перестройка длин волн происходит с помощью прецизионных автоматических подвижек.

Принцип действия ГЭТ 28-2016 в диапазоне мощности 10^{-9} – $5 \cdot 10^{-3}$ Вт.

В качестве эталонного измерительного преобразователя в диапазоне мощности 10^{-9} – $5 \cdot 10^{-3}$ Вт в ГЭТ 28-2016 вместо привычных прецизионных, но инерционных тепловых приёмников, используется быстродействующий фотоэлектрический трап-детектор модели HH03-S1337.

На рис. 1 изображена структурная схема ГЭТ 28-2016 с использованием последовательного способа передачи единицы средней мощности лазерного излучения [2]. Пунктиром обозначены основные направления распространения излучения.

Измерения средней мощности лазерного излучения в диапазоне 10^{-9} – $5 \cdot 10^{-3}$ Вт осуществляется на длинах волн 0,532; 0,632 мкм (см. рис. 1, лазеры 1, 10). По алгоритму управляющей программы задаётся требуемая длина волны. При этом подвижка 9 обеспечивает беспрепятственное прохождение излучения в направлении измерительных преобразователей. На следующем шаге выбирается диапазон измеряемой мощности. При этом подвижка 12 автоматически устанавливается в положение, при котором излучение напрямую распространяется в направлении ослабителя 20. Одновременно в ослабителе мощности автоматически подбирается соответствующий коэффициент ослабления излучения в результате смены светофильтров. Затем устанавливается либо

эталонный измерительный преобразователь (трап-детектор), либо поверяемое СИ 21, 22, открывается затвор-шторка 5 и измеряется средняя мощность лазерного излучения. Сигналы с измерительного преобразователя поступают на вход мультиметра Keithley 2002, далее по GPIB-интерфейсу – на вход персонального компьютера для дальнейшей обработки. После измерения мощности лазерного излучения с помощью трап-детектора на его место помещается измерительный преобразователь, которому передаётся единица мощности. Лазерный пучок фокусируется в центр приёмного элемента.

Измерения сигналов при подаче лазерного излучения как с трап-детектора с трансимпедансным усилителем, так и с поверяемого СИ, производятся в автоматическом режиме с помощью персонального компьютера и управляющей программы.

В процессе воспроизведения единицы средней мощности лазерного излучения по сигналам трап-детектора измеряется мощность лазерного излучения $P_{э. опт}$ из соотношения

$$P_{э. опт} = J/s, \quad (1)$$

где J – фототок; s – абсолютная спектральная чувствительность трап-детектора.

Оптическая мощность $P_{СИ опт}$ на входе поверяемого СИ рассчитывается из соотношения

$$P_{СИ опт} = P_{э. опт} s_{ПС-СИ}/s_{ПС-э}, \quad (2)$$

где $s_{ПС-СИ}$ – показания приёмника-свидетеля 8 (см. рис. 1) в момент передачи единицы средней мощности поверяемому СИ; $s_{ПС-э}$ – показания приёмника-свидетеля в момент воспроизведения единицы средней мощности на эталонном трап-детекторе.

Значения входящих в соотношения (1), (2) величин определяются в результате обработки большого количества информативных данных с использованием в схеме эталонной установки контрольного канала 14 (см. рис. 1) для относительных измерений нестабильности мощности излучения лазера.

Функциональная схема используемого трёхэлементного фотоэлектрического трап-детектора представлена на рис. 2. Три фотодиода, входящие в состав трап-детектора, расположены таким образом, что на фотодиоды ФД1, ФД2 лазерное излучение падает под углом 45° , а на фотодиод ФД3 – нормально его поверхности. Прежде чем покинуть устройство излучение отражается от пяти поверхностей. С целью устранения влияния поляризации излучения плоскости отражения на фотодиодах ФД1, ФД2 повернуты относительно друг друга на 90° и ТМ-мода (магнитная) детектора ФД1 является ТЕ-модой (электрическая) для ФД2. В результате почти всё падающее излучение поглощается фотодиодами.

Метрологические характеристики ГЭТ 28-2016 в диапазоне 10^{-9} – $5 \cdot 10^{-3}$ Вт. В ходе исследований метрологических характеристик ГЭТ 28-2016 была проведена калибровка трап-детектора на длинах волн 0,532; 0,632 мкм по абсолютной спектральной чувствительности s к потоку излучения с помощью Государственного первичного эталона единиц величин абсолютной и относительной спектральной чувствительности в диапазоне длин волн от 0,25 до 14,00 мкм ГЭТ 213-2014. В результате калибровки получены следующие значения спектральной чувствительности: 0,4269 А/Вт с суммарной стандартной неопределённостью 0,018 % на длине волны 0,532 мкм при уровне мощности 311 мкВт; 0,5082 А/Вт с суммарной стандартной неопределённостью 0,02 % на длине волны 0,632 мкм при уровне мощности 118 мкВт.

При исследовании метрологических характеристик фотоэлектрического трап-детектора измерены его линейность и зонная характеристика. Линейность измеряли методом ослабления света в диапазоне 10^{-9} – $5 \cdot 10^{-3}$ мВт. Установлено, что квантовая эффективность трап-детектора во всём исследованном диапазоне практически неизменна и близка к единице, линейность составила 0,35 %.

Значения неопределённостей рассчитаны в соответствии с ГОСТ Р 54500.1-2011 «Неопределённость измерения. Часть 1. Введение в руководства по неопределённости

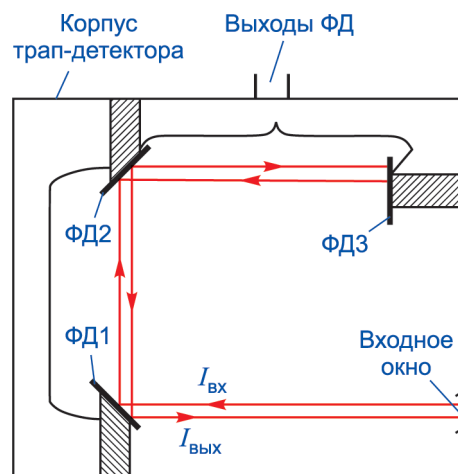


Рис. 2. Функциональная схема трап-детектора:
 $I_{вх}$, $I_{вых}$ – интенсивности входящего и выходящего оптического излучения; ФД1, ФД2, ФД3 – фотодиоды

Fig. 2. Functional diagram of the trap detector:
 I_{in} , I_{out} – intensity of incoming and outgoing optical radiation; ФД1, ФД2, ФД3 – photodiodes

Сравнение точности эталонов единицы средней мощности лазерного излучения в различных диапазонах в метрологических институтах России и Германии

Метрологическая характеристика	ВНИИОФИ		РТВ	
	$5 \cdot 10^{-3}$ –2 Вт	10^{-9} – $5 \cdot 10^{-3}$ Вт	$5 \cdot 10^{-3}$ –10 Вт	10^{-5} – 10^{-2} Вт
Длина волны лазерного излучения, мкм	0,532; 0,912; 1,053; 1,064; 10,6	0,532; 0,632	0,337–1,064; 10,6	0,6328
u_c , %	0,1	0,36	0,1	0,02

измерения» и ГОСТ Р 54500.3-2011 «Неопределённость измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределённости измерения». В результате исследований в диапазоне 10^{-9} – $5 \cdot 10^{-3}$ Вт на ГЭТ 28-2016 получена суммарная стандартная неопределённость измерений u_c средней мощности 0,36 %.

Сопоставление ГЭТ 28-2016 с зарубежными аналогами.

В таблице приведены сравнительные характеристики по точности ГЭТ 28-2016 (ВНИИОФИ, Россия) и национальных эталонов единицы средней мощности лазерного излучения РТВ (Германия) [3].

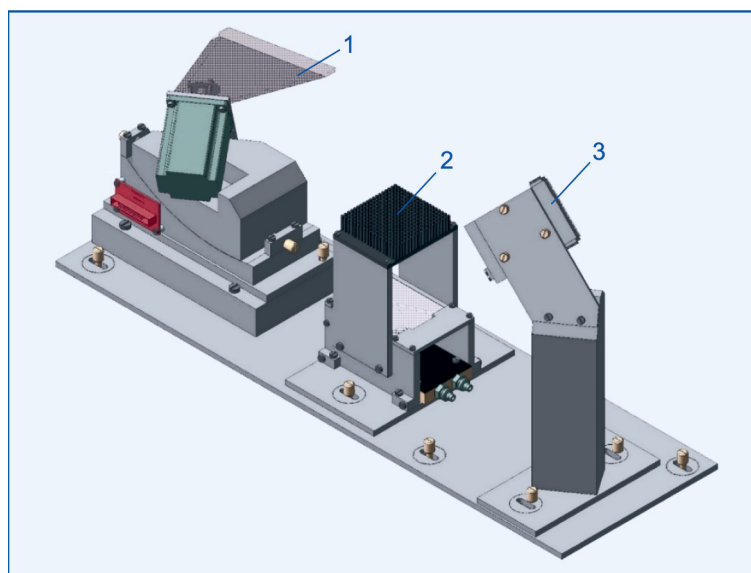
Пути совершенствования ГЭТ 28-2016. В рамках дальнейшей модернизации ГЭТ 28-2016, запланированной на период с 2018–2021 гг., в целях расширения диапазона воспроизведения и передачи единицы мощности лазерного до 10 кВт будет реализован метод измерений средней мощности лазерного излучения с использованием калиброванных ослабителей мощности лазерного излучения, лазера на длине волны 1,07 мкм с выходной мощностью до 10 кВт и эталонного измерительного преобразователя, работающего в диапазоне 0,05–2 Вт. Рассмотрим модель и теоретические характеристики измерительного светоделиителя, с помощью которого в оптическом тракте ГЭТ 28-2016 образуются два измерительных канала: первый канал позволяет ослабить мощность лазерного излучения с коэффициентом ослабления примерно 10^3 ; второй канал используется для установки поверяемого средства измерений (в этот канал лазерное излучение поступает практически без ослабления). Использование рассматриваемого измерительного светоделиителя позволяет установить прослеживаемость к средним уровням лазерного излучения ГЭТ 28-2016.

Измерительный светоделиитель рассчитан на работу с оптоволоконным лазером на длине волны 1,07 мкм с выходной мощностью в диапазоне от единиц до десятков киловатт (Иттербиевые непрерывные лазерные системы: [сайт]. URL: <https://www.ipgphotonics.com/ru/products/lasers/nepreryvnye-lazery-vysokoy-moshchnosti/1-mikron/yls-1120-kvt>). Для изготовления силовой оптики, к которой относится рассматриваемый измерительный светоделиитель, широко применяют различные марки высокочистого кварцевого стекла с предельно низким содержанием гидроксильных групп, бесцветного, высшей категории по содержанию пузырей и включений, с высокой радиационно-оптической стойкостью и высоким пропусканием в видимом и ближнем инфракрасном диапазонах спектра. В работах [4], [5] представлены положительные результаты экспериментальных исследований воздействия мощного лазерного излучения на оптические элементы, изготовленные из высокочистого кварцевого стекла и искусственного кристаллического кварца.

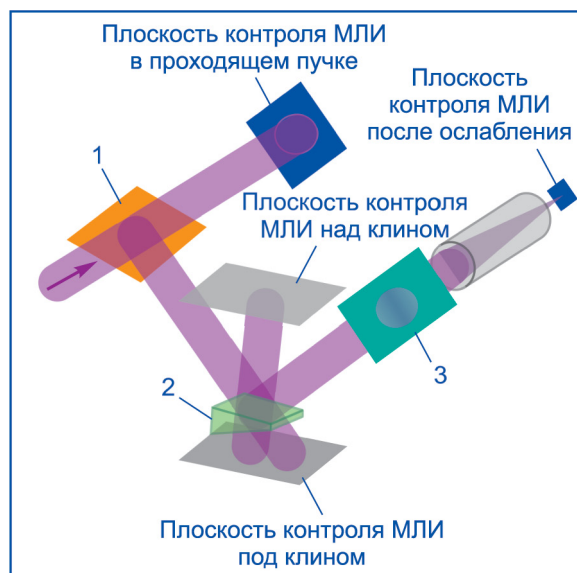
Расчёт теоретических характеристик светоделиителя сделан в программе Zemax для кварцевого стекла марки Suprasil (Fused Silica for Applications in the Near Infrared (NIR): [электронный документ]. URL: https://www.heraeus.com/media/media/hca/doc_hca/products_and_solutions_8/optics/Fused_Silica_for_Applications_in_the_NIR_EN.pdf).

Измерительный светоделиитель состоит из трёх узлов: отражающего модулятора, ослабляющего клина и поворотного зеркала. Внешний вид светоделиителя и ход лучей в нём представлены на рис. 3.

Отражающий модулятор предназначен для формирования двух измерительных каналов:



а



б

Рис. 3. Общий вид измерительного светоделиителя (а) и ход лучей в нём (б):

1 – отражающий модулятор; 2 – ослабляющий клин; 3 – поворотное зеркало; МЛИ – мощность лазерного излучения

Fig. 3. General view of the measuring beam splitter (a) and beam path of the rays in it (b):

1 – reflective modulator; 2 – weakening wedge; 3 – mirror swivel

проходящее сквозь кварцевое окно модулятора лазерное излучение практически без ослабления попадает в плоскость контроля мощности лазерного излучения в проходящем пучке, где устанавливается СИ лазерного излучения;

отражённое от лопасти модулятора ослабленное лазерное излучение попадает на ослабляющий клин.

Основным элементом отражающего модулятора является лопасть, которая изготовлена в виде сектора из кварцевого стекла. В данной конструкции две отражающие плоскости отражающего модулятора и ослабляющего клина расположены так, чтобы результирующий коэффициент ослабления не зависел от типа поляризации падающего излучения. Поляризационная независимость коэффициента ослабления служит основой для создания калиброванного ослабителя мощности лазерного излучения больших уровней [6]. При отражении от рабочей грани отражающего модулятора и далее от ослабляющего

клина плоскость падения поворачивается на 90° (см. рис. 3).

Ослабляющий клин изготовлен из кварцевого стекла в виде призмы с углом при вершине 15° и имеет габаритные размеры 68×80 мм, что гарантирует возможность работы с пучком излучения до 50 мм. Клин в паре с отражающим модулятором создаёт конфигурацию поляризационно нечувствительного ослабителя с коэффициентом ослабления порядка 10^3 .

При подаче излучения отражающий модулятор и ослабляющий клин находятся в достаточно жёстких тепловых условиях, на клине рассеивается оптическая мощность порядка 80 Вт. Рассеянное вверх излучение поглощается чёрненным радиатором, расположенным в плоскости контроля мощности лазерного излучения над клином, а прошедшее сквозь клин излучение поглощается охлаждаемым теплообменником в плоскости контроля мощности лазерного излучения под клином.

Для анализа уровня мощности лазерного излучения, проходящего и отражённого от всех элементов измерительного светоделиителя, были заданы следующие начальные параметры системы: мощность излучения 1000 Вт,

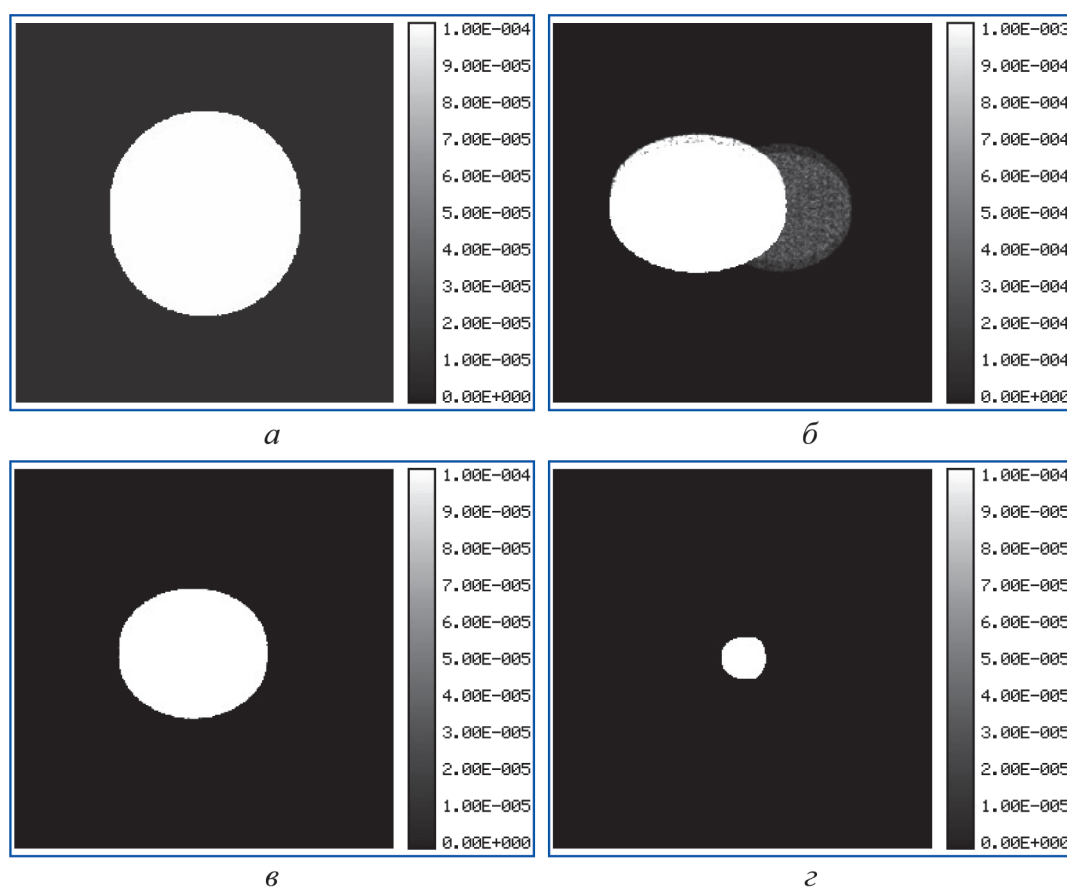


Рис. 4. Мощность лазерного излучения, регистрируемая смоделированными детекторами:

а – в плоскости контроля мощности в проходящем пучке (919,21 Вт); *б, в* – в плоскостях контроля мощности соответственно под клином (77,55 Вт) и над клином (2,1878 Вт); *г* – в плоскости контроля мощности после ослабления, находящейся после фокусирующей линзы на выходе из измерительного светоделиителя (0,8532 Вт)

Fig. 4. Measuring laser radiation by detectors: *a* – in the plane of power control in the transmitted beam – 919,21 W; *b, c* – at the power control planes, under the wedge (77,55 W); above the wedge (2,1878 W); *d* – at the power control plane after attenuation, located after the focusing lens at the exit from the measuring beam splitter (0,8532 W)

произвольная поляризация и длина волны излучения 1,07 мкм. В системе также учитываются все переотражённые лучи, минимальный уровень мощности которых 50 мВт. На рис. 4 показан результат анализа данных по уровню мощности лазерного излучения в каждой из контрольных плоскостей, отмеченных на рис. 3.

В проходящем пучке мощность лазерного излучения составила 919,47 Вт (91,95 % подаваемой мощности). Под клином рассеивается и поглощается охлаждаемым теплообменником 77,30 Вт (7,73 % мощности). Над клином рассеивается и поглощается чёрненным радиатором 2,18 Вт (0,22 %). В приёмный элемент, расположенный в плоскости контроля мощности лазерного излучения после ослабления, попадает 0,85 Вт (0,09 %).

При моделировании различных типов поляризации исходного излучения (линейная, круговая, эллиптическая, произвольная) эталонный измерительный преобразователь в плоскости контроля мощности лазерного излучения после ослабления регистрировал мощность лазерного излучения

в диапазоне 0,8408–0,8675 Вт. Среднее значение мощности при произвольной поляризации составило 0,8532 Вт.

Отношение уровней мощностей в двух измерительных каналах составляет 1082 ($\sim 10^3$). Таким образом, светоделитель позволяет получить на выходе первого канала поляризационно-независимое излучение с коэффициентом ослабления 10^3 . В итоге рассмотренный измерительный светоделитель в совокупности с лазером, работающим на длине волны 1,07 мкм с выходной мощностью до 10 кВт, позволит расширить диапазон ГЭТ 28-2016 в область киловаттных уровней мощности.

Заключение. ГЭТ 28-2016 обеспечивает воспроизведение и передачу единицы средней мощности лазерного излучения в диапазоне средней мощности 10^{-9} –2 Вт с помощью вторичных и рабочих эталонов в диапазоне длин волн 0,3–12 мкм рабочим СИ, применяемым в народном хозяйстве России с целью обеспечения единства измерений в стране. По точностным характеристикам ГЭТ 28-2016 находится на уровне национальных эталонов единицы средней мощности лазерного излучения ведущих метрологических институтов.

Единица средней мощности лазерного излучения воспроизводится с суммарной стандартной неопределённостью 0,1 % в диапазоне $5 \cdot 10^{-3}$ –2 Вт и 0,36 % в диапазоне 10^{-9} – $5 \cdot 10^{-3}$ Вт.

В ходе дальнейшей модернизации ГЭТ 28-2016 и расширения диапазона мощности лазерного излучения в область киловаттных значений в состав эталона планируется введение калиброванного измерительного светоделителя в совокупности с волоконным лазером на длине волны 1,07 мкм с выходной мощностью до 10 кВт.

Работа выполнена с использованием оборудования Центра коллективного пользования высокоточными измерительными технологиями в области фотоники (скр. vniiiofi.ru), созданного на базе ФГУП «ВНИИОФИ» при поддержке Минобрнауки России в рамках выполнения соглашения № 05.595.21.0005 (уникальный идентификатор RFMEFI59519X0005).

Список литературы

1. Ковалев А. А., Либерман А. А., Микрюков А. С., Москалюк С. А., Улановский М. В. Государственный первичный эталон единицы средней мощности лазерного излучения ГЭТ 28-2013 // Измерительная техника. 2015. № 11. С. 11–15.
2. Иванов В. С., Золотаревский Ю. М., Котюк А. Ф., Либерман А. А., Саприцкий В. И., Столяревская Р. И.,

Улановский М. В., Чупраков В. Ф. Основы оптической радиометрии. М.: Физмалит, 2003. 419 с.

3. Moskalyuk S. A., Liberman A. A., Kück S., Brandt F., *Metrologia*, 2012, vol. 49(1A):02001.

<https://doi.org/10.1088/0026-1394/49/1A/02001>

4. Носов П. А., Ширанков А. Ф., Третьяков Р. С., Григорьянц А. Г., Ставертий А. Я. Нагрев оптических элементов из высокочистых кварцевых стекол излучением мощных волоконных лазеров // Изв. вузов. Приборостроение. 2016. Т. 59. № 12. С. 1028–1033.

<https://doi.org/10.17586/0021-3454-2016-59-12-1028-1033>

5. Власова К. В., Коновалов А. Н., Макаров А. И., Андреев Н. Ф., Кожеватов И. Е., Силин Д. Е. Синтетический кристаллический кварц как оптический материал для силовой оптики // Известия вузов. Радиофизика. 2019. Т. 62. Вып. 6, С. 490–498.

6. Ковалев А. А., Микрюков А. С., Москалюк С. А., Янкевич Е. Б. Калиброванный френелевский ступенчатый ослабитель мощности лазерного излучения // Измерительная техника. 2012. № 2. С. 17–21.

References

1. Kovalev A. A., Liberman A. A., Mikryukov A. S., Moskalyuk S. A., and Ulanovskii M. V., *Measurement Techniques*, 2016, vol. 58, no. 11, pp. 1195–1199.

<https://doi.org/10.1007/s11018-016-0868-6>

2. Ivanov V. S., Zolotarevsky Yu. M., Kotyuk A. F., Liberman A. A., Sapritsky V. I., Stolyarevskaya R. I., Ulanovsky M. V., Chuprakov V. F., *Fundamentals of Optical Radiometry*, Moscow, Fizmalit Publ., 2003, 419 p. (in Russian).

3. Moskalyuk S. A., Liberman A. A., Kück S., Brandt F., *Metrologia*, 2012, vol. 49(1A):02001.

<https://doi.org/10.1088/0026-1394/49/1A/02001>

4. Nosov P. A., Shirankov A. F., Tret'yakov R. S., Grigoryants A. G., Stavertiy A. Ya., *Izv. vuzov. Priborostroenie*, 2016, vol. 59, no. 12, pp. 1028–1033 (in Russian).

<https://doi.org/10.17586/0021-3454-2016-59-12-1028-1033>

5. Vlasova K. V., Konovalov A. N., Makarov A. I. et al., *Radiophysics and Quantum Electronics*, 2019, vol. 62, no. 6, pp. 439–446. <https://doi.org/10.1007/s11141-019-09989-4>

6. Kovalev A. A., Mikryukov A. S., Moskalyuk S. A., Yankevich E. B., *Measurement Techniques*, 2012, vol. 55, pp. 130–136. <https://doi.org/10.1007/s11018-012-9929-7>

Статья поступила в редакцию 26.08.2020;
принята к публикации 26.09.2020.

Квантовый эффект Холла и постоянная Клитцинга

Сергей Георгиевич Семенчинский

Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы, Москва, Россия, semench-vm@vniims.ru

Аннотация. Рассмотрена актуальная проблема в области электрических измерений в связи с принятыми 26-й Генеральной конференцией по мерам и весам в ноябре 2018 г. (Франция, Версаль) новыми определениями единиц физических величин системы СИ, а именно воспроизведение ома на основе квантового эффекта Холла. Объяснены причины введения в 1988 г. независимой от международной системы единиц константы Клитцинга и её отмены в 2018 г. Изложены физические основы эффекта. Проанализированы основные косвенные и прямые эксперименты, приведшие к созданию эталона ома на основе квантового эффекта Холла, в том числе проведённые во ВНИИМС в 1982–1986 гг. На примере этих экспериментов показана идентичность значений квантованного сопротивления для образцов, изготовленных на основе инверсионных слоёв в кремнии, арсениде галлия и в образцах принципиально нового вещества графена. Приведены результаты по использованию графена для создания эталонов на основе квантового эффекта Холла для различных отраслей промышленности и науки на базе новейших достижений в его изготовлении.

Ключевые слова: квантовый эффект Холла, заряд электрона, постоянная Планка, постоянная Клитцинга, графен

Для цитирования: Семенчинский С. Г. Квантовый эффект Холла и постоянная Клитцинга // Измерительная техника. 2021. № 1. С. 9–13. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-1-9-13>

Quantum Hall effect and von Klitzing constant

Sergey G. Semenchinskiy

Russian Research Institute for Metrological Service, Moscow, Russia, semench-vm@vniims.ru

Abstract. The current problem in the field of electrical measurements is considered in connection with the new definitions of SI units of physical quantities adopted by the 26th General Conference on Weights and Measures in November 2018 (France, Versailles), namely, the reproduction of an ohm based on the quantum Hall effect. The reasons for the introduction in 1988 of the Klitzing constant independent of the international system of units and its cancellation in 2018 are explained. The physical foundations of the quantum Hall effect are outlined. The main indirect and direct experiments that led to the creation of an ohm standard based on the quantum Hall effect, including those carried out at VNIIMS in 1982–1986, are analyzed. Using the example of these experiments, the identity of the values of the quantized resistance for samples prepared on the basis of inversion layers in silicon, gallium arsenide and in samples of a fundamentally new substance graphene is shown. Results on the use of graphene to create standards based on the quantum Hall effect for various industries and science based on the latest advances in its production are presented.

Keywords: Quantum Hall effect, electron charge, Planck's constant, Klitzing's constant, graphene

В 1980 г. К. фон Клитцинг открыл квантовый эффект Холла (КЭХ). За прошедшие 38 лет в исследования КЭХ был пройден путь от первого наблюдения эффекта до утверждения новой версии Международной системы единиц (СИ), что стало возможным благодаря открытию КЭХ.

16 ноября 2018 г. на историческом заседании Генеральной конференции по мерам и весам (ГКМВ) лауреат Нобелевской премии, директор немецкого института Макса Планка Клаус фон Клитцинг в конце своей презентации [1] заявил, что «рад тому, что принята новая версия Международной системы единиц (СИ), основанная на фундаментальных физических константах, но ему грустно, что константа, названная в его честь [2], умерла». Что скрывалось за этими словами?

Открытие Клаусом фон Клитцингом КЭХ в 1980 г. [3] ознаменовало новую эпоху в электрических измерениях. Измерения электрического сопротивления обрели естественный репер подобно реперу электрического напряжения на эффекте Джозефсона. В распоряжении национальных метрологических институтов появилась возможность построения стабильной системы электрических измерений, в основе которой лежали два упомянутых эффекта. К 1988 г. с помощью измерений свойств образцов от разных производителей в различных лабораториях была установлена воспроизводимость квантованных значений холловского сопротивления на образцах на основе GaAs в пределах относительной неопределённости измерений в несколько

единиц девятого знака. В пределах этой неопределённости результаты измерений на образцах гетероструктур в независимых лабораториях совпадали.

В 1988 г. Международный комитет мер и весов (МКМВ) рекомендовал всем национальным метрологическим институтам воспроизводить ом на основании КЭХ, используя для воспроизводимого значения сопротивления кратные доли принятого за точное значение $R_K = 25812,807 \text{ Ом}$, которое и получило название константы Клитцинга. Одновременно была введена постоянная Джозефсона K_J , которой также предписывалось точное значение для определения вольта. Значения этих постоянных были определены на основе имеющихся в то время сведений и имели погрешность в несколько единиц седьмого знака после запятой, однако стабильность их воспроизведения была на два порядка выше. Об истории, предшествующей этому, см., например, [4].

Введение новых постоянных, которые должны были лечь в основу электрических измерений, означало, что фактически эти измерения выводились из системы СИ, так как были основаны на независимых от СИ определениях. Но одновременно с этим МКМВ призвал мировое научное сообщество работать над прямыми доказательствами универсальности новых констант и уточнения их значений в системе СИ.

К 1988 г. КЭХ наблюдался во многих инверсионных слоях в полупроводниках, однако необходимая для метрологических применений высокая точность измерений в то время достигалась лишь на образцах инверсионных слоёв в структурах на основе GaAs/AlGaAs. Напомним, что инверсионным слоем в полупроводниках называют слой у границы полупроводника, в котором знак носителей заряда противоположен знаку основных носителей в объёме полупроводника. При низкой температуре его можно рассматривать, как тонкую плёнку металла, окружённую изолятором.

Физические основы КЭХ. Для дальнейшего понимания кратко рассмотрим физическую природу КЭХ. В двумерных электронных слоях при низких температурах напряжение Холла перестаёт линейно зависеть от магнитного поля. Вместо этого на зависимости напряжения от тока вблизи точек квантования образуются плато. Уже в первой работе, посвящённой открытию КЭХ [3] К. фон Клитцинг предположил, что значения холловского сопротивления, т. е. отношения холловского напряжения к току на этих плато, равны кратным частям комбинации фундаментальных констант – постоянной Планка h и заряда электрона e :

$$R_H = h/e^2.$$

Это является следствием квантования Ландау (образования дискретных уровней энергии электронов в магнитном поле). Если рассмотреть простую двумерную систему из невзаимодействующих электронов, помещённую в перпендикулярное рассматриваемой плоскости магнитное поле с индукцией B , то движение электронов в плоскости будет квантованным. Возникнут разрешённые уровни энергии для электронов, любые прочие энергии будут недоступны.

Каждый такой уровень имеет ограниченное и точно известное количество мест для электронов на единицу площади:

$$\eta = eB/h.$$

Обозначим число заполнения уровней через $\nu = n/\eta$, где n – число носителей на единицу площади. Заполнение уровней Ландау изменяется по мере изменения магнитной индукции или количества электронов в двумерном слое. При этом особыми точками являются моменты, когда n кратно η , т. е. $\nu = N$, где N – целое. В эти моменты возникает запрещённая энергетическая зона между последним заполненным уровнем и полностью свободным. Ширина этой зоны равна расстоянию между уровнями Ландау. При температуре ниже некоторого уровня электрон не имеет достаточной энергии, чтобы перейти и занять место на свободном уровне энергии, а значит, диссипация энергии в системе невозможна.

Запишем холловское сопротивление слоя при $\nu = N$:

$$R_H = U_H/I = h/(Ne^2), \quad (1)$$

где U_H – холловское напряжение; I – ток.

Заметим, что в (1) присутствуют только фундаментальные константы h , e и нет никаких параметров среды, т. е. параметров полупроводника, в котором этот слой образован. Лишь остаточная вероятность перехода электрона на незаселённый уровень может нарушить это равенство.

Остаётся понять, откуда берутся плато. Все рассуждения выше касаются только идеального двумерного слоя, в котором энергия электрона на уровне Ландау одинакова для всех его точек. Однако в реальных двумерных слоях всегда есть примеси, нарушения кристаллического порядка и другие неидеальности. В результате энергии электронов, принадлежащих одному уровню Ландау в разных пространственных точках слоя оказываются неодинаковыми [5]. При заполнении уровня электроны сначала заполняют все «ямы», где энергии минимальны. Но эти ямы не связаны друг с другом, там электроны локализованы и не могут участвовать в переносе тока. Точно так же локализованными оказываются электроны на вершинах «холмов» – участков с энергиями выше средней по образцу. Ток переносится только электронами с энергиями, близкими средним. Это и объясняет экспериментально наблюдаемые плато холловского сопротивления. Плато начинается после заполнения нелокализованных уровней энергии на одном уровне Ландау, продолжается по мере заполнения «холмов» этого уровня и «ям» следующего и заканчивается, когда на следующем уровне начинается заполнение очередных нелокализованных состояний. При этом лишь диссипация энергии нелокализованных электронов путём рассеяния на незаполненные ещё состояния (или локализованного электрона в ближайшее незаполненное нелокализованное) влияет на холловское сопротивление R_H . Оно же создаёт и сопротивление R_x текущему в образце току.

Косвенные эксперименты. Связь между продольным и холловским сопротивлением образцов в режиме КЭХ

является фундаментальным свойством эффекта. Впервые эта связь исследована в Si-МОП-структурах в работе [6]. Авторами была обнаружена линейная зависимость между $\Delta_H = R_H - h/(Ne^2)$ и R_x в широком диапазоне температур и факторов заполнения.

Исследование ёмкости образца, проведённое позже этими же авторами, показало, что вблизи середины плато на зависимости ёмкости от фактора заполнения образуются аномалии, вызванные возникновением вихревых токов в образце, причём время затухания этих токов чрезвычайно велико. При температуре 0,3 К время затухания было оценено в 10^9 с [7, 8]. Если результаты работы [6] экстраполировать в область столь малой диссипации, то получим, что относительное отличие сопротивления R_H от $h/(Ne^2)$ в данном случае менее чем 10^{-15} . Аналогичный результат получен и в работе [9]. В этом случае с помощью торсионного магнитометра измерялось магнитное поле вихревых токов в гетеропереходе на основе GaAs в форме диска Корбино.

Из результатов этих экспериментов следовало, что КЭХ является макроскопическим квантовым эффектом, в котором рассеяние энергии носителей заряда ничтожно, и отличие R_H от $h/(Ne^2)$ может быть очень малым. Но это были косвенные эксперименты. Метрологам же требовалось прямое доказательство универсальности эффекта, и это имело свои основания. Ведь измерение холловского напряжения предполагает наличие измерительной цепи, включающей в себя, как минимум, контакты с образцом, которые могли бы исказить результат.

Прямые измерения. Первым прямым доказательством стали опубликованные в 1991 г. результаты сравнения значений холловского сопротивления, воспроизводимого одновременно на двух существенно разных образцах. Первый образец являлся МОП-структурой на основе кремния, а второй был выполнен на основе гетероперехода AsGa-AlAsGa (Hartland et al., [10]). Почему это было сделано так поздно, ведь именно в кремниевой МОП-структуре Клитцинг и открыл КЭХ? Дело в том, что в кремнии КЭХ точно измерять труднее, чем в арсениде галлия. Там эффект существует в более жёстких условиях, при более низких температурах и малых токах. Экспериментальная база для измерений с необходимой точностью появилась лишь в конце 1980-х гг. В работе [10] было измерено отношение холловских сопротивлений на плато $\nu=2$ образца GaAs/AlGaAs и на плато $\nu=4$ образца кремниевой МОП-структуры. В результате было установлено

$$R_{H(\nu=2; \text{GaAs})}/R_{H(\nu=4; \text{Si})} = 2(1 - 0,22 \cdot 10^{-10})$$

с относительной неопределённостью $3,5 \cdot 10^{-10}$.

Позже этот результат был улучшен в работах [11, 12] (Jeskelmann et al), где было установлено равенство $R_{H(\text{GaAs})}$ и $R_{H(\text{Si})}$ с относительной неопределённостью $2,3 \cdot 10^{-10}$.

КЭХ в графене. В 2004 г. произошло событие, открывшее новую страницу в физике двумерных систем, и, в частности, в исследованиях КЭХ. Впервые был изготовлен и исследован графен – одноатомный слой из атомов углерода,

упорядоченных в кристаллическую решётку. Первая статья с результатами исследований группы Гейма А. К. и Новосёлова К. С. [13] вышла даже немного раньше, чем их же знаменитая статья в Science об открытии графена [14]. Графен – истинный двумерный кристалл, представляющий собой отдельный слой атомов углерода, плотно упакованных в сотовую кристаллическую решётку, и этим отличающийся от инверсионных слоёв в полупроводниках. Он не является ни полупроводником, ни металлом в полном смысле этого слова. При отсутствии внешнего влияния его валентная зона полностью заполнена, а зона проводимости пуста, однако запрещённой зоны энергии у графена нет – зона проводимости и валентная зона имеют одну общую точку, так называемую точку Дирака. Для исследований КЭХ графен интересен тем, что в нём уровни Ландау не эквидистантны по энергии. При этом расстояние между первыми из них в магнитном поле 10 Тл в 5 раз превышает расстояние между уровнями Ландау в двумерных слоях гетероструктур на основе GaAs, и в 20 раз – расстояние между уровнями Ландау в Si-МОП структурах. Это делает возможным существование КЭХ в графене при значительно более высоких температурах и (или) существенно меньших магнитных полях, чем в инверсионных слоях. В 2007 г. ими же были опубликованы наблюдения КЭХ в графене, в том числе и при комнатной температуре [15].

Первая попытка точного измерения разницы в значениях R_H в режиме квантования для образца графена и инверсионного слоя в арсениде галлия была сделана в работе [16]. Авторы сравнивали значения, полученные на образце графена, с сопротивлением опорного резистора 100 Ом, точное значение которого измерялось по КЭХ в обычном AsGa/AlAsGa-образце. Было продемонстрировано совпадение значений, но неопределённость результатов измерений оказалась невелика – примерно 15 ppm. Причины – малые размеры образца, ширина которого составляла всего 1 мкм, и высокое сопротивление контактов. Из-за этого ток в образце не удавалось сделать более 1,5 мкА, что на два порядка меньше обычного тока для структур на GaAs.

В 2009 г. сразу несколькими группам удалось вырастить образцы графена большой площади. Работа [17] оказалась первой из них, и её результатом стало доказательство равенства значений R_H для графена и структуры GaAs/AlGaAs с неопределённостью $3 \cdot 10^{-9}$. Позже в работе [18] неопределённость была уменьшена до $8,7 \cdot 10^{-11}$, что уже было на грани современных экспериментальных возможностей. Наконец, группа из национальной метрологической лаборатории Франции продемонстрировала, что образцы, изготовленные из графена, превосходят традиционные структуры GaAs/AlGaAs по метрологическим возможностям [19]. Опыт авторов [19] доказывает, что экспериментальные условия, необходимые для воспроизведения КЭХ устройствами, изготовленными из высококачественного графена, выращенного методом химического осаждения из газовой фазы на карбид кремния, оказываются значительно мягче по сравнению с условиями для современных устройств GaAs/AlGaAs. В частности, сопротивление Холла в них квантуется с неопределённостью

до $1 \cdot 10^{-9}$ в относительно слабых магнитных полях (с индукцией вплоть до 3,5 Тл) при температуре до 10 К и при токе до 0,5 мА, в то время, как образцы на GaAs обычно работают при токах в десятки микроампер при температуре до 2 К и магнитной индукции более или около 10 Тл. Это говорит об огромном потенциале графена для разработки удобных и универсальных квантовых эталонов, допускающих их более широкое использование в различных отраслях промышленности и науки, а не только в национальных метрологических институтах. Кроме того, совпадение квантованного сопротивления Холла в графене и GaAs/AlGaAs с суммарной относительной неопределённостью $8,2 \cdot 10^{-11}$ подтверждает универсальность КЭХ. Это также является свидетельством связи квантованного сопротивления Холла с h и e , что имеет решающее значение для новой системы единиц СИ, которая основана на фундаментальных константах природы.

Заключение. В ноябре 2018 г. на Генеральной конференции по мерам и весам была утверждена новая редакция системы СИ, основанная на семи константах, значения которых точно известны. Среди этих констант заряд электрона и постоянная Планка. Отпала необходимость в независимых от СИ постоянных. Решение об отмене констант Джозефсона и Клитцинга, введённых 20 лет назад, содержится в решении конференции. Отношение h/e^2 в новой системе точно известно и выражается в виде бесконечной дроби:

$$h/e^2 = 25812,80745930450666004551 \rightarrow 6706087443042457273221403421... \text{ Ом}$$

Имя фон Клитцинга постоянная сохранила в честь признания заслуг учёного и открытого им удивительного эффекта – КЭХ [20].

Благодарности. Автор благодарен Л. К. Исаеву за предложение темы статьи и И. Я. Краснополюну за прочтение рукописи статьи до публикации и полезные замечания.

Список литературы

1. 16 November 2018: Historic day for metrology. URL: <https://www.bipm.org/utis/common/pdf/CGPM-2018/Presentation-CGPM26-Klitzing.pdf> (дата обращения: 02.12.2020).
2. Quinn T. J., *Metrologia*, 1989, vol. 26(1), pp. 69–74. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/26/1/006>
3. K. v. Klitzing, Dorda G., and Pepper M., *Physical Review Letters*, 1980, vol. 45, no. 6, pp. 494–497. <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.45.494>
4. Семенчинский С. Г. Об электрических единицах СИ // Законодательная и прикладная метрология. 2019. № 2 (159). С. 7–9.
5. Семенчинский С. Г., Эдельман В. С. Полевой транзистор и постоянная тонкой структуры // Природа. 1982. № 9. С. 38–41.
6. Пудалов В. М., Семенчинский С. Г. Нелинейные явления в квантовом эффекте Холла // ЖЭТФ. 1984. Т. 86. С. 1431–1445.

7. Pudalov V. M., Semenchinsky S. G., Edelman V. S., *Solid State Communications*, 1984, vol. 51, no. 9, pp. 713–717. [https://doi.org/10.1016/0038-1098\(84\)90953-0](https://doi.org/10.1016/0038-1098(84)90953-0)
8. Семенчинский С. Г. Влияние тока в канале МДП-структуры на ее заряд в условиях квантового эффекта Холла // ЖЭТФ. 1986. Т. 91. С. 1804–1814.
9. Eisenstein J. P., Stormer H. L., Narayanamurti V., Cho A. Y., Gossard A. C., Tu C. W., *Physical Review Letters*, 1985, vol. 55, no. 8, pp. 875–878. <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.55.875>
10. Hartland A., Jones K., Williams J. M., Gallagher B. L., Galloway T., *Physical Review Letters*, 1991, vol. 66, pp. 969–973. <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.66.969>
11. Jeckelmann B., Jeanneret B., *Physical Review B*, 1997, vol. 55, iss. 19, pp. 13124–13134. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.55.13124>
12. Jeckelmann B., Inglis A. D., and Jeanneret B., *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, April 1995, vol. 44, no. 2, pp. 269–272. <https://doi.org/10.1109/19.377828>
13. Novoselov K. S., Geim A. K., Dubonos S. V., Hill E. W., Grigorieva I. V., *Nature*, 2003, vol. 426, pp. 812–816. <https://doi.org/10.1038/nature02180>
14. Novoselov K. S., Geim A. K., Morozov S. V., Jiang D., Zhang Y., Dubonos S. V., Grigorieva I. V., Firsov A. A., *Science*, 2004, vol. 306, pp. 666–669. <https://doi.org/10.1126/science.1102896>
15. Novoselov K. S., Jiang Z., Zhang Y., Morozov S. V., Stormer H. L., Zeitler U., Maan J. C., Boebinger G. S., Kim P., Geim A. K., *Science*, 2007, vol. 315, iss. 5817, p. 1379. <https://doi.org/10.1126/science.1137201>
16. Giesbers A. J. M., Rietveld G., Houtzager E., Zeitler U., Yang R., Novoselov K. S., Geim A. K., Maan J. C., *Applied Physics Letters*, 2008, vol. 93, no. 22. <https://doi.org/10.1063/1.3043426>
17. Tzalenchuk A., Lara-Avila S., Kalaboukhov A., Paolillo S., Syvajarvi M., Yakimova R., Kazakova O., Janssen T. J. B. M., Fal'ko V., and Kubatkin S., *Nature Nanotechnology*, 2010, vol. 5, pp. 186–189. <https://doi.org/10.1038/nnano.2009.474>
18. Janssen T. J. B. M., Fletcher N. E., Goebel R., Williams J. M., Tzalenchuk A., Yakimova R., Lara-Avila S., Kubatkin S., Fal'ko V. I., *New Journal of Physics*, 2011, vol. 13, 093026-6. <https://doi.org/10.1088/1367-2630/13/9/093026>
19. Ribeiro-Palau R., Lafont F., Brun-Picard J., Kazazis D., Michon A., Cheynis F., Couturaud O., Consejo C., Jouault B., Poirier W., Schopfer F., *Nature Nanotechnology*, 2015, vol. 10, pp. 965–971. <https://doi.org/10.1038/nnano.2015.192>
20. NIST. Fundamental Physical Constants. Von Klitzing constant. URL: <https://physics.nist.gov/cgi-bin/cuu/Value?rk> (дата обращения: 02.12.2020).

References

1. 16 November 2018: Historic day for metrology. URL: <https://www.bipm.org/utis/common/pdf/CGPM-2018/Presentation-CGPM26-Klitzing.pdf> (дата обращения: 02.12.2020).
2. Quinn T. J., *Metrologia*, 1989, vol. 26(1), pp. 69–74. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/26/1/006>

3. K. v. Klitzing, Dorda G., and Pepper M., *Physical Review Letters*, 1980, vol. 45, no. 6, pp. 494–497.
<https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.45.494>
4. Semenchinskiy S. G., Ob elektricheskikh edinitsakh SI, *Zakonodatel'naya i prikladnaya metrologiya*, 2019, no. 2(159), pp. 7–9 (in Russian).
5. Semenchinskiy S. G., Elelman V. S., Polevoi tranzistor i postoyannaya tonkoi struktury, *Priroda*, 1982, no. 9, pp. 38–41 (in Russian).
6. Pudalov V. M., Semenchinskii S. G., *Journal of Experimental and Theoretical Physics*, 1984, vol. 59 (4), pp. 838–846.
7. Pudalov V. M., Semenchinsky S. G., Edelman V. S., *Solid State Communications*, 1984, vol. 51, no. 9, pp. 713–717.
[https://doi.org/10.1016/0038-1098\(84\)90953-0](https://doi.org/10.1016/0038-1098(84)90953-0)
8. Semenchinskii S. G., *Journal of Experimental and Theoretical Physics*, 1986, vol. 91, pp. 1068–1074.
9. Eisenstein J. P., Stormer H. L., Narayanamurti V., Cho A. Y., Gossard A. C., Tu C. W., *Physical Review Letters*, 1985, vol. 55, no. 8, pp. 875–878. <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.55.875>
10. Hartland A., Jones K., Williams J. M., Gallagher B. L., Galloway T., *Physical Review Letters*, 1991, vol. 66, pp. 969–973.
<https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.66.969>
11. Jeckelmann B., Jeanneret B., *Physical Review B*, 1997, vol. 55, iss. 19, pp. 13124–13134.
<https://doi.org/10.1103/PhysRevB.55.13124>
12. Jeckelmann B., Inglis A. D., and Jeanneret B., *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, April 1995, vol. 44, no. 2, pp. 269–272. <https://doi.org/10.1109/19.377828>
13. Novoselov K. S., Geim A. K., Dubonos S. V., Hill E. W., Grigorieva I. V., *Nature*, 2003, vol. 426, pp. 812–816.
<https://doi.org/10.1038/nature02180>
14. Novoselov K. S., Geim A. K., Morozov S. V., Jiang D., Zhang Y., Dubonos S. V., Grigorieva I. V., Firsov A. A., *Science*, 2004, vol. 306, pp. 666–669.
<https://doi.org/10.1126/science.1102896>
15. Novoselov K. S., Jiang Z., Zhang Y., Morozov S. V., Stormer H. L., Zeitler U., Maan J. C., Boebinger G. S., Kim P., Geim A. K., *Science*, 2007, vol. 315, iss. 5817, p. 1379.
<https://doi.org/10.1126/science.1137201>
16. Giesbers A. J. M., Rietveld G., Houtzager E., Zeitler U., Yang R., Novoselov K. S., Geim A. K., Maan J. C., *Applied Physics Letters*, 2008, vol. 93, no. 22.
<https://doi.org/10.1063/1.3043426>
17. Tzalenchuk A., Lara-Avila S., Kalaboukhov A., Paolillo S., Syvajarvi M., Yakimova R., Kazakova O., Janssen T. J. B. M., Fal'ko V., and Kubatkin S., *Nature Nanotechnology*, 2010, vol. 5, pp. 186–189.
<https://doi.org/10.1038/nnano.2009.474>
18. Janssen T. J. B. M., Fletcher N. E., Goebel R., Williams J. M., Tzalenchuk A., Yakimova R., Lara-Avila S., Kubatkin S., Fal'ko V. I., *New Journal of Physics*, 2011, vol. 13, 093026-6.
<https://doi.org/10.1088/1367-2630/13/9/093026>
19. Ribeiro-Palau R., Lafont F., Brun-Picard J., Kazazis D., Michon A., Cheynis F., Couturaud O., Consejo C., Jouault B., Poirier W., Schopfer F., *Nature Nanotechnology*, 2015, vol. 10, pp. 965–971. <https://doi.org/10.1038/nnano.2015.192>
20. NIST. Fundamental Physical Constants. Von Klitzing constant, available at: <https://physics.nist.gov/cgi-bin/cuu/Value?rk> (accessed: 02.12.2020).

Статья поступила в редакцию 02.07.2020;
принята к публикации 02.08.2020.

Оценивание нелинейного функционала от плотности вероятности при оптимизации непараметрических решающих функций

Александр Васильевич Лапко¹, Василий Александрович Лапко²

^{1, 2} Институт вычислительного моделирования Сибирского отделения РАН, Красноярск, Россия

^{1, 2} Сибирский государственный университет науки и технологий им. академика М. Ф. Решетнёва, Красноярск, Россия

¹lapko@icm.krasn.ru, ²valapko@yandex.ru, <http://orcid.org/0000-0001-6938-9323>

Аннотация. Предложена методика оценивания нелинейного функционала от плотности вероятности двумерной случайной величины. Методика актуальна при реализации процедур «быстрого» выбора коэффициентов размытости в задаче оптимизации ядерных оценок плотности вероятности и позволяет значительно повысить вычислительную эффективность непараметрических решающих правил. Основу предлагаемого подхода составляет анализ формулы оптимального коэффициента размытости ядерной оценки плотности вероятности. При этом коэффициент размытости ядерных функций представлен в виде произведения неопределённого параметра и средних квадратических отклонений случайных величин. Основная составляющая неопределённого параметра – нелинейный функционал от плотности вероятности, который для семейства одномерных симметричных законов распределения определяется видом плотности вероятности и не зависит от параметров плотности. Для семейства двумерных логнормальных законов распределения независимых случайных величин определены ошибки аппроксимации рассматриваемого нелинейного функционала от плотности вероятности. Исследована возможность применения предложенной методики при оценивании нелинейных функционалов от плотностей вероятностей, отличающихся от логнормальных законов распределения. Проанализировано влияние возникающих ошибок аппроксимации на средние квадратические критерии восстановления непараметрической оценки плотности вероятности двумерной случайной величины.

Ключевые слова: ядерная оценка плотности вероятности, многомерная случайная величина, быстрый выбор коэффициентов размытости, коэффициент контрэксцесса, коэффициент асимметрии, выборки большого объёма, логнормальный закон распределения

Для цитирования: Лапко А. В., Лапко В. А. Оценивание нелинейного функционала от плотности вероятности при оптимизации непараметрических решающих функций // Измерительная техника. 2021. № 1. С. 14–20. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-1-14-20>

Estimation of a nonlinear functional from the probability density when optimizing nonparametric decision functions

Aleksandr V. Lapko¹, Vasilii A. Lapko²

^{1, 2} Institute of Computational Modeling, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences (ICM SB RAS), Krasnoyarsk, Russia

^{1, 2} Reshetnev Siberian State University of Science and Technology, Krasnoyarsk, Russia

¹lapko@icm.krasn.ru, ²valapko@yandex.ru, <http://orcid.org/0000-0001-6938-9323>

Abstract. A method for estimating the nonlinear functional of the probability density of a two-dimensional random variable is proposed. It is relevant when implementing procedures for fast bandwidths selection in the problem of optimization of kernel probability density estimates. The solution of this problem allows to significantly improve the computational efficiency of nonparametric decision rules. The basis of the proposed approach is the analysis of the formula for the optimal bandwidth of the kernel probability density estimation. In this case, the bandwidth of kernel functions is represented as the product of an indeterminate parameter and the average square deviations of random variables. The main component of an undefined parameter is a nonlinear functional of the probability density. The considered functional is determined by the type of probability density and does not depend on the density parameters. For a family of two-dimensional lognormal laws of distribution of independent random variables, the approximation errors of the considered nonlinear functional from the probability density are determined. The possibility of applying the proposed methodology when evaluating nonlinear functionals of probability densities that differ from the lognormal distribution laws is investigated. An analysis is made of the effect of the resulting approximation errors on the root-mean-square criteria for restoring a non-parametric estimate of the probability density of a two-dimensional random variable.

Keywords: kernel probability density estimation, multidimensional random variable, fast bandwidths selection, antikurtosis coefficient, skewness coefficient, large sampling, lognormal distribution law

Введение. Непараметрические оценки $\bar{p}(x_1, \dots, x_k)$ плотности вероятности типа Розенблатта-Парзена используются при синтезе алгоритмов обработки информации в условиях априорной неопределённости о виде решающих функций в задачах автоматической классификации, распознавания образов и восстановления стохастических зависимостей [1–3]. Аппроксимационные свойства рассматриваемых плотностей вероятностей зависят от выбора коэффициентов с размытости ядерных функций. Традиционная оптимизация непараметрической оценки плотности вероятности многомерной случайной величины $x = (x_1, \dots, x_k)$ предполагает выбор значений $c = (c_1, \dots, c_k)$ из условия минимума критерия [4–7]:

$$W(c) = \int \dots \int \bar{p}^2(x_1, \dots, x_k) dx_1 \dots dx_k - \frac{2}{n} \sum_{j=1}^n \bar{p}(x_1^j, \dots, x_k^j),$$

где n – объём исходных статистических данных $V = (x_1^j, \dots, x_k^j, i = \overline{1, n})$.

При увеличении объёма n выборки V , например при обработке данных дистанционного зондирования, реализация традиционной методики требует значительных временных затрат. Поэтому необходимо разрабатывать новые методики, обеспечивающих значительное повышение вычислительной эффективности процедур выбора коэффициентов размытости ядерных функций в непараметрической оценке плотности вероятности.

Впервые решение данной проблемы было предложено в работах [8–12], основанных на результатах анализа асимптотических свойств многомерной непараметрической оценки плотности вероятности в предположении равенства

$$c_v = c \sigma_v,$$

где σ_v – среднее квадратическое отклонение (СКО) случайной величины $x_v, v = \overline{1, k}$.

В частности, при оценивании многомерной плотности вероятности по выборке случайных величин с нормальными законами распределения и использовании гауссовой ядерной функции предложена «быстрая» процедура выбора коэффициентов размытости [8]:

$$\bar{c}_v^* = (4/(k+2))^{1/(k+4)} \bar{\sigma}_v n^{-1/(k+4)},$$

где $\bar{\sigma}_v$ – статистическая оценка СКО σ_v случайной величины $x_v, v = \overline{1, k}$.

Полученные алгоритмы «быстрой» оптимизации были развиты в работах [13–17]. Установлен нелинейный функционал от плотности вероятности в формуле оптимального коэффициента размытости $c_v^*, v = \overline{1, k}$, который для семейства одномодальных симметричных плотностей вероятностей определяется только их видом и не зависит от параметров $p(x_1, \dots, x_k)$. На этом утверждении с использованием информации тестового семейства плотностей вероятностей и методов коллективного оценивания обоснована методика «быстрой» оптимизации непараметрической оценки плотности вероятности.

В настоящей работе предложена эффективная методика оценивания нелинейного функционала от плотности вероятности в формуле оптимального коэффициента размытости ядерных функций по значениям коэффициентов контрэксцесса и асимметрии составляющих многомерной случайной величины.

Формула оптимального коэффициента размытости в непараметрической оценке плотности вероятности. Рассмотрим непараметрическую оценку плотности вероятности $p(x_1, \dots, x_k)$ многомерной случайной величины, которая восстанавливается по выборке $V = (x_1^j, \dots, x_k^j, i = \overline{1, n})$ статистически независимых наблюдений $x = (x_1, \dots, x_k)$ объёма n :

$$\bar{p}(x_1, \dots, x_k) = \left(n \prod_{v=1}^k c \sigma_v \right)^{-1} \sum_{i=1}^n \prod_{v=1}^k \Phi \left(\frac{x_v - x_v^i}{c \sigma_v} \right). \quad (1)$$

Ядерные функции $\Phi(u_v), v = \overline{1, k}$, в статистике (1) удовлетворяют следующим условиям:

$$\Phi(u_v) = \Phi(-u_v); \quad 0 \leq \Phi(u_v) < \infty;$$

$$\int \Phi(u_v) du_v = 1; \quad \int u_v^2 \Phi(u_v) du_v = 1;$$

$$\int u_v^m \Phi(u_v) du_v < \infty; \quad 0 \leq m < \infty.$$

Здесь и далее бесконечные пределы интегрирования опускаем. Последовательности коэффициентов размытости ядерных функций $c_v(n) = c(n) \sigma_v \rightarrow 0$, значения $n \prod_{v=1}^k c_v(n) \rightarrow \infty$ при $n \rightarrow \infty$.

Асимптотическое выражение СКО оценки $\bar{p}(x_1, \dots, x_k)$ от восстанавливаемой плотности вероятности $p(x_1, \dots, x_k)$ имеет вид [14]:

$$W(c) = M \int \dots \int (\bar{p}(x_1, \dots, x_k) - p(x_1, \dots, x_k))^2 dx_1 \dots dx_k \sim (nc^k)^{-1} \prod_{v=1}^k (\sigma_v^{-1} \|\Phi(u_v)\|^2) + \frac{c^4}{4} B; \quad (2)$$

$$B = \int \dots \int \left(\sum_{v=1}^k \sigma_v^2 p_v^{(2)}(x_1, \dots, x_k) \right)^2 dx_1 \dots dx_k;$$

$$\|\Phi(u_v)\|^2 = \int \Phi^2(u_v) du_v,$$

где M – знак математического ожидания; $p_v^{(2)}(x_1, \dots, x_k)$ – вторая производная функции $p(x_1, \dots, x_k)$ по составляющей x_v .

Оптимальный параметр с коэффициентов размытости $c_v = c \sigma_v, v = \overline{1, k}$, ядерных функций определяется из условия минимума критерия (2) при условии, что вид ядерных функций $\Phi(u_v) = \Phi(u), v = \overline{1, k}$:

$$c^* = \left(k (\|\Phi(u)\|^2)^k / \left(n B \prod_{v=1}^k \sigma_v \right) \right)^{\frac{1}{k+4}}. \quad (3)$$

Тогда с учётом принятых предположений оптимальные коэффициенты размытости ядерных функций при $v=1, k$ запишем в виде

$$c_v^* = c^* \sigma_v = \beta \sigma_v n^{-1/(k+4)},$$

где

$$\beta = \left(k \left(\|\Phi(u)\|^2 \right)^k / \left(B \prod_{v=1}^k \sigma_v \right) \right)^{\frac{1}{k+4}}. \quad (4)$$

Функционал β от $p(x_1, \dots, x_k)$ при конкретных k , $\Phi(u)$ для семейства одномодальных симметричных плотностей вероятностей независимых случайных величин является константой, которая не зависит от параметров $p(x_1, \dots, x_k)$. Например, для нормальной плотности вероятности при $k=2$ и гауссовой ядерной функции значение $\beta=1$ и не зависит от математических ожиданий и СКО σ_1, σ_2 случайных величин x_1, x_2 .

Оценивание значений функционала β от $p(x_1, x_2)$ для двумерной случайной величины. Обозначим δ_1, δ_2 и γ_1, γ_2 – коэффициенты соответственно контрэксцесса и асимметрии

Таблица 1

Параметры плотностей вероятностей логнормальных законов распределения и значения функционала β при использовании ступенчатой $\Phi_1(u)$, параболической $\Phi_2(u)$ и гауссовской $\Phi_3(u)$ ядерных функций

$LN(a_1; s_1) - LN(a_2; s_2)$	β			δ_1	δ_2	γ_1	γ_2	α_1	α_2
	$\Phi_1(u)$	$\Phi_2(u)$	$\Phi_3(u)$						
$LN(1; 0,05) - LN(1; 0,05)$	1,003	0,979	0,995	0,574	0,574	0,15	0,15	0,329	0,839
$LN(1; 0,05) - LN(1; 0,2)$	0,963	0,94	0,956	0,574	0,521	0,15	0,614	0,299	1,000
$LN(1; 0,05) - LN(1; 0,4)$	0,821	0,801	0,815	0,574	0,4	0,15	1,322	0,230	1,503
$LN(1; 0,05) - LN(1; 0,6)$	0,586	0,572	0,582	0,574	0,274	0,15	2,26	0,157	2,353
$LN(1; 0,05) - LN(1; 0,8)$	0,35	0,342	0,348	0,574	0,171	0,15	3,689	0,098	3,740
$LN(1; 0,05) - LN(1; 1)$	0,179	0,175	0,178	0,574	0,094	0,15	6,185	0,054	6,214
$LN(1; 0,05) - LN(1; 1,1)$	0,122	0,119	0,121	0,574	0,066	0,15	8,213	0,038	8,235
$LN(1; 0,05) - LN(1; 1,3)$	0,05	0,049	0,05	0,574	0,028	0,15	15,6	0,016	15,609
$LN(1; 0,1) - LN(1; 0,05)$	0,995	0,971	0,987	0,562	0,574	0,302	0,15	0,323	0,871
$LN(1; 0,1) - LN(1; 0,2)$	0,957	0,934	0,95	0,562	0,521	0,302	0,614	0,293	1,027
$LN(1; 0,1) - LN(1; 0,4)$	0,818	0,798	0,812	0,562	0,4	0,302	1,322	0,225	1,521
$LN(1; 0,1) - LN(1; 0,6)$	0,585	0,571	0,581	0,562	0,274	0,302	2,26	0,154	2,364
$LN(1; 0,1) - LN(1; 0,8)$	0,35	0,341	0,347	0,562	0,171	0,302	3,689	0,096	3,748
$LN(1; 0,1) - LN(1; 1)$	0,179	0,175	0,178	0,562	0,094	0,302	6,185	0,053	6,219
$LN(1; 0,1) - LN(1; 1,2)$	0,079	0,078	0,079	0,562	0,044	0,302	11,16	0,025	11,182
$LN(1; 0,5) - LN(1; 0,05)$	0,711	0,694	0,705	0,335	0,574	1,75	0,15	0,192	1,878
$LN(1; 0,5) - LN(1; 0,2)$	0,701	0,684	0,695	0,335	0,521	1,75	0,614	0,175	1,955
$LN(1; 0,5) - LN(1; 0,4)$	0,701	0,684	0,695	0,335	0,4	1,75	1,322	0,134	2,254
$LN(1; 0,5) - LN(1; 0,6)$	0,658	0,642	0,653	0,335	0,274	1,75	2,26	0,092	2,891
$LN(1; 0,5) - LN(1; 0,8)$	0,334	0,326	0,332	0,335	0,171	1,75	3,689	0,057	4,100
$LN(1; 0,5) - LN(1; 1)$	0,172	0,168	0,171	0,335	0,094	1,75	6,185	0,031	6,437
$LN(1; 0,5) - LN(1; 1,2)$	0,076	0,074	0,076	0,335	0,044	1,75	11,16	0,015	11,305
$LN(1; 0,9) - LN(1; 0,05)$	0,255	0,249	0,253	0,129	0,574	4,745	0,15	0,074	4,784
$LN(1; 0,9) - LN(1; 0,2)$	0,254	0,248	0,252	0,129	0,521	4,745	0,614	0,067	4,815
$LN(1; 0,9) - LN(1; 0,4)$	0,248	0,242	0,247	0,129	0,4	4,745	1,322	0,052	4,944
$LN(1; 0,9) - LN(1; 0,6)$	0,24	0,234	0,238	0,129	0,274	4,745	2,26	0,035	5,264
$LN(1; 0,9) - LN(1; 0,8)$	0,222	0,216	0,22	0,129	0,171	4,745	3,689	0,022	6,014
$LN(1; 0,9) - LN(1; 1)$	0,152	0,149	0,151	0,129	0,094	4,745	6,185	0,012	7,797
$LN(1; 0,9) - LN(1; 1,2)$	0,069	0,068	0,069	0,129	0,044	4,745	11,16	0,006	12,131
$LN(1; 1,3) - LN(1; 0,05)$	0,05	0,049	0,05	0,028	0,574	15,6	0,15	0,016	15,609
$LN(1; 1,3) - LN(1; 0,2)$	0,05	0,049	0,049	0,028	0,521	15,6	0,614	0,015	15,619
$LN(1; 1,3) - LN(1; 0,4)$	0,049	0,048	0,049	0,028	0,4	15,6	1,322	0,011	15,659
$LN(1; 1,3) - LN(1; 0,6)$	0,047	0,046	0,047	0,028	0,274	15,6	2,26	0,008	15,763
$LN(1; 1,3) - LN(1; 0,8)$	0,045	0,044	0,045	0,028	0,171	15,6	3,689	0,005	16,029
$LN(1; 1,3) - LN(1; 1)$	0,042	0,041	0,042	0,028	0,094	15,6	6,185	0,003	16,780
$LN(1; 1,3) - LN(1; 1,2)$	0,039	0,038	0,038	0,028	0,044	15,6	11,16	0,001	19,182

независимых случайных величин x_1, x_2 . Исследуем зависимость функционала β от значений $\delta_v, \gamma_v, v=1,2$. Исходная информация $V_1=(\delta_v^i, \gamma_v^i, v=1,2, \beta^i, i=1, N)$ для восстановления зависимостей $\beta=\varphi_1(\delta_1, \delta_2), \beta=\varphi_2(\delta_1, \delta_2, \gamma_1, \gamma_2)$ формируется на основе семейства плотностей вероятностей $p^i(x_1, x_2), i=1, n$.

Для упрощения поставленной задачи при конечных N будем восстанавливать зависимости $\beta=\varphi'_1(\alpha_1), \beta=\varphi'_2(\alpha_2)$, где

$$\alpha_1=\delta_1\delta_2; \alpha_2=(\delta_1^2+\delta_2^2+\gamma_1^2+\gamma_2^2)^{1/2}.$$

Для восстановления искомых зависимостей используем семейство логнормальных законов распределения

$$p(x_v)=\frac{1}{sx_v\sqrt{2\pi}}\exp\left(-\frac{(\ln x_v-a)^2}{2s^2}\right),$$

где $v=1,2$; параметры a, s изменяют вид рассматриваемых плотностей вероятности $p(x_v), v=1,2$; значения β определяются параметром s и не зависят от параметра a .

Количественные характеристики параметров таких плотностей вероятностей представлены в табл. 1.

Определены функциональные зависимости:

$$\bar{\beta}(1)=\bar{\varphi}'_1(\alpha_1)=-4,7726\alpha_1^2+4,5023\alpha_1+0,0251; \quad (5)$$

$$\bar{\beta}(2)=\bar{\varphi}'_2(\alpha_2)=1,46\exp(-0,5\alpha_2^{0,82})+0,033. \quad (6)$$

При построении моделей (5), (6) использована информация о значениях функционала β и количественных характеристиках случайных величин, свойственных $N=112$ законам распределения $p(x_1, x_2)=p(x_1)p(x_2)$. В связи с ограниченностью объема статьи в табл. 1 приведены частичные сведения указанной информации.

Соответствующие функциональным зависимостям (5), (6) средние относительные ошибки аппроксимации

$$\bar{\rho}(t)=\frac{1}{N}\sum_{j=1}^N\frac{|\beta^j-\bar{\beta}^j(t)|}{\beta^j}, \quad t=1, 2,$$

определяются значениями 0,25; 0,05 при использовании оптимальной ядерной функции В. А. Епанечникова (параболическое ядро $\Phi_2(u)$) [18]. Здесь β^j – значения β ; $\bar{\beta}^j(t)$ – оценки β при использовании моделей $\bar{\beta}(t)$ в условиях $\alpha_t^j, t=1,2, j=1, N$. Использование обобщенного параметра α_2 при восстановлении зависимости между функционалом β и количественными характеристиками плотностей вероятностей $p(x_1, x_2)=p(x_1)p(x_2)$ является более предпочтительным.

Графические иллюстрации функциональных зависимостей (5), (6) приведены на рис. 1, 2.

Методика оценивания значений β в формуле оптимального коэффициента размытости ядерной оценки плотности вероятности двумерных независимых случайных величин. Методика включает три шага.

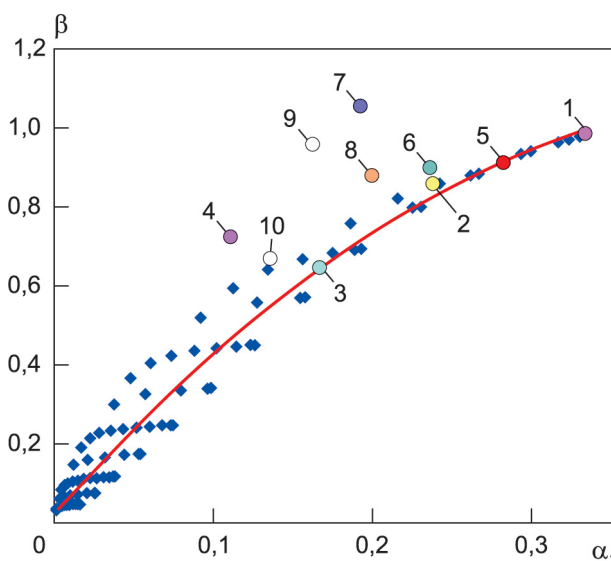


Рис. 1. Зависимость функционала $\bar{\beta}(1)$ (см. формулу (5)) от обобщенного параметра α_1 :

точки (без номеров) – значения результатов вычислительных экспериментов, которые частично представлены в табл. 1; точки 1–10 – данные контрольных законов распределения 1–10 из табл. 2

Fig. 1. Dependence of the functional $\bar{\beta}(1)$ (see formula (5)) on the generalized parameter α_1 :

points (without numbers) – values of the results of computational experiments, which are partially presented in table 1; points 1–10 – data of control distribution laws 1–10 from table 2

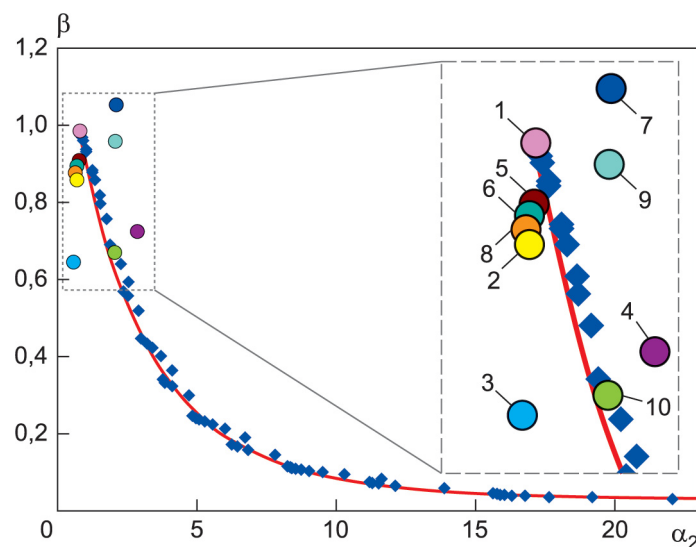


Рис. 2. Зависимость функционала $\bar{\beta}(2)$ (см. формулу (6)) от обобщенного параметра α_2 ; точки (без номеров) и точки 1–10 – те же, что на рис. 1

Fig. 2. Dependence of the functional $\bar{\beta}(2)$ (see formula (6)) on the generalized parameter α_2 ; points (without numbers) and points 1–10 are the same as in Fig. 1

1. На основе исходной выборки $V = (x_1^i, \dots, x_k^i, i = \overline{1, n})$ оценивают коэффициенты соответственно контрэксцесса и асимметрии независимых случайных величин x_1, x_2 :

$$\bar{\delta}_v = 1/\sqrt{\eta_v}; \quad \bar{\gamma}_v = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_v^i - \bar{x}_v)^3 \left(\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_v^i - \bar{x}_v)^2 \right)^{-3/2},$$

где

$$\bar{\eta}_v = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_v^i - \bar{x}_v)^4 \left(\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_v^i - \bar{x}_v)^2 \right)^{-2}; \quad \bar{x}_v = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_v^i;$$

$v = 1, 2$.

2. По полученным данным вычисляют оценки обобщённого параметра $\bar{\alpha}_1 = \bar{\delta}_1 \bar{\delta}_2$ либо $\bar{\alpha}_2 = (\bar{\delta}_1^2 + \bar{\delta}_2^2 + \bar{\gamma}_1^2 + \bar{\gamma}_2^2)^{1/2}$ двухмерного закона распределения независимых случайных величин.

3. Используя модель (5) или (6), определяют оценку $\bar{\beta}(1)$ или $\bar{\beta}(2)$ нелинейного функционала β (см. формулу (4) при $k=2$).

Результатом применения методики являются значения $\bar{\beta}(1)$ либо $\bar{\beta}(2)$, которые рекомендуются при реализации «быстрой» процедуры оценивания параметра c^* (см. формулу (3)) коэффициентов размытости ядерных функций $\bar{c}_v^* = \beta \bar{\sigma}_v n^{-1/6}$, $v = 1, 2$, в статистике (1) при $k=2$.

Определим эффективность предложенной методики при оценивании параметров α_1, α_2 в формуле оптимального

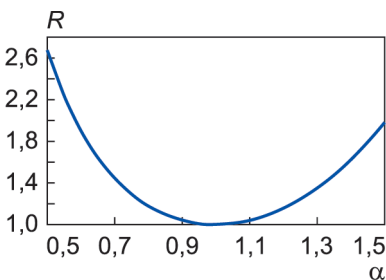


Рис. 3. Зависимость отношения R (см. формулу (7)) от параметра α

Fig. 3. Dependence of the ratio R (see formula (7)) on the parameter α

коэффициента размытости ядерных функций статистики (1) при $k=2$. В качестве контрольных законов распределения используем плотности вероятности случайных величин, значения которых существенно отличаются от приведённых в табл. 1. Параметры контрольных законов распределения приведены в табл. 2.

При оценивании нелинейного функционала β от плотностей вероятности используем модели (5), (6). Параметры $\delta_v, \gamma_v, \alpha_v, v = 1, 2$ считаем известными (см. табл. 2).

Для модели (6) при гауссовской плотности вероятности $p(x_1)$ и логистическом законе распределения $p(x_2)$ средняя относительная ошибка оценивания функционала β составила менее 0,2. Более эффективной для этих законов распределения является модель (5), для которой $\bar{\rho}(1) \leq 0,04$. Модель (5) при оценивании β предпочтительна и для $p(x_1), p(x_2)$ с законами распределения Лапласа: ошибка $\bar{\rho}(1) = 0,004$ в три раза меньше, чем для модели (6). При отличающихся законах распределения $p(x_1), p(x_2)$ предлагаемая методика с использованием моделей (5), (6) является предпочтительной для контрольных законов распределения: Гаусса и Лапласа, Лапласа и экспоненциального. Соответствующие им значения $\bar{\rho}(1), \bar{\rho}(2)$ менее 0,2.

Определим зависимость аппроксимационных свойств непараметрической оценки плотности вероятности ядерного типа (1) от ошибки восстановления функционала β при $k=2$. Предположим, что $\bar{\beta} = \alpha \beta$, где $\alpha = 1 \pm \bar{\rho}$. Значение β вычисляются по формуле (5) либо (6). Тогда с учётом выражения (3) значение $\bar{c}^* = \alpha c^*$, где $c^* = \beta/n^{1/6}$.

Вычислим отношения средних квадратических ошибок аппроксимации плотности вероятности $p(x_1, x_2) = p(x_1)p(x_2)$ при значениях $\bar{c}^*, c^*$. Подставим эти значения в критерий (2) и найдём отношение СКО $\bar{\rho}(x_1, x_2)$ от $p(x_1, x_2)$:

$$R = \frac{W(\bar{c}^*)}{W(c^*)} = \frac{2 + \alpha^6}{3\alpha^2}. \quad (7)$$

Если ошибка $\bar{\rho}$ оценивания значения β будет равна нулю, то $\alpha = 1$. Тогда согласно формуле (7) отношение $R = 1$, что подтверждает корректность выполненных преобразований.

Таблица 2

Параметры плотностей вероятностей различных законов распределения и значения функционала β при использовании ступенчатой $\Phi_1(u)$, параболической $\Phi_2(u)$ и гауссовской $\Phi_3(u)$ ядерных функций

Законы распределения $p(x_1), p(x_2)$	β			δ_1	δ_2	γ_1	γ_2	α_1	α_2
	$\Phi_1(u)$	$\Phi_2(u)$	$\Phi_3(u)$						
1. Гаусса	1,008	0,984	1	0,577	0,577	0	0	0,333	0,816
2. Логистические	0,879	0,858	0,872	0,488	0,488	0	0	0,238	0,690
3. Лапласа	0,661	0,645	0,656	0,408	0,408	0	0	0,166	0,577
4. Экспоненциальные	0,742	0,724	0,736	0,333	0,333	2	2	0,111	2,867
5. Гаусса – логистический	0,933	0,911	0,926	0,577	0,488	0	0	0,282	0,756
6. Гаусса – Лапласа	0,92	0,898	0,913	0,577	0,408	0	0	0,235	0,707
7. Гаусса – экспоненциальный	1,079	1,053	1,07	0,577	0,333	0	2	0,192	2,108
8. Логистический – Лапласа	0,901	0,879	0,894	0,488	0,408	0	0	0,199	0,636
9. Логистический – экспоненциальный	0,982	0,958	0,974	0,488	0,333	0	2	0,163	2,085
10. Лапласа – экспоненциальный	0,687	0,67	0,681	0,408	0,333	0	2	0,136	2,068

Исследуем зависимость отношения R от параметра α (рис. 3). Это отношение определяет относительную ошибку аппроксимации плотности вероятности для моделей (5), (6). Если использовать модель (5), которой соответствует средняя относительная ошибка $\bar{r}=0,25$ и $\alpha=1\pm 0,25$, то в принятых условиях максимальное отношение $R(5)=1,29$. Применение модели (6) с параметрами $\bar{r}=0,05$ и $\alpha=1\pm 0,05$ в задаче оценивания коэффициентов размытости ядерных функций максимальная относительная ошибка аппроксимации плотности вероятности её непараметрической оценкой $R(6)=1,01$. Поэтому формирование «быстрого» алгоритма оптимизации $\bar{r}(x_1, x_2)$ с использованием формулы (6) является более эффективным по сравнению с применением формулы (5).

Заключение. Проблема оценивания нелинейных функционалов от плотности вероятности является актуальной при построении ядерных оценок решающих функций для алгоритмов обработки информации в условиях априорной неопределённости. Эта задача приобретает особо важное значение при больших объёмах статистических данных. Существует зависимость нелинейного функционала от плотности вероятности в формуле оптимального коэффициента размытости ядерных функций её непараметрической оценки от значений коэффициентов контрэксцесса и асимметрии случайных величин. Рассматриваемая зависимость особо проявляется при анализе количественных характеристик логнормальных законов распределения. Она может быть использована при анализе случайных величин с различающимися плотностями вероятности.

Полученные результаты развивают основу методики формирования «быстрых» процедур оптимизации непараметрических оценок плотностей вероятностей ядерного типа и обеспечивают их обобщение при синтезе непараметрических решающих функций в задачах автоматической классификации, распознавании образов и восстановлении стохастических зависимостей при априорной неопределённости. Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ, Правительства Красноярского края и Красноярского краевого фонда науки в рамках научного проекта № 20-41-240001.

Список литературы

1. Лапко А. В., Лапко В. А. Непараметрические алгоритмы оценивания состояний природных объектов // *Автометрия*. 2018. Т. 54. № 5. С. 33–39. <https://doi.org/10.15372/AUT20180504>
2. Лапко А. В., Лапко В. А., Им С. Т., Тубольцев В. П., Авдеенко В. А. Непараметрический алгоритм выделения классов, соответствующих одномодальным фрагментам плотности вероятности многомерных случайных величин // *Автометрия*. 2019. Т. 55. № 3. С. 22–30. <https://doi.org/10.15372/AUT20190303>
3. Лапко А. В., Лапко В. А. Методика проверки гипотез о распределениях многомерных спектральных данных с использованием непараметрического алгоритма распознавания образов // *Компьютерная оптика*. 2019. Т. 43. № 2. С. 238–244. <https://doi.org/10.18287/2412-6179-2019-43-2-238-244>
4. Rudemo M., *Scandinavian Journal of Statistics*, 1982, vol. 9, no. 2, pp. 65–78.

5. Hall P., *Annals of Statistics*, 1983, vol. 11, no. 4, pp. 1156–1174.
6. Bowman A. W., *Journal of Statistical Computation and Simulation*, 1985, vol. 21, pp. 313–327. <https://doi.org/10.1080/00949658508810822>
7. Лапко А. В., Лапко В. А. Анализ методов оптимизации непараметрической оценки плотности вероятности по коэффициенту размытости ядерных функций // *Измерительная техника*. 2017. № 6. С. 3–8. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2017-6-3-8>
8. Silverman B. W., *Density estimation for statistics and data analysis*, London, Chapman & Hall, 1986, 175 p.
9. Sheather S., Jones M., *Journal of Royal Statistical Society Series B*, 1991, vol. 53, no. 3, pp. 683–690. <https://doi.org/10.1111/j.2517-6161.1991.tb01857.x>
10. Sheather S. J., *Statistical Science*, 2004, vol. 19, no. 4, pp. 588–597. <https://doi.org/10.1214/088342304000000297>
11. Terrell G. R., Scott D. W., *Journal of the American Statistical Association*, 1985, vol. 80, pp. 209–214.
12. Jones M. C., Marron J. S., Sheather S. J., *Journal of the American Statistical Association*, 1996, vol. 91, pp. 401–407.
13. Лапко А. В., Лапко В. А. Быстрый алгоритм выбора коэффициентов размытости ядерных функций в непараметрической оценке плотности вероятности // *Измерительная техника*. 2018. № 6. С. 16–20. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it-2018-6-16-20>
14. Лапко А. В., Лапко В. А. Быстрый алгоритм выбора коэффициентов размытости в многомерных ядерных оценках плотности вероятности // *Измерительная техника*. 2018. № 10. С. 19–23. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2018-10-19-23>
15. Лапко А. В., Лапко В. А. Выбор коэффициента размытости ядерных оценок плотности вероятности в условиях больших выборок // *Измерительная техника*. 2019. № 5. С. 3–6. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2019-5-3-6>
16. Лапко А. В., Лапко В. А. Быстрый выбор коэффициентов размытости в многомерном непараметрическом алгоритме распознавания образов // *Измерительная техника*. 2019. № 8. С. 8–13. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2019-8-8-13>
17. Лапко А. В., Лапко В. А. Оценивание интеграла от квадрата производных симметричных плотностей вероятностей одномерных случайных величин // *Метрология*. 2020. № 1. С. 15–27. <https://doi.org/10.32446/0132-4713.2020-1-15-27>
18. Епанечников В. А. Непараметрическая оценка многомерной плотности вероятности // *Теория вероятности и её применения*. 1969. Т. 14. № 1. С. 156–161.

References

1. Lapko A. V., Lapko V. A., *Optoelectronics, Instrumentation and Data Processing*, 2018, vol. 54, no. 5, pp. 451–456. <https://doi.org/10.3103/S8756699018050047>
2. Lapko A. V., Lapko V. A., Im S. T., Tuboltsev V. P., Avdeenko V. A., *Optoelectronics, Instrumentation and Data Processing*, 2019, vol. 55, no. 3, pp. 230–236. <https://doi.org/10.3103/S8756699019030038>
3. Lapko A. V., Lapko V. A., *Computer Optics*, 2019, vol. 43, no. 2, pp. 238–244. <https://doi.org/10.18287/2412-6179-2019-43-2-238-244>

4. Rudemo M., *Scandinavian Journal of Statistics*, 1982, vol. 9, no. 2, pp. 65–78.
5. Hall P., *Annals of Statistics*, 1983, vol. 11, no. 4, pp. 1156–1174.
6. Bowman A. W., *Journal of Statistical Computation and Simulation*, 1985, vol. 21, pp. 313–327.
<https://doi.org/10.1080/00949658508810822>
7. Lapko A. V., Lapko V. A., *Measurement Techniques*, 2017, vol. 60, no. 6, pp. 515–522.
<https://doi.org/10.1007/s11018-017-1228-x>
8. Silverman B. W., *Density estimation for statistics and data analysis*, London, Chapman & Hall, 1986, 175 p.
9. Sheather S., Jones M., *Journal of Royal Statistical Society Series B*, 1991, vol. 53, no. 3, pp. 683–690.
<https://doi.org/10.1111/j.2517-6161.1991.tb01857.x>
10. Sheather S. J., *Statistical Science*, 2004, vol. 19, no. 4, pp. 588–597. <https://doi.org/10.1214/088342304000000297>
11. Terrell G. R., Scott D. W., *Journal of the American Statistical Association*, 1985, vol. 80, pp. 209–214.
12. Jones M. C., Marron J. S., Sheather S. J., *Journal of the American Statistical Association*, 1996, vol. 91, pp. 401–407.
13. Lapko A. V., Lapko V. A., *Measurement Techniques*, 2018, vol. 61, no. 6, pp. 540–545.
<https://doi.org/10.1007/s11018-018-1463-9>
14. Lapko A. V., Lapko V. A., *Measurement Techniques*, 2019, vol. 61, no. 10, pp. 979–986.
<https://doi.org/10.1007/s11018-019-01536-x>
15. Lapko A. V., Lapko V. A., *Measurement Techniques*, 2019, vol. 62, no. 5, pp. 383–389.
<https://doi.org/10.1007/s11018-019-01634-w>
16. Lapko A. V., Lapko V. A., *Measurement Techniques*, 2019, vol. 62, no. 8, pp. 665–672.
<https://doi.org/10.1007/s11018-019-01676-0>
17. Lapko A. V., Lapko V. A., *Measurement Techniques*, 2020, vol. 63, no. 3, pp. 171–176.
<https://doi.org/10.1007/s11018-020-01768-2>
18. Epanechnikov V. A., *Teoriya veroyatnosti i eyo primeneniya*, 1969, vol. 14, no. 1, pp. 156–161 (in Russian).

Статья поступила в редакцию 23.06.2020;
принята к публикации 26.08.2020.

Измерение длины объектов на изображениях сканирующего зондового микроскопа с помощью детекторов кривизны

Павел Валентинович Гуляев

Удмуртский федеральный исследовательский центр, Уральское отделение РАН, Ижевск, Россия, lucac@inbox.ru

Аннотация. Рассмотрена задача автоматического определения продольных размеров объектов на изображениях, полученных с помощью зондовой микроскопии. Решение данной задачи может быть актуально в области производственного контроля материалов и изделий микроэлектроники, нанотехники. Проведено сравнение существующих инструментов измерения длины объектов на тестовом изображении, содержащем геометрические фигуры с известными размерами. Описаны преимущества измерения длин объектов непосредственно на полутоновом изображении посредством формирования остова объекта программным детектором кривизны поверхности, в частности программным двумерным детектором «Круг», основанном на анализе кривизны строчных и столбцовых профилограмм раstra изображения. Кривизну оценивали по площади фигуры, ограниченной профилограммой на определённом интервале. Рассмотрены особенности измерения длины объектов посредством формирования остова из локальных максимумов кривизны. Показано, что детектор кривизны позволяет точнее определять длины объектов с перекрывающимися контурами и значительным диапазоном яркости. Представлены алгоритмы работы детектора, формирования остова объекта и определения его длины. Приведены результаты исследований, подтверждающие работоспособность представленных алгоритмов. Сравнительный анализ с существующими инструментами измерения длин, выполненный на изображениях доменов магнитного диска и волокон нанополимера, показал корректную работу детектора по выделению остова объекта и измерению его длины.

Ключевые слова: сканирующий зондовый микроскоп, измерение длины, бинаризация, детектор кривизны, сегментация, тестовое изображение, полутоновое изображение

Для цитирования: Гуляев П. В. Измерение длины объектов на изображениях сканирующего зондового микроскопа с помощью детекторов кривизны // Измерительная техника. 2021. № 1. С. 21–26. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-1-21-26>

Measuring the length of objects on scanning probe microscope images using curvature detectors

Pavel V. Gulyaev

Udmurt Federal Research Center, Ural Branch Russian Academy of Science, senior researcher, Izhevsk, Russia, lucac@inbox.ru

Abstract. The article is devoted to the automatic measurement of objects longitudinal dimensions on images obtained by probe microscopy. The solution of this problem can be relevant for quality control of microelectronics, nanotechnology products and materials. Existing tools for objects length measuring are compared by means of test image containing geometric figures with known dimensions. The advantages of software surface curvature detectors, intended for objects lengths measuring directly on a halftone image by forming the skeleton of an object with a surface curvature detector, are shown. A two-dimensional "Circle" detector, based on the curvature analysis of raster images line and column profilograms, was used for the measuring. The curvature was estimated based on the area of the figure bounded by the profilogram at a predefined interval. Features of measuring the length of objects using curvature maxima are considered. It is shown that the curvature detector allows to more accurately determine the lengths of objects with overlapping contours and a significant brightness range. Algorithms of the detector operation, formation of the object skeleton and determination of its length are described. The results of investigation confirming the performance of the presented algorithms are presented. Comparative analysis with existing length measurement tools, performed on magnetic disk domains and nanopolymer fibers images, showed a more correct detector operation in skeletonization of object and measuring its length.

Keywords: scanning probe microscope; length measurement; binarization; curvature detector, segmentation, test image, halftone image

Введение. Контроль длины микро- и нанообъектов, расположенных на поверхности образцов (специализированных подложек), неразрывно связан с использованием

изображений и различных методов их обработки. Сканирующая зондовая микроскопия предоставляет широкие возможности получения изображений микро- и нанообъектов,

а программное обеспечение (ПО) сканирующих зондовых микроскопов содержит специализированные функции для определения геометрических характеристик объектов. Однако эти функции предназначены, как правило, для использования в полуавтоматическом режиме. В задачах производственного или технологического контроля, например при контроле размеров частиц [1, 2], поиске реперных объектов [3], наиболее востребованы процедуры автоматического выделения объектов и определения их геометрических параметров (площади, длины, объёма, высоты).

Контроль геометрических параметров объектов подразумевает их локализацию и распознавание на изображениях. Для выполнения указанных процедур применяются широко распространённые методы бинаризации [4], контурного анализа [5], сравнения с шаблоном [6], морфологические преобразования [7] (например, выделение остова). ПО серийно выпускаемых микроскопов, например Nova, Altami Studio, а также ПО, предназначенное для обработки изображений микроскопов, например SPIP (Scanning Probe Image Processor), содержит инструменты для автоматического выделения объектов и определения их длины, площади. Как правило, эти инструменты подразумевают предварительную бинаризацию изображения и эффективно работают на качественных изображениях обособленных объектов. Для частиц и их ансамблей, имеющих различную яркость и пересечение контуров, эффективность методов выделения объектов, основанных на бинаризации, существенно снижается.

Рассмотрим пример снижения эффективности при использовании ПО Nova v.1.026.134, Altami Studio v.3.5, SPIP v.4.4.6 в ручном и автоматическом режимах на тестовом изображении (рис. 1). Тестовое изображение содержит 4 сферических тестовых объекта (далее – сферы) радиусом $R_{об} = 15$

пикселей (пикс.) и 6 эллиптических тестовых объектов (далее – эллипсоидов) длиной $l_{об} = 60$ пикс., два из которых имеют наложение контуров. Изображение получается следующим образом. Сначала формируется фон $F[x, y]$, имитирующий влияние неидеальности сканера на изображении 256×256 :

$$F[x, y] := 255 - 2R_{об} + \{R_{об} / [2\sin(0,5\pi/128)] + R_{об} / [2\cos(0,5\pi/128)]\}.$$

Затем случайным образом выбираются координаты x_0, y_0, z_0 тестовых объектов. Для всех точек x, y , находящихся в окрестности центра x_0, y_0 и удовлетворяющих условию

$$(x - x_0)^2 + (y - y_0)^2 < R_{об}^2, \quad (1)$$

формируется изображение $Q[x, y]$ сферы радиусом $R_{об}$:

$$Q[x, y] = z_0 + 2\sqrt{R_{об}^2 - (x - x_0)^2 - (y - y_0)^2}. \quad (2)$$

Для эллипсоидов с продольным и поперечными размерами $4R_{об}$ и $0,5R_{об}$ выражения (1), (2) выглядят следующим образом:

$$\begin{aligned} & \frac{[(x - x_0)\cos\alpha - (y - y_0)\sin\alpha]^2}{R_{об}^2} + \\ & + \frac{[(x - x_0)\sin\alpha - (y - y_0)\cos\alpha]^2}{16R_{об}^2} \leq 1; \\ Q[x, y] = z_0 + 2R_{об} & \left\{ 1 - \frac{[(x - x_0)\cos\alpha - (y - y_0)\sin\alpha]^2}{R_{об}^2} - \right. \\ & \left. - \frac{[(x - x_0)\sin\alpha - (y - y_0)\cos\alpha]^2}{16R_{об}^2} \right\}^{1/2}. \end{aligned}$$

Таблица 1

Результаты измерений (в пикс.) диаметра $D_{изм}$ сфер (объекты 1–4) и длины $l_{изм}$ эллипсоидов (объекты 5–10) различным ПО

Номер объекта	Фиксированный порог бинаризации		Регулируемый порог бинаризации			Детектор «Круг» [1]
	Nova	Altami Studio	Nova	Altami Studio	SPIP	
1	13	25,6	25	28,3	25,9	29,0
2	21	27,5	27	29,3	27,13	29,0
3	24	28	28	29,4	27,7	29,4
4	30	29,7	28	29,5	28,9	30,0
5	58	58,8	58	58,8	58,1	63,1
6	58	59	58	58,3	58,1	63,1
7	58	59	58	58,4	58,1	62,7
8	58	59	59	59	58,1	62,7
9	91	91,4	91	91,5	92,9	58,7
10	–	–	–	–	–	58,2

В табл. 1 приведены результаты измерений длины $l_{изм}$ эллипсоидов и диаметра $D_{изм}$ сфер (см. рис. 1), полученные с помощью серийного ПО, а также с помощью программного детектора кривизны поверхности «Круг» [1]. Программный детектор кривизны поверхности «Круг» (подробно будет описан далее в статье) разработан при участии автора и доработан автором для выделения остовов объектов и измерения длин объектов по выделенному остову. Истинное значение $D_{об}$ диаметра сфер (объекты 1–4 в табл. 1 и на рис. 1) составляет 30 пикс., истинное значение длины $l_{об}$ эллипсоидов (объекты 5–10 в табл. 1 и на рис. 1) – 60 пикс. Из табл. 1 следует, что серийное ПО детектировало два накладывающихся эллипсоида (объекты 9, 10, см. рис. 1) как один (объект 9, см. табл. 1). Кроме того, измерение размеров при фиксированном пороге бинаризации может привести к увеличению относительного отклонения ε результата измерений

от истинного значения при уменьшении яркости объекта. Значение ε при этом для сфер и эллипсоидов определяется согласно выражениям

$$\varepsilon_c = |D_{\text{изм}} - D_{\text{об}}| / D_{\text{об}}; \quad (3)$$

$$\varepsilon_\varepsilon = |l_{\text{изм}} - l_{\text{об}}| / l_{\text{об}}. \quad (4)$$

Так, например, ПО Nova определило диаметр наименее ярких объектов 1–3 (см. табл. 1) с относительным отклонением $\varepsilon = 0,56; 0,30; 0,20$. При регулируемом (адаптивном) пороге бинаризации эти значения уменьшаются до 0,17; 0,10; 0,07 соответственно.

Результаты применения серийного ПО на тестовом изображении показали, что определение длины объектов после бинаризации может привести к объединению накладывающихся объектов и увеличению погрешности определения длины. Логичным путём уменьшения погрешности является выделение остова объекта непосредственно на полутоновом изображении, например, по его скелету (линии максимальной кривизны поверхности). Для этой цели можно использовать методы, основанные на анализе кривизны поверхности [1] или профилограмм изображения [1,2].

Выделение остова объекта детектором кривизны «Круг». Детекторы кривизны можно разделить на плоские и объёмные. Плоские детекторы анализируют кривизну профилограмм, содержащихся в строках (строчный детектор) и столбцах (кадровый детектор) растрового изображения. Объёмные детекторы анализируют кривизну поверхности и больше подходят для оценки геометрических параметров сосредоточенных объектов, например частиц. Для определения длины вытянутых объектов предлагается использовать плоские детекторы. Среди плоских детекторов наилучшей помехоустойчивостью обладает детектор «Круг».

Принцип работы детектора «Круг» заключается в следующем. Из изображения формируется набор профилограмм, которые представляют собой одномерные массивы значений функции яркости, сформированные из строк и столбцов раstra изображения. Каждая профилограмма из набора обрабатывается детектором, схема работы которого представлена на рис. 2. Согласно рис. 2 окружность радиусом r с центром в точке A перемещается вдоль профилограммы. Для оценки кривизны R профилограммы используется показатель площади S части окружности D , ограниченной сверху профилограммой $Z(x)$. Кривизна R определяется согласно выражению [8]:

$$R = 4r / (3\pi v),$$

где $v = |S - \bar{S}| / \max(S, \bar{S})$; $\bar{S} = \pi r^2 - S$.

Для рассмотрения только выпуклых областей проверяется неравенство:

$$S < \pi r^2 / 2.$$

Для каждой точки профилограммы x_i из диапазона $\Delta x = [x_A - r \dots x_A + r]$ определяются верхняя z_B и нижняя z_H границы окружности детектора (см. рис. 2), а также высота z_{B1} точки z_B относительно точки A , используемые для численной оценки величины S :

$$z_{B1} = \sqrt{r^2 - (x_i - x_A)^2};$$

$$z_H = Z(x_A) - z_{B1};$$

$$z_B = Z(x_A) + z_{B1}.$$

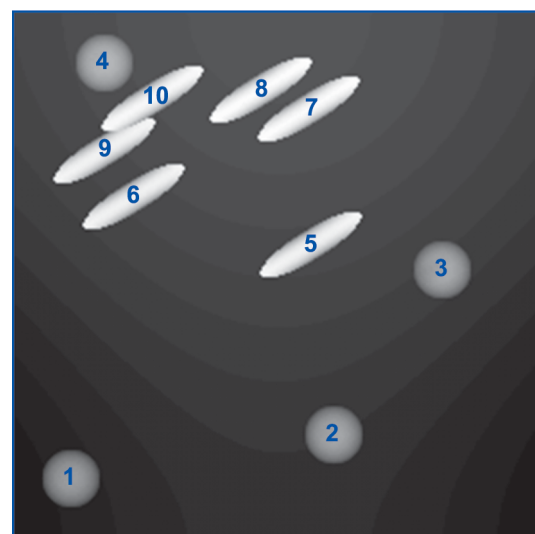


Рис. 1 Тестовое изображение:

1–4 – сферические тестовые объекты; 5–10 – эллипсоидные тестовые объекты

Fig. 1. Test image:

1–4 – spherical test objects; 5–10 – ellipsoid test objects

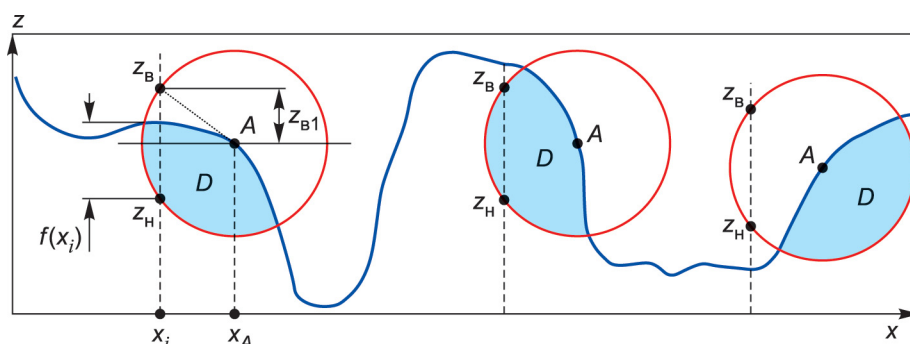


Рис. 2 Схема вычисления кривизны детектором «Круг»

Fig. 2. Scheme for curvature calculating by the "Circle" detector

Площадь S фигуры D определяется как

$$S = \iint_D dD \approx \sum_{x_i \in \Delta x} f(x_i),$$

где в соответствии с рис. 2:

$$f(x_i) = \begin{cases} Z(x_i) - z_H, & z_H < Z(x_i) < z_B; \\ 2z_{B1}, & Z(x_i) \geq z_B; \\ 0, & Z(x_i) \leq z_H. \end{cases}$$

В результате обработки всех строчных профилограмм изображения формируется множество значений функции R_x , на основе которого формируется карта (массив) кривизны W_x . Размерность карты соответствует размерности изображения, а в её ячейки, соответствующие локальным (в окрестности 4 пикс.) максимумам кривизны R_x , записываются «1».

Последовательности «1» представляют собой остовы объектов. Дескриптором остова являются координаты начала и конца, а также длина. Дополнительно дескриптор может содержать координаты точек пересечения с остовами, сформированными детектором по другому направлению.

Уточнение остова. Одним из недостатков плоских детекторов, в том числе детектора «Круг», является следующее. При строчном направлении прохода детектора затруднено выделение остова вертикально ориентированных объектов, что проявляется в нескольких коротких отрезках остова вместо одного длинного. Аналогичная ситуация складывается для горизонтально ориентированных объектов и кадрового направления прохода детектора.

Для корректного выделения и определения длины объекта предлагается использовать данные о кривизне поверхности, полученные как для кадрового, так и строчного направления детектирования. При этом необходимо учитывать следующие допущения:

либо строчный, либо кадровый детекторы позволяют корректно выделять остов объекта;

короткий остов, пересекающий длинный, может быть исключён из дальнейшего анализа;

координаты пересечения остовов одного объекта, полученные строчным и кадровым детекторами, совпадают с координатами локальных максимумов суммы кривизны профилограмм строк и столбцов изображения.

Таблица 2

Среднее значение относительного отклонения $\bar{\varepsilon}$ измерений на тестовом изображении при обработке различным ПО с учётом и без учёта промахов измерений

Промех измерений	Nova	AltamiStudio	SPiP
Учтён	0,114815	0,081481	0,113407
Неучтён	0,064583	0,026042	0,059042

В связи с этим помимо строчной карты кривизны W_x составляется аналогичная карта для кадрового направления W_y , а также карта W_{xy} суммы кадрового R_y и строчного R_x значений функции кривизны. Карта W_{xy} позволяет обнаружить точки пересечения строчных и кадровых остовов одного и того же объекта.

Алгоритм выделения остова состоит из следующих шагов.

Шаг 1. При последовательном просмотре карты кривизны нахождение «1» запускает процедуру следящего поиска цепочки экстремумов (единичных элементов). Для этого смежная окрестность 3×3 пикс. каждой текущей «1» просматривается на наличие соседней «1» в направлении, соответствующем движению детектора. При обнаружении «1» поиск продолжается, в противном случае заканчивается.

Шаг 2. При обнаружении соседней «1» изменяются текущие координаты экстремума с одновременным увеличением расстояния в пикселях, при этом предыдущий элемент цепочки «1» в карте кривизны обнуляется.

Шаг 3. Осуществляется поиск пересечений с остовом, полученным в перпендикулярном направлении. Координаты пересечений также запоминаются.

Шаг 4. При обнаружении пересечений более короткие остовы отсеиваются.

Результаты. Предварительный анализ показал, что длина $l_{изм}$ остова объекта, измеренная по карте кривизны, может оказаться больше реальной длины вследствие отклонений экстремумов кривизны от реального положения остова. Поэтому для прямолинейных объектов их длина должна вычисляться по начальной (x_1, y_1) и конечной (x_2, y_2) точкам остова:

$$l_{изм} = \sqrt{(x_2 - x_1)^2 + (y_2 - y_1)^2}. \quad (5)$$

Полученные результаты (см. табл. 1) показали, что выделение остова по максимумам кривизны на полутоновом изображении позволило выделить накладывающиеся объекты 9, 10 и определить их длину по отдельности.

В табл. 2 представлено среднее относительное отклонение $\bar{\varepsilon}$ измеренных длин объекта от истинного значения, рассчитанное для результатов измерений, полученных ПО Nova, Altami Studio, SPiP (см. табл. 1). Анализ табл. 2 показал следующее. Значение $\bar{\varepsilon}$ для серийного ПО существенно больше значения $\bar{\varepsilon}$ для детектора «Круг» ($\bar{\varepsilon} = 0,024667$), если учитывать промах измерений этого ПО – грубую погрешность измерения длины накладывающихся объектов (объект 9 в табл. 1, объекты 9, 10 на рис. 1). Без учёта промаха значения $\bar{\varepsilon}$ для детектора и серийного ПО сопоставимы.

На реальных изображениях детектор «Круг» по сравнению с серийным ПО позволяет точнее определять длины объектов в результате более корректного выделения остовов (особенно удлинённых объектов). Например, в серийном ПО затруднено определение длины объектов с незамкнутым контуром, в то время как степень завершенности контура не имеет для детектора «Круг» никакого значения. Кроме того, при бинаризации изображения в остове объекта могут возникать разрывы (фрагментация объекта),

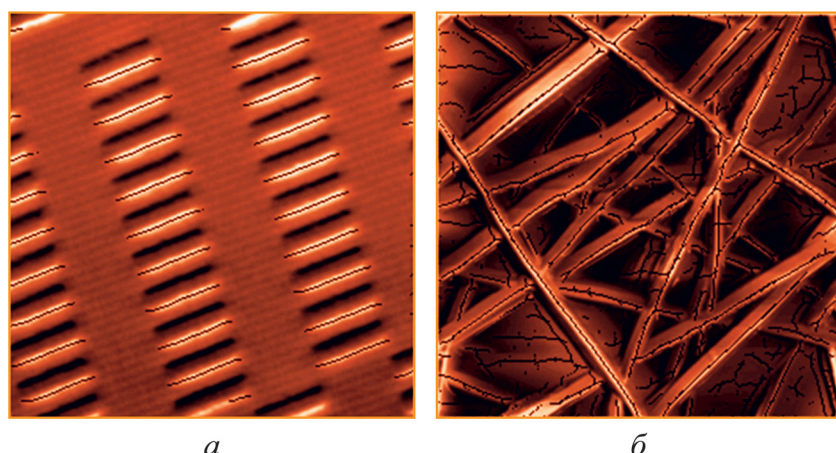


Таблица 3

Количество объектов разных размеров на рис. 3, определённых с помощью различного ПО

$l_{\text{изм}}, \text{ пикс.}$	Altami Studio	Nova	SPIP	Детектор «Круг»
Магнитные домены жёсткого диска (см. рис. 3, а)				
0–10	0	3	0	3
10–20	0	5	0	3
20–30	1	4	1	3
30–40	2	2	0	2
40–50	3	20	18	3
50–60	16	2	0	19
Волокна полимера (см. рис. 3, б)				
1–20	94	120	122	31
20–40	16	2	13	45
40–60	2	1	4	20
60–80	1	0	1	11
80–100	4	0	0	5
100–120	1	0	0	4
120–140	3	0	0	5
140–160	0	0	1	0
160–180	0	0	0	2
180–200	0	1	0	0
200–220	0	0	1	0
220–240	0	0	0	1

Рис. 3. Остовы магнитных доменов жёсткого диска (а) и волокон полимера (б)

Fig. 3. Skeletons of hard drives disk magnetic domains (a) and polymer fiber skeletons (b)

обусловленные неравномерностью функции яркости. Морфологические преобразования, например дилатация, могут устранить разрывы, изменив при этом геометрические параметры остова и результат измерения длины. В данном случае использование функции кривизны позволяет детектору выделять остовы менее ярких объектов или фрагментов этих объектов.

Пример выделения остовов на изображении (256×256 пикс.) доменов магнитного диска (NT-MDT. Галерея сканов: [сайт]. URL: <https://www.ntmdt-si.ru/resources/scan-gallery/magnetic-materials-1/magnetic-domains-on-hard-disk>) детектором кривизны представлен на рис. 3, а. Результаты измерения длины объектов (магнитных доменов жёсткого диска) различным ПО представлены в табл. 3. Откуда следует, что бинаризация с последующим контурным анализом выделенных объектов, реализованным в ПО Altami, SPIP, затрудняет регистрацию и измерение длины объектов с незамкнутыми контурами. Это проявляется в отсутствии коротких (до 20 пикс.) объектов в результатах измерений ПО Altami и SPIP. Однако этот недостаток достаточно просто устраняется совершенствованием алгоритмов формирования контуров либо аппроксимацией выделенных после бинаризации областей геометрическими фигурами, как это сделано в программе Nova.

В табл. 3 показано, что на качественных, высококонтрастных, малозашумлённых изображениях применение детектора кривизны не даёт особых преимуществ перед традиционными методами обработки за исключением отсутствия необходимости регулировки параметров обработки, например, порога бинаризации. На менее контрастных, зашумлённых изображениях с множеством пересекающихся объектов преимущества детектора кривизны более очевидны. Применение серийного ПО на таких изображениях приводит либо к объединению накладывающихся объектов, либо к их фрагментации. Детектор кривизны в результате работы непосредственно на полутоновом режиме позволяет избежать фрагментации и объединения объектов.

Например, на рис. 3, б приведён пример выделения остовов на изображении (256×256 пикс.) нановолокон полимера (NT-MDT. Галерея сканов [сайт]. <https://www.ntmdt-si.ru/resources/scan-gallery/polymers-and-thin-organic-films-1/nanofibers-of-polymer-polyvinyl-alcohol>) детектором кривизны. Результаты измерения длины объектов (нановолокон полимера) различным ПО также представлены в табл. 3. Из полученных результатов следует, что количество коротких (до 20 пикс.) фрагментированных объектов значительно меньше при выделении их с помощью детектора кривизны, а количество длинных (более 100 пикс.) – значительно больше. Это подтверждает утверждение о меньшей предрасположенности детектора кривизны к фрагментации остова удлинённых объектов.

Закключение. Представленные в настоящей работе результаты свидетельствуют о том, что принцип работы программного двумерного детектора «Круг» позволяет успешно применять его для решения задачи выделения остовов объектов и определения их длины непосредственно на полутоновом изображении. Сравнение с существующими инструментами показывает, что точность определения размеров объекта рассмотренным детектором находится на уровне существующих методов, а количество промахов или недостоверно детектированных объектов существенно меньше.

Список литературы

1. Гуляев П. В., Шелковников Е. Ю., Тюриков А. В., Осипов Н. И., Кизнерцев С. Р. Особенности применения детекторов кривизны поверхности для анализа размеров наночастиц. // Химическая физика и мезоскопия. 2013. Т. 15. № 1. С. 138–143.
2. Гейдаров П. Ш. Алгоритм определения расположения и размеров объектов на основе анализа изображений объектов // Компьютерная оптика. 2011. Т. 35. № 2. С. 275–280.
3. Гуляев П. В. Применение реперных отметок для координатной привязки к поверхности в сканирующей зондовой микроскопии // Компьютерная оптика. 2020. Т. 44. № 3. С. 470–476. <https://doi.org/10.18287/2412-6179-CO-641>
4. Исрафилов Х. С. Исследование методов бинаризации изображений // Вестник науки и образования. 2017. № 6. С. 43–50.
5. Бардин Б. В., Манойлов В. В. Чубинский-Надеждин И. В., Васильева Е. К., Заруцкий И. В. Определение размеров локальных объектов изображений для их идентификации // Научное приборостроение. 2010. Т. 20. № 3. С. 88–94.
6. Цветков О. В., Тананыкина Л. В. Метод предварительного кодирования изображений в корреляционно-экстремальных системах // Компьютерная оптика. 2015. Т. 39. № 5. С. 738–743. <https://doi.org/10.18287/0134-2452-2015-39-5-738-743>
7. Gonzalez R., Woods R., *Digital image processing*, 3rd Ed., Pearson Education, 2008, 954 p.

8. Каркищенко А. Н., Лепский А. Е., Безуглов А. В. Об одном способе векторного и аналитического представления контура изображения // Изв. ТРТУ. 1998. Т. 8. № 2. С. 107–111.

References

1. Gulyaev P. V., Shelkovnikov E. Yu., Tyurikov A. V., Osipov N. I., Kiznertcev S. R., *Chemical Physics and Mesoscopy*, 2013, vol. 15, no. 1, pp. 138–143 (in Russian).
2. Geidarov P. S., *Computer Optics*, 2011, vol. 35, no. 2, pp. 275–280 (in Russian).
3. Gulyaev P. V., *Computer Optics*, 2020, vol. 44, no. 7, pp. 470–476 (in Russian). <https://doi.org/10.18287/2412-6179-CO-641>
4. Israfilov Kh. S., *Science and Education Bulletin*, 2017, no. 6, pp. 43–50 (in Russian).
5. Bardin B. V., Manoilov V. V., Chubinsky-Nadezhdin I. V., Vasilieva E. K., Zarutsky I. V., *Nauchnoie Priborostroenie*, 2010, vol. 20, no. 3, pp. 88–94 (in Russian).
6. Tsvetkov O. V., Tananykina L. V., *Computer Optics*, 2015, vol. 39, no. 5, pp. 738–743 (in Russian). <https://doi.org/10.18287/0134-2452-2015-39-5-738-743>
7. Gonzalez R., Woods R., *Digital image processing*, 3rd Ed., Pearson Education, 2008, 954 p.
8. Karkishenko A. N., Lepsky A. E., Bezuglov A. V., *Izvestia TRTU*, 1998, vol. 8, no. 2, pp. 107–111 (in Russian).

Статья поступила в редакцию 13.11.2020;
принята к публикации 24.12.2020.

Алгоритмы управления в квантовых стандартах частоты на основе эффекта когерентного пленения населённостей

Данил Александрович Парёхин

Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений, г. п. Меделеево, Московская обл., Россия, paryohin@vniiftri.ru

Аннотация. Рассмотрена задача разработки алгоритмов управления в квантовых стандартах частоты на основе эффекта когерентного пленения населённостей. Разработка таких алгоритмов позволит создавать стандарты частоты с метрологическими характеристиками, не уступающими характеристикам рубидиевых стандартов частоты, с уменьшенным энергопотреблением и габаритными размерами. Представлен метод исследования зависимости действительного значения и нестабильности частоты квантовых стандартов частоты на основе эффекта когерентного пленения населённостей от режимов работы отдельных частей стандартов. В качестве критерия для оптимизации тока инжекции лазера, выходной мощности сверхвысокочастотного генератора и температуры ячейки выбрана минимизация влияния на сдвиг действительного значения частоты стандарта. Проведён сравнительный анализ методов изменения интенсивности излучения поверхностно-излучающего лазера с вертикальным резонатором и разработаны алгоритмы управления, учитывающие особенности данных методов. На основе данных алгоритмов разработаны программное обеспечение и методы настройки в квантовых стандартах частоты на основе эффекта когерентного пленения населённостей. Для опытного образца стандарта приведены результаты измерения нестабильности частоты. Показано, что алгоритмы управления и методы настройки могут качественно изменить метрологические характеристики квантовых стандартов частоты на основе эффекта когерентного пленения населённостей.

Ключевые слова: квантовый стандарт частоты, когерентное пленение населённостей, система управления, поверхностно-излучающий лазер с вертикальным резонатором

Для цитирования: Парёхин Д. А. Алгоритмы управления в квантовых стандартах частоты на основе эффекта когерентного пленения населённостей // Измерительная техника. 2021. № 1. С. 27–31. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-1-27-31>

Control algorithms in quantum frequency standards based on the effect of coherent population trapping

Danil A. Paryohin

Russian Metrological Institute of Technical Physics and Radio Engineering, Mendeleevo, Moscow region, Russia, paryohin@vniiftri.ru

Abstract. The problem of developing control algorithms in quantum frequency standards based on the effect of coherent population trapping is considered. The development of such algorithms will make it possible to create frequency standards with metrological characteristics that are not inferior to the characteristics of rubidium frequency standards, with reduced power consumption and overall dimensions. A method for studying the dependence of the actual value and frequency instability of quantum frequency standards based on the effect of coherent population trapping on the operating modes of individual parts of the standards is presented. As a criterion for optimizing the laser injection current, the output power of the microwave generator, and the cell temperature, we chose to minimize the effect on the shift of the actual frequency of the standard. A comparative analysis of methods for changing the radiation intensity of a surface-emitting laser with a vertical resonator has been carried out and control algorithms have been developed that take into account the features of these methods. Based on these algorithms, software and tuning methods have been developed in quantum frequency standards based on the effect of coherent population trapping. For the prototype standard, the results of measuring the frequency instability are shown. It is shown that control algorithms and tuning methods can qualitatively change the metrological characteristics of quantum frequency standards based on the effect of coherent population trapping.

Keywords: quantum frequency standard, coherent population trapping, control system, vertical-cavity surface-emitting laser (VCSEL)

Введение. Квантовые стандарты частоты (КСЧ) на основе атомов рубидия имеют высокие метрологические характеристики (малое отклонение действительного

значения частоты от номинального значения $\pm 2 \cdot 10^{-10}$; низкая нестабильность частоты, определяемая значением среднего квадратичного относительного двухвыборочного

отклонения частоты (СКДО) $6 \cdot 10^{-12}$ в интервале измерений 100 с), что позволяет применять их в таких областях народного хозяйства, как радионавигация, геодезия, метрология, радиоастрономия, связь, транспорт и наука. В зависимости от области применения КСЧ к их метрологическим (нестабильность частоты, отклонение действительного значения частоты, фазовый шум) и эксплуатационным (потребляемая мощность, габаритные размеры, время выхода на рабочий режим и непосредственно условия эксплуатации) характеристикам предъявляют различные требования. Следует отметить активно развивающееся направление создания малогабаритных КСЧ, которые могут быть интегрированы в качестве опорных генераторов частоты в различные технические устройства и системы: навигационные модули с использованием сигналов космических навигационных систем и инерциальных датчиков; системы защищённой связи с перебором частот; системы дистанционного зондирования Земли; беспилотные летательные аппараты; системы сбора и передачи данных и т. д. Для использования в таких системах малогабаритные КСЧ должны иметь следующие характеристики: СКДО $3,0 \cdot 10^{-11}$ в интервале измерений 1 с, габаритные размеры – менее 60 см^3 , энергопотребление – менее 300 мВт, время выхода на рабочий режим – менее 3 мин.

Наиболее перспективным вариантом малогабаритных высокостабильных КСЧ являются стандарты частоты, работающие на основе эффекта когерентного пленения населённости (КПН) (далее – КСЧ КПН) [1].

Эффект КПН проявляется под действием резонансного лазерного излучения: атом переходит в особое квантовое состояние, являющееся долгоживущей когерентной суперпозицией магнитных подуровней энергии основного состояния [2]. В таком состоянии атомы перестают рассеивать

резонансное излучение, поэтому его поглощение в среде резко уменьшается. Это также приводит к уменьшению флюоресценции атомов, из-за чего в литературе такие резонансы принято называть «тёмными». Одна из важнейших особенностей «тёмных» резонансов заключается в том, что их ширина, связанная с временем жизни «тёмного» состояния, может быть гораздо меньше естественной ширины спектральной линии и достигать сотен и единиц герц.

Для наблюдения «тёмных» резонансов можно использовать как одночастотные магнитооптические схемы возбуждения среды, так и многочастотные. В последнем случае, обычно используемом в КСЧ, спектр лазерного излучения содержит две оптические частоты, находящиеся в резонансе с соответствующими дипольными переходами в атомах. В случае с атомами щелочных металлов, имеющими только один электрон на внешней оболочке, предпочтительнее использовать линию D_1 для наблюдения резонансов КПН, поскольку в этом случае их контраст значительно выше, чем при использовании линии D_2 [3]. В КСЧ «тёмные» резонансы наблюдаются при сканировании разности частот. А именно, когда разность становится близка к микроволновой частоте сверхтонкого расщепления основного состояния в атоме, наблюдается узкий резонанс КПН. Таким образом, используя резонансы КПН, можно стабилизировать микроволновую частоту генератора.

Преимуществом КСЧ КПН по сравнению с малогабаритными рубидиевыми стандартами частоты [4] является отсутствие необходимости использования громоздкого сверхвысокочастотного (СВЧ) резонатора и спектральной лампы, заполненной парами щелочного металла (цезия, рубидия), имеющей высокое энергопотребление (порядка 0,5 Вт). Это даёт возможность при сохранении высоких метрологических характеристик существенно уменьшить габаритные размеры устройства и его энергопотребление.

Однако создание КСЧ КПН эффекта связано с необходимостью решения сложных технологических и научных задач:

необходимо разработать миниатюрные конструктивные элементы, лежащие в основе физической части квантового дискриминатора частоты. Такими элементами являются поверхностно-излучающий лазер с вертикальным резонатором и миниатюрная ячейка, заполненная буферными газами и парами щелочного металла;

поиск схмотехнических решений с целью уменьшения габаритных размеров устройства, сокращения потребляемой мощности и минимизации собственных шумов КСЧ;

создание алгоритмов и программного решения, обеспечивающих управление всеми узлами устройства, стабилизацию и точную регулировку температуры ячейки (относительная погрешность установки температуры ячейки не более $0,1^\circ \text{C}$), длины волны лазера, частоты СВЧ-генератора (абсолютная погрешность установки частоты не более 0,14 Гц), а также выход устройства на рабочий режим за время, не превышающее 3 мин при потребляемой мощности менее 300 мВт.

Основные источники шумов, влияющих на метрологические характеристики КСЧ, можно разделить на фундаментальные шумы, связанные с характеристиками физического

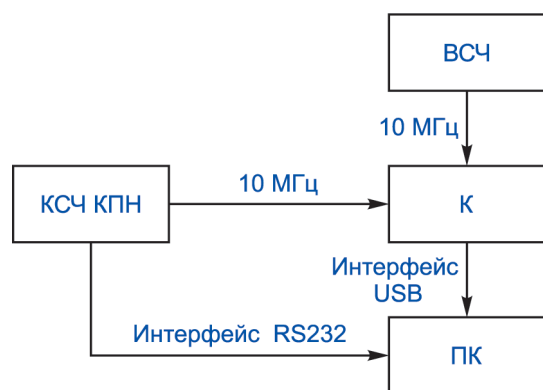


Рис. 1. Структурная схема экспериментальной установки:

КСЧ КПН – квантовый стандарт частоты на основе эффекта когерентного пленения населённости; ВЧ – водородный стандарт частоты Ч1-1006; К – частотный компаратор Ч7-315; ПК – персональный компьютер

Fig. 1. Block diagram of the experimental setup:

QFS CPT – quantum frequency standard based on the effect of coherent population trapping; HFS – hydrogen frequency standard Ч1-1006; C – frequency comparator Ч7-315; PC – personal computer

блока дискриминатора частоты, и технические, связанные со схемотехническим решением и режимом работы узлов стандарта. Поэтому для обеспечения высоких метрологических характеристик КСЧ КПН необходимо разработать алгоритмы управления, реализующие максимальный потенциал, заложенный в схемотехническое решение и физическую часть квантового дискриминатора частоты, что требует дополнительных исследований по влиянию алгоритмов управления КСЧ КПН на его метрологические характеристики. Для этого необходимо провести эксперименты по измерению влияния шумов составных частей при различных режимах работы КСЧ КПН.

Цель работы – показать необходимость исследований методов и алгоритмов управления в КСЧ КПН.

Метод. Для исследования влияния режимов работы составных частей КСЧ КПН на действительное значение и нестабильность частоты КСЧ КПН собрана экспериментальная установка. Структурная схема экспериментальной установки представлена на рис. 1. Исследуемые составные части КСЧ КПН: ячейка, заполненная щелочным металлом; поверхностно-излучающий лазер с вертикальным резонатором; катушки подмагничивания; СВЧ-генератор с номинальной частотой 3,417 ГГц.

В данной установке частота выходного сигнала КСЧ КПН 10 МГц сравнивается с опорной частотой водородного стандарта частоты Ч1-1006 с помощью компаратора Ч7-315. Данные с компаратора поступают на персональный компьютер и записываются в файл в соответствии со значениями исследуемых параметров КСЧ КПН, такими как абсолютное значение температуры ячейки с парами щелочного металла и буферными газами, ток инжекции лазера, выходная мощность и девиация частоты СВЧ-генератора.

Результаты. Результаты исследования зависимости абсолютной температуры ячейки показывают, что существует оптимальная температура, для которой характерно минимальное влияние на действительное значение частоты [5]. В работе [6] показано, что данная зависимость сдвига частоты от температуры ячейки, заполненной двухкомпонентным газом и содержащей щелочной метал, имеет следующий вид:

$$\Delta f(T) = P_0 \left[\frac{\gamma_1 + r\gamma_2}{1+r} (T - T_0)^2 + \frac{\delta_1 + r\delta_2}{1+r} (T - T_0) + \frac{\beta_1 + r\beta_2}{1+r} \right],$$

где β_i – коэффициент, отвечающий за сдвиг частоты в зависимости от парциального давления i -го компонента буферного газа; δ_i, γ_i – коэффициенты, отвечающие за сдвиг частоты в зависимости от температуры i -го компонента буферного газа (соответственно линейный и квадратичный); P_0 – полное давление буферного газа при нормальных условиях; r – отношение давлений газов (P_2/P_1) при нормальных условиях; T_0 – температура при нормальных условиях.

Измеренный в данной работе сдвиг действительного значения частоты в зависимости от абсолютного значения температуры ячейки представлен на рис. 2. Оптимальная температура ячейки составила 68,3 °С.

Исследования влияния выходной мощности СВЧ-генератора на сдвиг действительного значения частоты КСЧ КПН показали, что критерий максимального контраста КПН-резонанса не всегда является лучшим выбором. Так, при увеличении уровня СВЧ-сигнала вырастает индекс модуляции, что приводит к падению интенсивности спектральных составляющих, формирующих КПН-резонанс. Тем не менее, отношение сигнал-шум изменяется не столь значительно, что приводит к малому различию девиации Аллана в интервалах измерений 1 с. В то же время наблюдается существенный выигрыш в долговременной стабильности из-за малой чувствительности сдвига частоты КПН-резонанса от вариаций мощности СВЧ-генератора и оптической мощности лазера. С учётом этого был изменён метод настройки рабочих параметров КСЧ КПН с метода максимального контраста КПН-резонанса на метод, основанный на измерении зависимости сдвига действительного значения частоты КСЧ КПН. В таблице представлены соответствующие значения относительного смещения частоты при настройке рабочих параметров.

Одним из наиболее значимых факторов, оказывающим влияние на нестабильность частоты, является точность настройки длины волны лазера на переход линии D_1 . Существует два

Относительное смещение $\Delta f_1, \Delta f_2$ частоты КПН-резонанса соответственно до и после исследований в зависимости от параметров работы КСЧ

Параметр	Значение параметра	$\Delta f_1 \cdot 10^{11}$	$\Delta f_2 \cdot 10^{13}$
Температура ячейки	0,05 К	2,1	2,4
Ток инжекции лазера	10 мкА	8,5	8,1
Мощность СВЧ-генератора	0,1 дБм	3,4	4,5

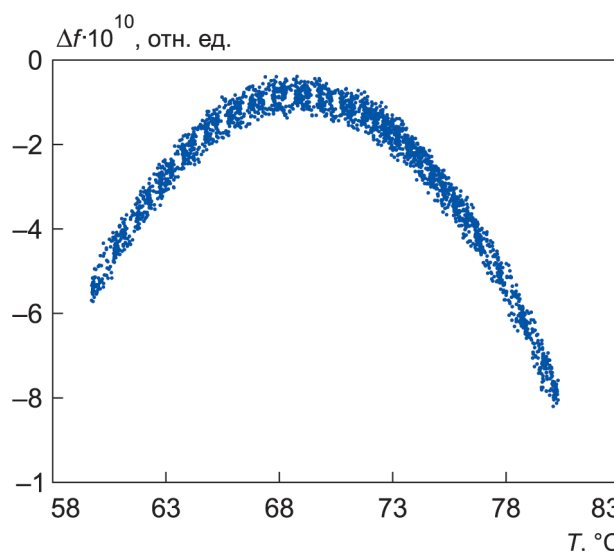


Рис. 2. Зависимость относительного сдвига частоты Δf КПН-резонанса от температуры T ячейки

Fig. 2. Dependence of the relative frequency shift Δf of the CPT resonance on the temperature T of the cell

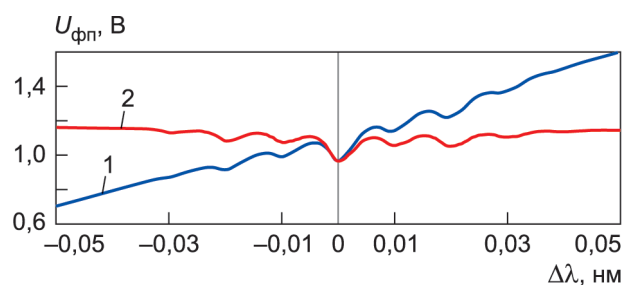


Рис. 3. Зависимость выходного сигнала $U_{\text{фп}}$ фотоприёмника вблизи спектра поглощения от длины волны $\Delta\lambda$ лазера:

1 – метод изменения тока лазера, $U_{\text{фп}} = 9,0\Delta\lambda + 1,15$; 2 – метод изменения температуры, $U_{\text{фп}} = 0,165\Delta\lambda + 1,15$

Fig. 3. Dependence of the $U_{\text{фп}}$ output signal of the photodetector near the absorption spectrum on the laser wavelength $\Delta\lambda$:

1 – method for changing the laser current, $U_{\text{фп}} = 9,0\Delta\lambda + 1,15$; 2 – method for changing the temperature, $U_{\text{фп}} = 0,165\Delta\lambda + 1,15$

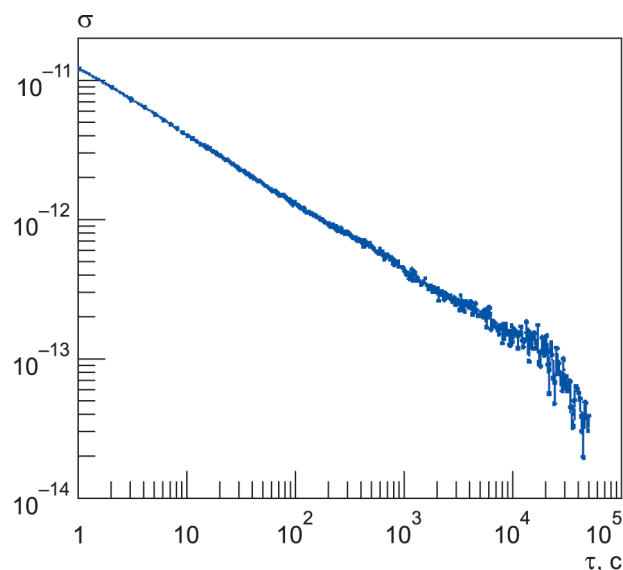


Рис. 4. Нестабильность частоты σ КСЧ КПН, выраженная в СКДО, обеспеченная с помощью разработанных алгоритмов управления; τ – интервал времени усреднения

Fig. 4. Instability of the frequency of the QSF CPT, expressed in AVAR, provided by the developed control algorithms; τ – averaging time interval

метода перестройки длины волны поверхностно-излучающего лазера с вертикальным резонатором.

Первый метод подразумевает изменение длины волны лазера посредством изменения тока инжекции лазера. Второй метод обеспечивает регулировку длины волны посредством изменения температуры лазера. Тщательное исследование этих методов позволило выделить их преимущества и недостатки. Основное преимущество первого метода – относительное быстродействие перестройки длины волны (характерные времена 10 нс), недостаток – появление дополнительного изменения интенсивности излучения к изменению длины волны.

Второй метод (изменение температуры лазера) также даёт изменение интенсивности излучения, однако это изменение более чем на порядок меньше, чем при изменении тока инжекции лазера. Дополнительным преимуществом второго метода является возможность установки заданной интенсивности излучения лазера с помощью изменения тока инжекции лазера. Однако этот метод обладает относительно низким быстродействием перестройки длины волны (характерные времена 10 мс).

Проведённые исследования позволили разработать алгоритм стабилизации длины волны лазера с учётом особенностей изменения длины волны лазера при изменении тока инжекции или температуры. Разработанный алгоритм учитывает асимметрию оптического спектра лазера, вызванную паразитной амплитудной модуляцией интенсивности излучения лазера при пробной модуляции током лазера. На рис. 3 представлено сравнение зависимостей изменения сигнала на фотоприёмнике вблизи спектра поглощения от длины волны лазера для различных методов изменения длины волны лазера: *кривая 1* представляет метод изменения тока инжекции лазера, а *кривая 2* – метод изменения его температуры.

С учётом вышесказанного разработаны алгоритмы, позволяющие обеспечить нестабильность частоты, представленную на рис. 4.

Анализ результатов. Полученные метрологические характеристики для КСЧ КПН в сравнении с результатами других авторов [7–10] являются передовыми. Но так же стоит отметить, что в работах, посвящённых промышленно выпускаемым КСЧ КПН, не приведены алгоритмы и методы управления КСЧ КПН, позволившие обеспечить авторам [7–10] заявленные метрологические характеристики. Например, такие технические тонкости, как метод перестройки длины волны лазера, учёт асимметрии оптического спектра лазера, критерий настройки мощности СВЧ-генератора или способ контроля интенсивности излучения лазера определяют итоговые метрологические характеристики. Так, отсутствие в литературе описания алгоритмов управления КСЧ КПН и методов его настройки других авторов не позволяет провести сравнительный анализ разработанных алгоритмов и выработать рекомендации к дальнейшему улучшению алгоритмов управления КСЧ КПН.

Заключение. Программное обеспечение в КСЧ КПН может качественно изменить их метрологические характеристики. В этом случае можно избежать значительного дрейфа действительного значения частоты КСЧ посредством усложнения алгоритмов управления его составными частями. В то время как отсутствие качественного анализа влияния алгоритмов управления в КСЧ КПН создаёт дополнительные трудности при разработке квантового стандарта частоты на основе эффекта корректного пленения населённости.

Список литературы

1. Svenja Knappe, Robert Wynands, John Kitching, Hugh G. Robinson, and Leo Hollberg, *Journal of the Optical Society of America B*, 2001, vol. 18, no. 11, pp. 1545–1553. <https://doi.org/10.1364/JOSAB.18.001545>

2. Arimondo E., *Progress in Optic*, 1996, vol. 35, pp. 257–354. [https://doi.org/10.1016/S0079-6638\(08\)70531-6](https://doi.org/10.1016/S0079-6638(08)70531-6)
3. Stähler M., Wynands R., Knappe S., Kitching J., Hollberg L., Taichenachev A., Yudin V., *Optics Letters*, 2002, vol. 27, pp. 1472–1474. <https://doi.org/10.1364/OL.27.001472>
4. Affolderbach C., Droz F., Milet G., *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, 2006, vol. 55, no. 2, pp. 429–435. <https://doi.org/10.1109/TIM.2006.870331>
5. Kozlova O., Danet J., Guérandel S., E. de Clercq, *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, 2014, vol. 63, no. 7, pp. 1863–1870. <https://doi.org/10.1109/TIM.2014.2298672>
6. Vanier J., Kunski R., Cyr N., Savard J., Tetu M., *Journal of Applied Physics*, 1982, vol. 53, no. 8, pp. 5387–5391. <https://doi.org/10.1063/1.331467>
7. Krzewick W., Mitchell J., Bollettiero J., Cash P., Wellwood K., Kosvin I., Zanca L., *Proceedings of the 2020 International Technical Meeting of The Institute of Navigation*, San Diego, California, January 2020, pp. 1070–1083. <https://doi.org/10.33012/2020.17198>
8. Lutwak R., Vlitass P., Varghese M., Mescher M., Serkland D. K., Peake G. M., *Proceedings of the 2005 IEEE International Frequency Control Symposium and Exposition*, 2005., Vancouver, BC, 2005, p. 6. <https://doi.org/10.1109/FREQ.2005.1574029>
9. Knappe S., Gerginov V., Schwindt P. D. D., Shah V., Robinson H. G., Hollberg L., and Kitching J., *Optics Letters*, 2005, vol. 30, no. 18, pp. 2351–2353. <https://doi.org/10.1364/OL.30.002351>
10. Zhao J., Liu R., Meng H., Hu E., He C., Wang Z., *Progress towards chip-scale atomic clock in Peking University, 2017 Joint Conference of the European Frequency and Time Forum and IEEE International Frequency Control Symposium (EFTF/IFCS)*, 2017, Besancon, pp. 611–613. <https://doi.org/10.1109/FCS.2017.8088973>

References

1. Svenja Knappe, Robert Wynands, John Kitching, Hugh G. Robinson, and Leo Hollberg, *Journal of the Optical Society of*

America B, 2001, vol. 18, no. 11, pp. 1545–1553. <https://doi.org/10.1364/JOSAB.18.001545>

2. Arimondo E., *Progress in Optic*, 1996, vol. 35, pp. 257–354. [https://doi.org/10.1016/S0079-6638\(08\)70531-6](https://doi.org/10.1016/S0079-6638(08)70531-6)
3. Stähler M., Wynands R., Knappe S., Kitching J., Hollberg L., Taichenachev A., Yudin V., *Optics Letters*, 2002, vol. 27, pp. 1472–1474. <https://doi.org/10.1364/OL.27.001472>
4. Affolderbach C., Droz F., Milet G., *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, 2006, vol. 55, no. 2, pp. 429–435. <https://doi.org/10.1109/TIM.2006.870331>
5. Kozlova O., Danet J., Guérandel S., E. de Clercq, *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, 2014, vol. 63, no. 7, pp. 1863–1870. <https://doi.org/10.1109/TIM.2014.2298672>
6. Vanier J., Kunski R., Cyr N., Savard J., Tetu M., *Journal of Applied Physics*, 1982, vol. 53, no. 8, pp. 5387–5391. <https://doi.org/10.1063/1.331467>
7. Krzewick W., Mitchell J., Bollettiero J., Cash P., Wellwood K., Kosvin I., Zanca L., *Proceedings of the 2020 International Technical Meeting of The Institute of Navigation*, San Diego, California, January 2020, pp. 1070–1083. <https://doi.org/10.33012/2020.17198>
8. Lutwak R., Vlitass P., Varghese M., Mescher M., Serkland D. K., Peake G. M., *Proceedings of the 2005 IEEE International Frequency Control Symposium and Exposition*, 2005., Vancouver, BC, 2005, p. 6. <https://doi.org/10.1109/FREQ.2005.1574029>
9. Knappe S., Gerginov V., Schwindt P. D. D., Shah V., Robinson H. G., Hollberg L., and Kitching J., *Optics Letters*, 2005, vol. 30, no. 18, pp. 2351–2353. <https://doi.org/10.1364/OL.30.002351>
10. Zhao J., Liu R., Meng H., Hu E., He C., Wang Z., *Progress towards chip-scale atomic clock in Peking University, 2017 Joint Conference of the European Frequency and Time Forum and IEEE International Frequency Control Symposium (EFTF/IFCS)*, 2017, Besancon, pp. 611–613. <https://doi.org/10.1109/FCS.2017.8088973>

Статья поступила в редакцию 02.07.2020;
принята к публикации 02.08.2020.

Новая реперная точка орбитальной калибровочной шкалы на базе эвтектического сплава In-Bi для применения в высокостабильных опорных бортовых излучателях нового поколения

Андрей Александрович Бурдакин^{1✉}, Валерий Рудольфович Гаврилов², Екатерина Александровна Ус³, Виталий Сергеевич Бормашов⁴

^{1, 2, 3, 4} Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений, Москва, Россия

¹burdakin-m4@vniiofi.ru[✉], ²gavrilov@vniiofi.ru, ³eus@vniiofi.ru, ⁴bormashov@vniiofi.ru

Аннотация. Рассмотрена проблема обеспечения стабильности спутниковой аппаратуры наблюдения Земли, ведущей долговременные температурные измерения в тепловом инфракрасном спектральном диапазоне. Для надёжного полётного контроля характеристик спутниковой инфракрасной аппаратуры необходимо повышать стабильность опорных бортовых излучателей. Функцию таких высокостабильных излучателей должны выполнить разрабатываемые в настоящее время бортовые чёрные тела нового поколения, основанные на явлении фазового перехода плавление↔затвердевание. В рамках этих работ требуется создать орбитальную калибровочную шкалу в динамическом температурном диапазоне систем наблюдения Земли 210–350 К из реперных точек температур фазового перехода ряда потенциально пригодных веществ. На реперных точках орбитальной калибровочной шкалы будет построен соответствующий ряд опорных бортовых чёрных тел. Показано, что для решения поставленной задачи следует провести серию космических экспериментов с выбранными реперными точками и прототипами перспективных бортовых чёрных тел на основе фазового перехода. В качестве важной точки будущей орбитальной калибровочной шкалы предложена новая реперная точка температуры плавления эвтектического сплава In-Bi (~345 К). Проанализированы результаты предварительных лабораторных исследований новой реперной точки. Полученные результаты позволили начать подготовку космических экспериментов для исследования сплава In-Bi с целью его применения в опорных бортовых излучателях нового поколения.

Ключевые слова: космический эксперимент, орбитальная калибровочная шкала, реперная точка температуры, сплав In-Bi, бортовое чёрное тело, фазовый переход, эвтектический сплав

Для цитирования: Бурдакин А. А., Гаврилов В. Р., Ус Е. А., Бормашов В. С. Новая реперная точка орбитальной калибровочной шкалы на базе эвтектического сплава In-Bi для применения в высокостабильных опорных бортовых излучателях нового поколения // Измерительная техника. 2021. № 1. С. 32–37. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-1-32-37>

New fixed point of on-orbit calibration scale based on the In-Bi eutectic alloy for application in novel high-stable space-borne standard sources

Andrei A. Burdakin^{1✉}, Valerii R. Gavrilov², Ekaterina A. Us³, Vitalii S. Bormashov⁴

^{1, 2, 3, 4} All-Russian Scientific and Research Institute for Optical and Physical Measurements, Moscow, Russia

¹burdakin-m4@vniiofi.ru[✉], ²gavrilov@vniiofi.ru, ³eus@vniiofi.ru, ⁴bormashov@vniiofi.ru

Abstract. The problem of ensuring stability of Earth observation space-borne instruments undertaking long-term temperature measurements within thermal IR spectral range is described. For in-flight reliable control of the space-borne IR instruments characteristics the stability of onboard reference sources should be improved. The function of these high-stable sources will be executed by novel onboard blackbodies, incorporating the melt↔freeze phase transition phenomenon, currently being developed. As a part of these works the task of realizing an on-orbit calibration scale within the dynamic temperature range of Earth observation systems 210–350 K based on fixed-point phase transition temperatures of a number of potentially suitable substances is advanced. The corresponding series of the onboard reference blackbodies will be set up on the basis of the on-orbit calibration scale fixed points. It is shown that the achievement of the target lies in carrying out a number of in-flight experiments with the selected fixed points and the prospective onboard fixed-point blackbodies prototypes. The new In-Bi eutectic alloy melt temperature fixed point (~345 K) is proposed as the significant fixed points of the future on-orbit calibration scale. The results of the new fixed point preliminary laboratory studies have been analyzed. The results allowed to start preparation of the in-flight experiments investigating the In-Bi alloy for the purpose of its application in the novel onboard reference sources.

Keywords: space experiment, on-orbit calibration scale, fixed-point temperature, In-Bi alloy, onboard blackbody, phase transition, eutectic

Введение. Результаты измерений температуры атмосферных, водных и сухопутных объектов Земли с помощью спутниковой аппаратуры наблюдения Земли (САНЗ) широко используются в климатологии, метеорологии, при контроле состояния окружающей среды. Достоверность результатов за многолетний период наблюдений зависит от долговременной стабильности радиометрических характеристик САНЗ. Наиболее высокие требования к стабильности САНЗ, вытекающие из цели мониторинга глобальных климатических изменений, предъявляются в тепловом инфракрасном (ИК) спектральном диапазоне и составляют примерно 0,03 К за десятилетие [1]. В настоящее время задача обеспечения на требуемом уровне стабильности полётных характеристик САНЗ в тепловом ИК-диапазоне не решена [2].

Для решения данной проблемы в работе [2] для полётного контроля стабильности САНЗ предложено применять перспективные бортовые чёрные тела (БЧТ) нового поколения, основанные на явлении фазового перехода (ФП) плавление↔затвердевание веществ (БЧТ на ФП, или реперные БЧТ). В силу фундаментального свойства – постоянства температуры ФП – реперные БЧТ должны обладать более высокой стабильностью характеристик опорного излучения, чем применяемые в настоящее время бортовые калибраторы. Возможны два направления реализации этой идеи:

создание встроенных в излучатель (как протяжённый, так и полостной) миниатюрных термометрических ячеек для полётного контроля датчиков температуры в системе термостатирования БЧТ по температуре ФП вещества в ячейке (реперной точке);

создание полостных БЧТ на ФП, излучающая полость которых окружается рабочим веществом, в режиме калибровки претерпевающим ФП, что непосредственно обеспечивает стабильность операционной температуры излучателя.

Работы по обоим направлениям, охватывающие подготовку и проведение серии космических экспериментов, проходят во ВНИИОФИ с 2006 г. (с учётом предварительных лабораторных исследований). По первому направлению завершена подготовка к проведению в российском сегменте Международной космической станции первого этапа космического эксперимента «Репер-Калибр» и продолжается подготовка к его второму этапу. По второму направлению в 2014 г. на борту космического аппарата «Фотон-М» № 4 был проведен космический эксперимент «Калибр» [3, 4], а в настоящее время к проведению на борту космического аппарата «Бион-М» № 2 готовится космический эксперимент «Калибр-2».

Целью космического эксперимента «Репер-Калибр» является разработка орбитальной калибровочной шкалы на реперных точках температуры ФП плавление↔кристаллизация ряда веществ (преимущественно эвтектических сплавов, или эвтектик) для построения на следующем шаге соответствующего ряда реперных БЧТ. В космических экспериментах «Калибр» и «Калибр-2» поставлена аналогичная задача исследования в условиях невесомости реперных точек на базе веществ, потенциально пригодных для БЧТ на ФП. Но кроме того, в этих экспериментах одновременно происходит тестирование в условиях орбитального полёта прототипов

полостных БЧТ на основе фазового перехода исследуемых веществ.

В числе реперных точек, исследуемых в серии КЭ, есть малоизученная и, как будет показано ниже, перспективная для применения в разрабатываемых БЧТ на ФП реперная точка на базе эвтектического сплава In-Bi (температура ФП примерно 345 К). В настоящей статье приведены основные результаты предварительных лабораторных исследований новой реперной точки на базе сплава In-Bi и кратко описаны цели и задачи КЭ, в которых она будет изучена в условиях невесомости.

Реперные точки в динамическом температурном диапазоне систем наблюдения Земли. Температуры поверхности океанов и суши, многолетние измерения которых с помощью САНЗ позволяют судить о глобальных климатических изменениях, варьируются в пределах динамического температурного диапазона систем наблюдения Земли 210–350 К. В соответствии с этим предпочтительно выбирать рабочие вещества перспективных БЧТ на ФП, предназначенных для полётного контроля стабильности САНЗ, с температурами фазового перехода веществ (реперными точками) в том же диапазоне. В этом достаточно протяжённом диапазоне находятся три реперные точки действующей температурной шкалы МТШ-90: тройная точка ртути Hg (~234,3 К), тройная точка воды (273,16 К) и точка плавления галлия Ga (~302,9 К). В условиях орбитального полёта тройные точки Hg и воды можно заменить менее сложными в реализации точками плавления. Тем не менее создание орбитальной калибровочной шкалы требует более плотного заполнения данного температурного интервала путём разработки дополнительных реперных точек.

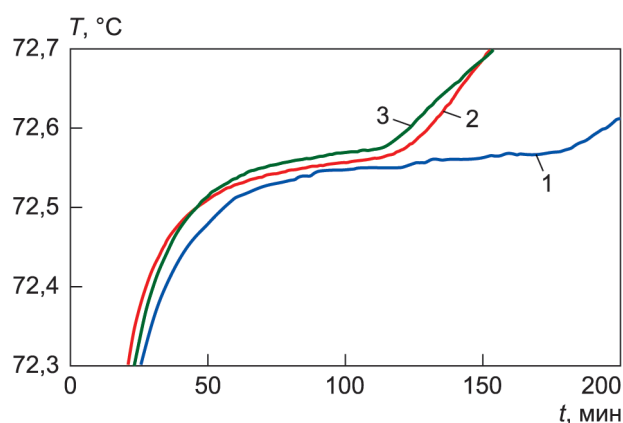
В этом отношении наиболее перспективны новые эвтектические реперные точки (ЭРТ), разрабатываемые, как правило, на базе интерметаллических эвтектических сплавов [5, 6]. В отличие от реперных точек на базе природных веществ ЭРТ можно создать практически в любом представляющем интерес температурном интервале путём подбора компонентов сплава. Приведём некоторые интерметаллические эвтектические сплавы с примерными температурами ФП, потенциально пригодные для создания ЭРТ в диапазоне 210–350 К в дополнение к существующим реперным точкам: Ga-In-Sn (~283,6 К); Ga-In (~288,8 К); Ga-Sn (~293,6 К); Ga-Zn (~298,3 К); In-Bi-Sn (~332 К); In-Bi (~345 К).

Значения ЭРТ принято определять по температуре плавления, а не кристаллизации, как это происходит в случае монометаллических реперных точек МТШ-90, за исключением галлия. Реперная точка кристаллизации эвтектических сплавов имеет принципиальный недостаток из-за эффекта понижения экспериментального значения температуры кристаллизации по отношению к равновесному значению температуры ФП, одинаковому для кристаллизации и плавления. И, что даже важнее, ЭРТ плавления имеет более высокую повторяемость. Далее под характеристиками ЭРТ будем подразумевать характеристики температурного плато плавления эвтектического сплава.

Необходимость проведения космического эксперимента с реперными точками орбитальной калибровочной шкалы. В условиях невесомости могут измениться характеристики температурных плато ФП плавление↔кристаллизация рабочих веществ БЧТ на ФП (реперных точек), а следовательно, характеристики самих опорных реперных БЧТ в режиме калибровки аппаратуры. Отсюда вытекает необходимость исследований в условиях невесомости реперных точек, потенциально пригодных для применения в БЧТ на ФП.

Практическое значение космического эксперимента заключается в разработке орбитальной калибровочной шкалы в интервале 210–350 К, насыщенной реперными точками, и создании затем ряда опорных БЧТ на реперных точках шкалы. Фиксированная операционная/реперная температура БЧТ на ФП является их определённым недостатком, который будет менее заметен в случае более плотного заполнения шкалы реперными точками (с привлечением ЭРТ). Эвтектические системы являются более гравитационно-чувствительными с точки зрения механизма ФП, чем индивидуальные вещества (преимущественно металлы), применяемые в МТШ-90, и поэтому ЭРТ представляют первостепенный интерес для исследований в невесомости. В качестве основных объектов исследования в серии КЭ, постановщиком которых является ВНИИОФИ [7], выбран ряд эвтектических сплавов (Ga-In, Ga-Sn, Ga-Zn, In-Bi), температуры ФП которых принадлежат динамическому температурному диапазону.

Задачи космических экспериментов. В 2014 г. на борту космического аппарата «Фотон-М» № 4 проведён космический эксперимент «Калибр» с прототипом полостного БЧТ на основе ФП плавления Ga (~302,9 К). В результате исследованы реперные плато плавления Ga, полученные в условиях невесомости, а также в условиях орбитального полёта протестирован первый прототип БЧТ нового поколения на основе ФП [3, 4].



Плато плавления образцов 1–3 сплава In-In₂Bi разных составов: 1 — приблизительно эвтектического (33,3 масс. % Bi); 2 — заэвтектического (37,1 масс. % Bi); 3 — доэвтектического (24,0 масс. % Bi)

Melting plateaus of three samples of the In-In₂Bi alloy:

1 — the sample of approximate eutectic composition (33.3 mass % Bi); 2 — the sample of hypereutectic composition (37.1 mass % Bi); 3 — the sample of hypoeutectic composition (24.0 mass % Bi)

На первом этапе предстоящего космического эксперимента «Репер-Калибр» объектами эксперимента в условиях невесомости являются эвтектические сплавы Ga-In (~288,8 К), Ga-Sn (~293,6 К), Ga-Zn (~298,3 К), а также элементарный Ga (поскольку на нём основана хорошо изученная реперная точка МТШ-90). Согласно предварительным лабораторным исследованиям выбранные на первом этапе космического эксперимента вещества действительно перспективны для применения в будущих БЧТ на ФП [8]. При этом реперные точки плавления на базе Ga и его интерметаллических эвтектических сплавов образуют довольно узкую орбитальную калибровочную шкалу в пределах примерно 283–303 К. Однако в данном интервале находятся температуры поверхности большей части Мирового океана, измерение которых имеет первостепенное значение для мониторинга глобальных климатических изменений.

С включением эвтектического сплава In-Bi и воды в ряд потенциально пригодных для БЧТ на ФП веществ орбитальная калибровочная шкала расширится примерно до 273–345 К. Реперные точки ФП плавления сплава In-Bi и льда будут исследованы на втором этапе космического эксперимента «Репер-Калибр». В предстоящем космическом эксперименте «Калибр-2» сплав In-Bi выполняет функцию рабочего вещества следующего прототипа полостного БЧТ на ФП, с более высокой операционной температурой ~345 К. Таким образом, в космическом эксперименте «Калибр-2» одновременно с исследованием реперной точки на базе эвтектического сплава In-Bi тестируется и соответствующий прототип БЧТ на ФП.

В соответствии с направленностью космических экспериментов «Калибр» и «Калибр-2» точка наблюдения температуры находится вблизи поверхности имитатора излучающей полости прототипа БЧТ на ФП, в космическом эксперименте «Репер-Калибр» — в канале термометрической ячейки.

По термограммам космических экспериментов анализируется качество (продолжительность, форма, температурный дрейф) и повторяемость реперных плато плавления, полученных в условиях невесомости. Качество и повторяемость в циклах плавления — кристаллизации реперных плато служат также критериями правильности конструктивных принципов, заложенных в прототипы высокостабильных БЧТ на ФП.

Предварительные исследования реперной точки на основе эвтектического сплава In-Bi. На диаграмме фазового равновесия системы In-Bi присутствуют несколько эвтектик с различными температурами ФП плавление↔кристаллизация [9]. Из них, как наиболее подходящую по температуре ФП (~345 К) для разработки новой реперной точки, выбрали эвтектику In-In₂Bi (обозначена в настоящей статье In-Bi по составляющим компонентам).

До начала работ по КЭ новую реперную точку на базе эвтектического сплава In-Bi предварительно исследовали в термометрических ячейках малого размера (не более 150 г вещества). Необходимость в применении малогабаритных реперных точек обусловлена общими требованиями к аппаратуре, предназначенной для эксплуатации на борту космических аппаратов (малые массогабаритные характеристики и низкое энергопотребление).

Конструкция термометрических ячеек со сплавом In-Bi, методика эксперимента, измерительная аппаратура полностью соответствуют проведению аналогичных исследований малогабаритных реперных точек на базе галлия и галлиевых эвтектик [8].

Были изготовлены ячейки с тремя образцами сплава In-Bi разного состава: образец 1 – близкий к эвтектическому составу; образец 2 – заэвтектического состава (с точки зрения содержания в сплаве висмута); образец 3 – доэвтектического состава. На рисунке представлены типичные плато плавления образцов сплава In-Bi при температуре термостата, превышающей температуру плавления сплава примерно на один градус. Согласно теории [10] плато плавления сплавов до- и заэвтектического составов оказались менее протяжёнными, чем плато плавления сплава, близкого по составу к эвтектическому: примерно 1 и 1,5 ч соответственно (см. рисунок). Плато плавления образца 1 имеет наименьший угол наклона, но в силу его большей продолжительности температурный дрейф для всех плато практически одинаков и составляет приблизительно 30 мК. В целом можно сделать вывод, что качество плато плавления сплава In-Bi оказалось достаточно высоким с точки зрения конечной цели работ – создания опорных БЧТ на основе ФП.

В непродолжительных экспериментах (наземных и космических) критерием пригодности реперной точки для построения БЧТ на ФП с высокой долговременной стабильностью может служить повторяемость σ её экспериментального значения в циклах плавления – кристаллизации. Плато плавления эвтектических сплавов присущ больший температурный дрейф, чем в случае металлов, поэтому экспериментально определяемое значение температуры ЭРТ в определённой мере будет условным – зависящим от выбора точки на плато. Таким образом, при оценке повторяемости ЭРТ в первую очередь необходимо выбрать метод определения экспериментального значения её температуры по плато плавления. Авторами настоящей статьи выбран метод отождествления условного значения ЭРТ с «точкой отрыва» (“the run-off point”), определяемой как конец квазилинейного участка плато плавления [6]. Повторяемость экспериментальных значений реперной точки на основе ФП плавления эвтектического сплава In-Bi составила $\sigma \approx 3$ мК (на основании анализа девяти плато плавления образцов 1–3).

Таким образом, характеристики ЭРТ на базе сплава In-Bi делают эту реперную точку перспективной для построения соответствующего БЧТ на ФП с целью полётного контроля стабильности САНЗ. Полученный результат позволяет перейти к подготовке КЭ «Калибр-2» с прототипом БЧТ на основе фазового перехода плавления эвтектического сплава In-Bi.

Предстоящие исследования эвтектической реперной точки на базе сплава In-Bi в условиях невесомости. Как уже отмечалось, исследование характеристик ЭРТ на базе сплава In-Bi в условиях невесомости будет реализовано в космических экспериментах «Калибр-2» и «Репер-Калибр» (на его втором этапе). Предположение о влиянии силы гравитации на характеристики ЭРТ (по крайней мере, более значительном, чем для монометаллических реперных точек)

следует из анализа особенностей структуры эвтектических сплавов и вытекающей отсюда специфики механизма эвтектического ФП.

Фазовая структура эвтектических сплавов в твёрдом состоянии резко неоднородна по содержанию компонентов сплава в эвтектических фазах. Размеры эвтектических фаз могут быть значительными – от одного до десятков микрометров в зависимости от типа эвтектики [10, 11], что ещё более увеличивает неоднородность эвтектического сплава. При температуре ФП неоднородный по распределению атомов компонентов эвтектический сплав в состоянии равновесия сосуществует с однородным расплавом. С точки зрения механизма ФП это означает, что в процессе ФП атомы компонентов эвтектического сплава перемещаются в жидкой фазе на расстояния, на несколько порядков большие смещения атомов при плавлении или кристаллизации однокомпонентных металлов. Такое перемещение атомов в расплаве эвтектики приводит не только к переносу массы на значительные расстояния, но и (при градиентах температуры) к соответствующему переносу теплоты. Тепломассоперенос в жидкой фазе (в расплаве) зависит от силы гравитации [например, 12], что делает ЭРТ гравитационно-чувствительными при реализации ФП в эвтектических сплавах.

Таким образом, изменение в условиях невесомости характера тепломассопереноса в расплаве эвтектики способно существенно повлиять на механизм эвтектического ФП и, как следствие, на характеристики реперного плато плавления, что предстоит проверить в ходе КЭ с эвтектическими сплавами, включая сплав In-Bi.

Кроме того, многокомпонентным системам, в том числе эвтектическим сплавам, в наземных условиях присуща макроскопическая неоднородность в распределении компонентов по объёму образца (седиментация) вследствие различия их атомного веса [11]. Обусловленная силой гравитации седиментация происходит в расплавленном состоянии, фиксируется в процессе кристаллизации и влияет на характеристики реперного плато при последующем плавлении эвтектического сплава [13]. Вследствие исчезновения в невесомости причин для седиментации характеристики плато также могут изменяться. С этой точки зрения сплав In-Bi является ещё более интересным объектом для КЭ, чем эвтектические сплавы на основе Ga (Ga-In, Ga-Sn, Ga-Zn). Это связано с тем, что атомные веса In и Bi отличаются друг от друга больше, чем атомный вес Ga отличается от атомных весов In, Sn, Zn. Следовательно, можно ожидать, что влияние силы гравитации на характеристики реперного плато плавления сплава In-Bi будет более значительным из-за седиментации.

Заключение. В работах, касающихся проблемы создания БЧТ на ФП, или реперных БЧТ, в качестве потенциально пригодных рабочих веществ рассматриваются, как правило, галлий и эвтектические сплавы на его основе [например, 14]. Как было отмечено, на этих реперных точках может быть построена довольно узкая (в пределах 283–303 К), хотя и очень важная для мониторинга глобальных климатических изменений, орбитальная калибровочная шкала.

Предложенная новая реперная точка на базе эвтектического сплава In-Bi (~345 K) расширяет орбитальную калибровочную шкалу до верхнего предела динамического температурного диапазона систем наблюдения Земли. (Включение воды в число исследуемых в космических экспериментах веществ преследует цель расширения орбитальной калибровочной шкалы в сторону низких температур.)

Достаточно протяжённая, насыщенная реперными точками орбитальная калибровочная шкала в температурном диапазоне 210–350 K необходима для разработки на её основе ряда БЧТ на ФП – высокостабильных опорных бортовых излучателей нового поколения. Создание ряда опорных бортовых излучателей на низкотемпературных реперных точках будет означать появление радиометрической орбитальной калибровочной шкалы для полётного контроля стабильности САНЗ в ИК спектральном диапазоне.

Предварительные исследования реперной точки температуры плавления эвтектического сплава In-Bi продемонстрировали её перспективность для включения в орбитальную калибровочную шкалу. Это позволило сделать сплав In-Bi одним из объектов исследования в серии космических экспериментах, необходимых для продолжения работ по созданию БЧТ на ФП.

Представленные в работе исследования реперной точки на базе эвтектического сплава In-Bi выполнены с использованием оборудования ЦКП высокоточных измерительных технологий в области фотоники (скр.vniiofi.ru), созданного на базе ФГУП «ВНИИОФИ» и финансово поддержанного Минобрнауки России в рамках выполнения соглашения № 05.595.21.0005 (уникальный идентификатор RFMEFI59519X0005).

Список литературы

1. The Response of the Committee on Earth Observation Satellites (CEOS) to the Global Climate Observing System Implementation Plan 2010 (GCOS IP-10), Edited by CEOS, 2012, 55 p.
2. Victor I. Sapritsky, Andrey A. Burdakin, Boris B. Khlevnoy, Svetlana P. Morozova, Sergey A. Ogarev, Alexander S. Panfilov, Vladimir N. Krutikov, Gail Bingham, Thomas Humpherys, Joseph J. Tansock, Alan V. Thurgood, Victor E. Privalsky, *Journal of Applied Remote Sensing*, 2009, vol. 3 (1), p. 033506. <https://doi.org/10.1117/1.3086288>
3. Саприцкий В. И., Бурдакин А. А., Иванов А. И., Крутиков В. Н., Лисянский Б. Е., Лысак А. С., Морозова С. П., Панфилов А. С., Пузанов А. В., Раков В. В., Самойлов М. Л., Ус Е. А., Хлевной Б. Б. Реализация высокостабильных опорных бортовых излучателей в эксперименте «Калибр» на космическом аппарате «Фотон-М» № 4 // Исследование Земли из космоса. 2016. № 4. С. 85–88. <https://doi.org/10.7868/S0205961416030064>
4. Burdakin A., Khlevnoy B., Krutikov V., Puzanov A., Samoylov M., Sapritsky V., Us E., Ivanov A., Kudashkina M., *Proceedings of the 13th International Conference on New Developments and Applications in Optical Radiometry "NEWRAD 2017"*, Tokyo, 13–16 June, 2017, Local Organizing Committee (LOC) of NEWRAD Publ., 2017, pp. 28–29.

5. Ancsin J., *Metrologia*, 1990, vol. 27 (1), pp. 89–93. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/27/2/007>
6. Ancsin J., *Metrologia*, 2006, vol. 43 (1), pp. 60–66. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/43/1/009>
7. Burdakin A., Khlevnoy B., Krutikov V., Panfilov A., Puzanov A., Samoylov M., Sapritsky V., Us E., Lysak A., Kudashkina M., *Proceedings of the 12th International Conference on New Developments and Applications in Optical Radiometry "NEWRAD 2014"*, Aalto, 24–27 June, 2014, Aalto University Publ., 2014, pp. 57–58.
8. Burdakin A., Khlevnoy B., Samoylov M., Sapritsky V., Ogarev S., Panfilov A., Bingham G., Privalsky V., Tansock J., Humpherys T., *Metrologia*, 2008, vol. 45 (1), pp. 75–82. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/45/1/011>
9. Лякишев Н. П. Диаграммы состояния двойных металлических систем. Справочник в 3-х т. М.: Машиностроение, 1996.
10. Бочвар А. А. Металловедение. М.: Металлургиздат, 1956. 495 с.
11. Залкин В. М. Природа эвтектических сплавов и эффект контактного плавления. М.: Металлургия, 1987. 152 с.
12. Avduevsky V., Grishin S., Savitchev V., *Acta Astronautica*, 1980, vol. 7, pp. 867–876. [https://doi.org/10.1016/0094-5765\(80\)90076-4](https://doi.org/10.1016/0094-5765(80)90076-4)
13. Ivanova A., Gerasimov S., Elgourdou M., Renaot E., *Proceedings of the 9th International Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science "Tempmeko 2004"*, Cavtat-Dubrovnik, 21–25 June, 2004, University of Zagreb Publ., 2005, vol.1, pp. 267–270.
14. Gero P. Jonathan, Dykema John A., and Anderson James G., *Journal of Atmospheric and Oceanic Technologies*, 2008, vol. 25, pp. 2046–2054. <https://doi.org/10.1175/2008JTECHA1100.1>

References

1. The Response of the Committee on Earth Observation Satellites (CEOS) to the Global Climate Observing System Implementation Plan 2010 (GCOS IP-10), Edited by CEOS, 2012, 55 p.
2. Victor I. Sapritsky, Andrey A. Burdakin, Boris B. Khlevnoy, Svetlana P. Morozova, Sergey A. Ogarev, Alexander S. Panfilov, Vladimir N. Krutikov, Gail Bingham, Thomas Humpherys, Joseph J. Tansock, Alan V. Thurgood, Victor E. Privalsky, *Journal of Applied Remote Sensing*, 2009, vol. 3 (1), p. 033506. <https://doi.org/10.1117/1.3086288>
3. V. I. Sapritskii, A. A. Burdakin, A. I. Ivanov, V. N. Krutikov, B. E. Lisyanskii, A. S. Lysak, S. P. Morozova, A. S. Panfilov, A. V. Puzanov, V. V. Rakov, M. L. Samoylov, E. A. Us, B. B. Khlevnoy, *Issledovanie Zemli iz kosmosa*, 2016, no. 4, pp. 85–88 (in Russian). <https://doi.org/10.7868/S0205961416030064>
4. Burdakin A., Khlevnoy B., Krutikov V., Puzanov A., Samoylov M., Sapritsky V., Us E., Ivanov A., Kudashkina M., *Proceedings of the 13th International Conference on New Developments and Applications in Optical Radiometry "NEWRAD 2017"*, Tokyo, 13–16 June, 2017, Local Organizing Committee (LOC) of NEWRAD Publ., 2017, pp. 28–29.
5. Ancsin J., *Metrologia*, 1990, vol. 27 (1), pp. 89–93. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/27/2/007>

6. Ancsin J., *Metrologia*, 2006, vol. 43 (1), pp. 60–66.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/43/1/009>
7. Burdakin A., Khlevnoy B., Krutikov V., Panfilov A., Puzanov A., Samoylov M., Sapritsky V., Us E., Lysak A., Kudashkina M., *Proceedings of the 12th International Conference on New Developments and Applications in Optical Radiometry "NEWRAD 2014"*, Aalto, 24–27 June, 2014, Aalto University Publ., 2014, pp. 57–58.
8. Burdakin A., Khlevnoy B., Samoylov M., Sapritsky V., Ogarev S., Panfilov A., Bingham G., Privalsky V., Tansock J., Humpherys T., *Metrologia*, 2008, vol. 45 (1), pp. 75–82.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/45/1/011>
9. Lyakishev N. P., *Diagrammy sostoyaniya dvoynykh metallicheskih system*, Moscow, Mashinostroenie Publ., 1996 (in Russian).
10. Bochvar A. A., *Metallovedenie*, Moscow, Metallurgizdat Publ., 1956 (in Russian).
11. Zalkin V. M., *Priroda evtekticheskikh splavov i effekt kontakt-nogo plavleniya*, Moscow, Metallurgiya Publ., 1987 (in Russian).
12. Avduevsky V., Grishin S., Savitchev V., *Acta Astronautica*, 1980, vol. 7, pp. 867–876.
[https://doi.org/10.1016/0094-5765\(80\)90076-4](https://doi.org/10.1016/0094-5765(80)90076-4)
13. Ivanova A., Gerasimov S., Elgourdou M., Renaot E., *Proceedings of the 9th International Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science "Tempmeko 2004"*, Cavtat-Dubrovnik, 21–25 June, 2004, University of Zagreb Publ., 2005, vol.1, pp. 267–270.
14. Gero P. Jonathan, Dykema John A., and Anderson James G., *Journal of Atmospheric and Oceanic Technologies*, 2008, vol. 25, pp. 2046–2054. <https://doi.org/10.1175/2008JTECHA1100.1>

Статья поступила в редакцию 26.08.2020;
принята к публикации 02.10.2020.

Измерение пространственных характеристик эрозионной лазерной плазмы кремния с помощью малогабаритных спектрометров высокого разрешения

Борис Алексеевич Лапшинов^{1✉}, Николай Иванович Тимченко²

^{1, 2} Научно-исследовательский институт перспективных материалов и технологий, Москва, Россия

¹lbaniipmt@mail.ru✉, ²njtim@mail.ru

Аннотация. Исследованы пространственные характеристики эрозионной лазерной плазмы. Рассмотрено применение малогабаритных спектрометров видимого и ультрафиолетового диапазонов для регистрации спектра излучения плазмы. Эрозионная лазерная плазма сформирована на поверхности кремниевой мишени под действием импульсного излучения лазера с длиной волны 1064 нм при нормальных атмосферных условиях. С использованием перемещаемой щелевой диафрагмы, ориентированной параллельно поверхности мишени, проведено сканирование лазерного плазменного факела. Излучение эрозионной лазерной плазмы зафиксировано с помощью малогабаритных спектрометров. На основании полученных спектров излучения плазмы выявлены зависимости интенсивности спектральных линий кремния от геометрического положения щелевой диафрагмы. Проведено сравнение интенсивностей спектральных линий кремния на полированной и шлифованной сторонах мишени.

Ключевые слова: эрозионная лазерная плазма, кремниевая мишень, спектр излучения, интенсивность спектральных линий

Для цитирования: Лапшинов Б. А., Тимченко Н. И. Измерение пространственных характеристик эрозионной лазерной плазмы кремния с помощью малогабаритных спектрометров высокого разрешения // Измерительная техника. 2021. № 1. С. 38–42. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-1-38-42>

Measurement of the spatial characteristics of an erosive silicon laser plasma using small-sized high-resolution spectrometers

Boris A. Lapshinov^{1✉}, Nikolay I. Timchenko²

^{1, 2} Research Institute of Advanced Materials and Technologies, Moscow, Russia

¹lbaniipmt@mail.ru✉, ²njtim@mail.ru

Abstract. The spatial characteristics of the erosion laser plasma are investigated. The application of small-sized spectrometers of the visible and ultraviolet ranges for recording the spectrum of plasma radiation is considered. Erosive laser plasma is formed on the surface of a silicon target under the action of pulsed laser radiation with a wavelength of 1064 nm under normal atmospheric conditions. The laser plasma torch was scanned using a movable slit diaphragm oriented parallel to the target surface. The emission of erosion laser plasma was recorded using small-size spectrometers. Based on the obtained plasma emission spectra, the dependences of the intensity of the spectral lines of silicon on the geometric position of the slit diaphragm are revealed. A comparison is made of the intensities of the spectral lines of silicon on the polished and grinded sides of the target.

Keywords: erosive laser plasma; silicon target; radiation spectrum; intensity of spectral lines

Введение. В результате взаимодействия лазерного излучения с различными твердыми мишенями происходят процессы нагрева, плавления и испарения материалов мишени, эмиссия заряженных частиц с их поверхности, возникновение приповерхностной лазерной плазмы и др. Характер протекания этих процессов зависит практически от всех характеристик лазерного излучения, теплофизических свойств мишени и состояния её поверхности. Исследование и реализация этих процессов проводятся

в широком диапазоне плотности потока лазерного излучения $P = 10^3 \dots 10^{15}$ Вт/см².

При плотности потока лазерного излучения P выше критического для данного вещества значения P_0 ($P > P_0$) поглощённая энергия превышает энергию связи атомов в веществе и энергию ионизации, в результате чего слой облучаемого вещества превращается в плазму. В дальнейшем сильно ионизованная плазма поглощает лазерное излучение, что приводит к её значительному разогреву.

Из-за большого градиента давления вещество выбрасывается с облучённой поверхности и происходит газодинамическое расширение плазменного факела.

Этот эффект имеет большое практическое значение в лазерно-плазменных технологиях. Применительно к обработке металлов он используется в таких процессах, как сварка, сверление отверстий, резка, упрочнение и др. В области микроэлектроники и нанофотоники происходит локальное испарение материалов при формировании тонкоплёночных структур, формирование плёнок нанометровой толщины [1, 2]. Такой эффект важен и при проведении лазерного спектрального анализа, который позволяет исследовать химический состав образцов с размерами порядка 15 мкм и массой около 1 мкг [3, 4]. Лазерные источники электронов и ионов, которые могут генерировать потоки заряженных частиц в течение короткого времени, разрабатываются для использования в процессах ионной имплантации, ускорительной технике и в других технологиях [5, 6].

Для всех вариантов применения лазерной плазмы необходимо выявить её оптимальные характеристики, которые зависят от плотности потока излучения, длины волны лазера, размера области облучения, внешних условий облучения, характеристик материала мишени и состояния её поверхности [7].

Исследования свойств лазерной плазмы и пространственного распределения её параметров проводят различными экспериментальными методами (спектроскопические, зондовые, фотографические и др.) [8–10] и методами математического моделирования. Экспериментальное исследование параметров лазерной плазмы является весьма сложной задачей из-за непродолжительного существования такого объекта и его малого размера. В случае математического моделирования для описания процессов, протекающих в плазме, требуется решать сложную систему нелинейных дифференциальных уравнений в частных производных в двумерной (или трёхмерной) геометрии.

Согласно спектроскопическим исследованиям излучение плазмы обладает как сплошным (тепловым), так и линейчатым спектром. Сплошной спектр с наложенными на него линиями излучения материала мишени возникает вблизи её поверхности. Линейчатый спектр наблюдается на некотором расстоянии от поверхности и обусловлен наличием в плазме ионов различной кратности [11].

Использование малогабаритных спектрометров высокого разрешения на кремниевых приборах с зарядовой связью (ПЗС-линейках) позволяет за короткое время зарегистрировать спектр излучения объекта и сохранить эти данные в памяти компьютера. Диапазон чувствительности таких спектрометров включает ближнее ультрафиолетовое (УФ), видимое и ближнее инфракрасное излучение. Излучение от объекта в спектрометр передаётся по оптическому волокну, приёмный торец которого располагается на требуемом расстоянии от области излучения.

Цель данной работы – изучение пространственного распределения интенсивностей спектральных линий в лазерной плазме монокристаллического кремния с использованием малогабаритных спектрометров высокого разрешения.

Техника и условия эксперимента. В качестве мишени использовали пластину монокристаллического кремния, применяемого для изготовления микроэлектронных приборов. Толщина пластины составляла 400 мкм. С рабочей стороны пластина имела полированную поверхность, с нерабочей стороны – шлифованную.

Генерация плазменного факела мишени осуществлялась воздействием на её поверхность излучения Nd:YAG-лазера с длиной волны $\lambda = 1,064$ мкм. Использовался импульсный режим работы лазера с длительностью импульсов $\tau \approx 200$ мкс и частотой следования импульсов $F = 3$ кГц. При этом режиме была зафиксирована средняя плотность потока лазерного излучения на поверхности мишени $P_{\text{ср}} \approx 5,5 \cdot 10^7$ Вт/см².

Спектры излучения лазерной плазмы фиксировались двумя спектрометрами HR2000+ (Ocean Optics, США) – для области ближнего ультрафиолета (200–400 нм) и для видимой области (350–800 нм) спектра. Спектрометры управлялись программой «Spectral Pyrometry» (Тимченко Н. И. Программа для ЭВМ «Spectral Pyrometry», v. 3.1, номер гос. регистрации 2016661057 от 28.09.2016). Все измерения проводились при нормальных атмосферных условиях.

Схема эксперимента и структура лазерного факела описаны в [12]. С помощью щелевой диафрагмы размером 0,15×4 мм, ориентированной параллельно поверхности мишени, из плазменного факела вырезалась ограниченная его область, излучение этой области фиксировалось спектрометрами. Диафрагма располагалась на расстоянии 40 мм от приёмного торца оптического волокна диаметром 0,6 мм, расстояние от источника лазерной плазмы до диафрагмы составляло порядка 40 мм. С помощью винтовой пары диафрагму перемещали в вертикальном направлении с шагом 0,05 мм. Величина перемещения контролировалась индикатором часового типа с ценой деления 0,01 мм.

Пошаговое перемещение диафрагмы производили от поверхности мишени до положения с нулевой интенсивностью

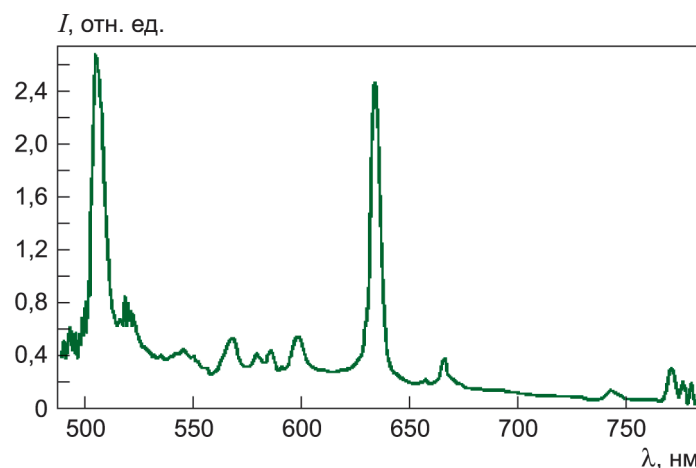


Рис. 1. Спектры излучения кремния в пределах тепловой зоны плазменного факела

Fig. 1. Silicon emission spectra within the thermal zone of a plasma torch

спектра излучения, т. е. через всю область плазменного факела. Спектры излучения вырезанного диафрагмой объёма лазерной плазмы фиксировались при каждом новом положении диафрагмы. Таким образом осуществлялось послойное сканирование плазменного факела в вертикальном направлении с шагом 0,05 мм. Время накопления сигнала спектрометром (время интеграции) составляло 100 мс. Для предотвращения образования глубокого кратера на поверхности

мишени и, как следствие, искажения пространственной формы плазменного факела, мишень перемещали с небольшой скоростью в горизонтальном направлении. Полученная таким способом серия спектров позволила определить зависимость интенсивности спектральных линий кремния в области ближнего УФ и видимой области спектра от положения диафрагмы относительно поверхности мишени.

Газодинамическое расширение плазменного факела в направлении, перпендикулярном поверхности мишени, происходило с большей скоростью, чем в направлении, параллельном ей. Как следствие, в вертикальном направлении спектральные линии фиксировались на большем расстоянии от поверхности мишени, чем в горизонтальном (при вертикальном расположении щелевой диафрагмы и её перемещении параллельно оси лазерного пучка).

Характеристики лазерной плазмы в значительной степени могут зависеть от состояния поверхности мишени. Любая поверхность не является идеальной из-за присутствия на ней различного рода физических и химических неоднородностей. Кроме этого, поверхность характеризуется качеством её обработки, шероховатостью, которая обуславливает различные значения коэффициента отражения излучения в разных точках.

В настоящей работе проведён сравнительный анализ интенсивностей спектральных линий, полученных при лазерном облучении полированной и шлифованной сторон кремниевой мишени.

За основу построения зависимостей интенсивностей спектральных линий кремния от положения щелевой диафрагмы взяты линии 385,601 нм и 413,089 нм в УФ-области и 505,598 нм и 634,71 нм в видимой области спектра [13]. Интенсивность спектральных линий определялась по их пиковому значению на полученных спектрах.

Результаты и обсуждение. В спектрах излучения вблизи поверхности мишени зафиксирована составляющая переменной интенсивности. Наличие такой составляющей обусловлено тепловым характером излучения данной области (рис. 1). В спектрах вне этой области присутствовали только спектральные линии материала мишени.

На рис. 2 представлены изменения интенсивностей спектральных линий в УФ-диапазоне спектра, а на рис. 3 – аналогичные кривые в видимом диапазоне.

В обоих случаях максимальная интенсивность спектральных линий отмечалась на расстоянии 0,25–0,3 мм над поверхностью мишени. Для полированной стороны мишени

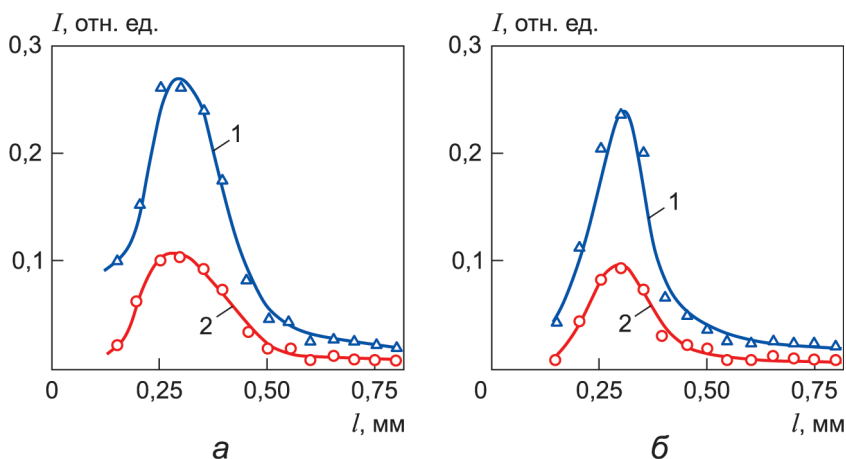


Рис. 2. Изменение интенсивности спектральных линий УФ диапазона при перемещении горизонтальной щелевой диафрагмы по вертикали на полированной (а) и шлифованной (б) сторонах:
1 – $\lambda = 413,089$ нм; 2 – $\lambda = 385,601$ нм

Fig. 2. Change in the intensity of spectral lines in the UV range when moving the horizontal slit diaphragm vertically on the polished (a) and grinded (b) sides:
1 – $\lambda = 413,089$ нм; 2 – $\lambda = 385,601$ нм

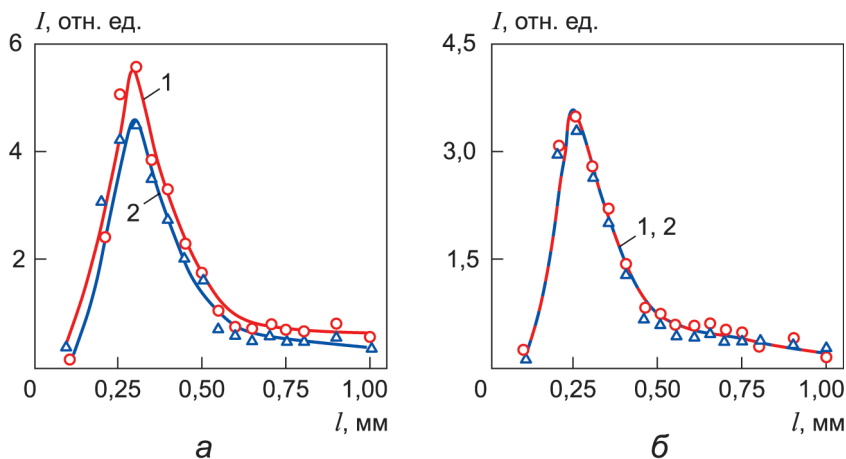


Рис. 3. Изменение интенсивности спектральных линий видимого диапазона при перемещении горизонтальной щелевой диафрагмы по вертикали на полированной (а) и шлифованной (б) сторонах:
1 – $\lambda = 634,71$ нм; 2 – $\lambda = 505,598$ нм

Fig. 3. Change in the intensity of spectral lines in the visible range when moving the horizontal slit diaphragm vertically on the polished (a) and grinded (b) sides:
1 – $\lambda = 634,71$ нм; 2 – $\lambda = 505,598$ нм

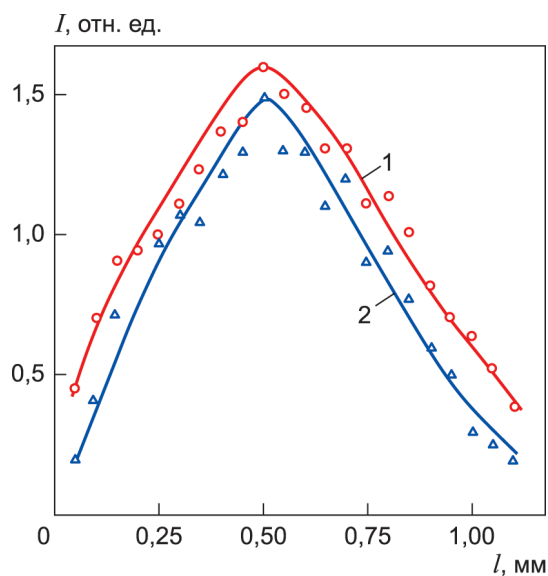


Рис. 4. Изменение интенсивности спектральной линии $\lambda = 634,71$ нм по оси лазерного луча: 1 – полированная сторона; 2 – шлифованная сторона

Fig. 4. Changing the intensity of the spectral line $\lambda = 634,71$ nm along the axis of the laser beam: 1 – polished side; 2 – grinded side

различие в интенсивностях спектральных линий в видимой области спектра было значительно меньше, чем в УФ-области. Для шлифованной стороны это различие практически не наблюдалось.

При замене щелевой диафрагмы на круглую диафрагму диаметром 0,15 мм (с сохранением геометрии системы) зафиксировано изменение интенсивности спектральной линии 634,71 нм по оси лазерного луча для полированной и шлифованной сторон мишени. Перемещение этой диафрагмы осуществлялось от координаты поверхности мишени с нулевой интенсивностью спектральной линии вверх с шагом 0,05 мм.

Измерения с круглой диафрагмой показали, что интенсивность спектральной линии 634,71 нм для полированной и шлифованной поверхностей изменялась от минимального значения вблизи поверхности мишени до максимума на расстоянии порядка 0,5 мм от её поверхности и затем уменьшалась по мере удаления диафрагмы от поверхности мишени (рис. 4). Минимальное значение интенсивности зафиксировано на расстоянии 1 мм для полированной и шлифованной сторон, интенсивность спектральной линии с полированной стороны несколько выше, чем со шлифованной.

Выводы. Использование малогабаритных спектрометров высокого разрешения позволило зафиксировать спектры излучения лазерной плазмы и определить интенсивности спектральных линий в ограниченных областях плазмы. С помощью щелевой диафрагмы проведено сканирование лазерного плазменного факела кремниевой мишени в направлении, перпендикулярном оси лазерного луча. Построены графики зависимости интенсивностей отдельных спектральных линий от геометрического

положения диафрагмы. Максимальная интенсивность спектральных линий зарегистрирована на расстоянии 0,25–0,3 мм над поверхностью мишени. Измерения показали влияние качества облучаемой лазером поверхности на характеристики спектра излучения. Для полированной поверхности кремния во всех случаях зафиксирована более высокая интенсивность спектральных линий, чем для шлифованной стороны.

Список литературы

1. Булаев С. А. Сущность импульсного лазерного напыления в вакууме как способа получения плёнок нанометровых толщин // Вестник Казанского технологического университета. 2014. Т. 17. № 18. С. 25–28.
2. Лукин Л. С., Лунина М. Л., Девицкий О. В., Сысоев И. А. Импульсное лазерное напыление тонких плёнок $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ и GaP на подложках Si для фотопреобразователей // Физика и техника полупроводников. 2017. Т. 51. № 3. С. 403–407.
<https://doi.org/10.21883/FTP.2017.03.44216.8299>
3. Сухов Л. Т. Лазерный спектральный анализ. Новосибирск: Наука, 1990. 143 с.
4. Harmon R. S., Lawley C. J. M., Watts J. et al., *Minerals*, 2019, vol. 9, iss. 12, 718. <https://doi.org/10.3390/min9120718>
5. Быковский Ю. А. Лазерно-плазменный источник ионов и ядер // Соросовский образовательный журнал. 1996. № 9. С. 107–112.
6. Мордик С. Н., Ерёмченко В. М., Бугай А. Н. и др. Исследование лазерно-плазменного источника ионов с системой постоянных кольцевых магнитов // Журнал технической физики. 2017. Т. 87. № 5. С. 788–790.
<https://doi.org/10.21883/JTF.2017.05.44457.1748>
7. Воробьев В. С. Плазма, возникающая при взаимодействии лазерного излучения с твердыми мишенями // Успехи физических наук. 1993. Т. 163. № 12. С. 51–83.
<https://doi.org/10.3367/UFNr.0163.199312b.0051>
8. Рэди Дж. Действие мощного лазерного излучения: Пер. с англ. М.: Мир, 1974. 468 с.
9. Тимченко П. Е., Маринин В. Л. Измерение характеристик и спектрального состава лазерной плазмы // Вестник Самарского государственного аэрокосмического университета имени академика С. П. Королёва. 2010. № 4 (24). С. 142–147.
10. Хайдуков Е. В., Новодворский О. А., Лотин А. А. и др. Зондовые исследования лазерного эрозионного факела при абляции кремния в вакууме // Журнал технической физики. 2010. Т. 80. № 4. С. 59–63.
11. Анисимов С. И., Имас Я. А., Романов Г. С., Ходыко Ю. В. Действие излучения большой мощности на металлы. М.: Наука, 1970. 272 с.
12. Лапишинов Б. А., Тимченко Н. И. Многоканальный измерительный комплекс на базе малогабаритных спектрометров высокого разрешения // Электроника: наука, технология, бизнес. 2019. № 186(5). С. 90–94.
<https://doi.org/10.22184/1992-4178.2019.186.5.90.94>

13. Стриганов А. Р., Свентицкий Н. С. Таблицы спектральных линий нейтральных и ионизованных атомов. М: Атомиздат, 1966. 899 с.

References

1. Bulayev S. A., *Vestnik Kazanskogo tekhnologicheskogo universiteta*, 2014, vol. 17, no. 18, pp. 25–28 (in Russian).
2. Lunin L. S., Lunina M. L., Devitsky O. V., Sysoev I. A., *Semiconductors*, 2017, vol. 51, no. 3, pp. 387–391.
<https://doi.org/10.1134/S1063782617030174>
3. Sukhov L. T., *Lazernyy spektral'nyy analiz*, Novosibirsk, Nauka Publ., 1990, 143 p. (in Russian).
4. Harmon R. S., Lawley C. J. M., Watts J. et al., *Minerals*, 2019, vol. 9, iss. 12, 718. <https://doi.org/10.3390/min9120718>
5. Bykovskiy Yu. A., *Sorosovskiy obrazovatel'nyy zhurnal*, 1996, no. 9, pp. 107–112 (in Russian).
6. Mordyk S. N., Eremenko V. M., Bugai A. N. et al., *Technical Physics*, 2017, vol. 62, pp. 807–809.
<https://doi.org/10.1134/S1063784217050206>
7. Vorob'ev V. S., *Physics-Uspexhi*, 1993, vol. 36, no. 12, pp. 1129–1157. <https://doi.org/10.1070/PU1993v036n12ABEH002209>

8. John Ready, *Effects of High-Power Laser Radiation*, New York, London, Academic Press, 1971, 448 p.

<https://doi.org/10.1016/b978-0-12-583950-1.x5001-6>

9. Timchenko P. Ye., Marinin V. L., *Vestnik Samarskogo gosudarstvennogo aerokosmicheskogo universiteta imeni akademika S. P. Korolyova*, 2010, no. 4 (24), pp. 142–147 (in Russian).

10. Khaydukov Y. V., Novodvorskiy O. A., Lotin A. A. et al., *Technical Physics*, 2010, vol. 55, pp. 491–495.

<https://doi.org/10.1134/S1063784210040092>

11. Anisimov S. I., Imas Ya. A., Romanov G. S., Khodyko Yu. V., *Deystviye izlucheniya bol'shoy moshchnosti na metally*, Moscow, Nauka Publ., 1970, 272 p. (in Russian).

12. Lapshinov B. A., Timchenko N. I., *Electronics: Science, Technology, Business*, 2019, no. 186(5), pp. 90–94 (in Russian).

<https://doi.org/10.22184/1992-4178.2019.186.5.90.94>

13. Striganov A. R., Sventitskiy N. S. *Tablitsy spektral'nykh liniy neytral'nykh i ionizovannykh atomov*, Moscow, Atomizdat Publ., 1966, 899 p. (in Russian).

Статья поступила в редакцию 25.06.2020;

принята к публикации 02.07.2020.

УДК 536.521.3

<https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-1-43-47>

Оптическая часть пирометра установки для калибровки вольфрам-рениевых термопар

Владимир Ксенофонович Битюков^{1✉}, Руслан Александрович Горбунов², Денис Сергеевич Симачков³, Анатолий Александрович Улановский⁴, Александр Вилленович Фрунзе⁵

^{1, 3} МИРЭА – Российский технологический университет (РТУ МИРЭА), Москва, Россия

¹bitukov@mirea.ru, <http://orcid.org/0000-0001-6448-8509>, ³simachkov@mirea.ru

² Государственный региональный центр стандартизации, метрологии и испытаний Калужской области, г. Калуга, Россия, gorbunov@csmkaluga.ru

⁴ Обнинская термоэлектрическая компания, г. Обнинск, Калужская область, Россия, otc-director@otc-obninsk.ru

⁵ Автономная некоммерческая организация по исследованию, разработке и внедрению научно-технических приборов «Термоко́нт», Москва, Россия, alex.fru@mail.ru

Аннотация. Для решения актуальной проблемы, связанной с обеспечением технологических процессов современными средствами измерений температуры, сформулированы специфические требования к оптической части пирометра, предназначенного для измерения температуры измерительной полости установки для калибровки вольфрам-рениевых термопар до температуры 2200 °С. В соответствии с указанными требованиями доработана и экспериментально исследована оптическая часть серийно выпускаемого пирометра «Термоко́нт».

Ключевые слова: вольфрам-рениевая термопара, калибровка, измерение температуры, пирометр, поле зрения

Для цитирования: Битюков В. К., Горбунов Р. А., Симачков Д. С., Улановский А. А., Фрунзе А. В. Оптическая часть пирометра установки для калибровки вольфрам-рениевых термопар // Измерительная техника. 2021. № 1. С. 43–47. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-1-43-47>

The modified optical part of a pyrometer used for calibrating tungsten-rhenium thermocouples

Vladimir K. Bitukov^{1✉}, Ruslan A. Gorbunov², Denis S. Simachkov³, Anatoly A. Ulanovsky⁴, Alexandr V. Frunze⁵

^{1, 3} MIREA – Russian Technological University, Moscow, Russia

¹bitukov@mirea.ru, <http://orcid.org/0000-0001-6448-8509>, ³simachkov@mirea.ru

² The State Regional Centre for Standardization, Metrology and Testing in the Kaluga Region, Kaluga, Russia, gorbunov@csmkaluga.ru

⁴ “Obninsk thermoelectric company”, Obninsk, Kaluga Region, Russia, otc-director@otc-obninsk.ru

⁵ “Termokont” nonprofit scientific and technical partnership, Moscow, Russia, alex.fru@mail.ru

Abstract. The provision of technological processes with modern techniques for measuring temperature is a challenging issue. For solving this problem there need to be formulated specific requirements for the optical part of the pyrometer, intended for measuring the temperature in the measurement cavity of the installation used for calibrating tungsten-rhenium thermocouples up to a temperature of 2,200 °C. In accordance with these requirements, in mass produced “Termokont” pyrometer, its optical part has been modified and experimentally investigated.

Keywords: tungsten-rhenium thermocouple, calibration, temperature measurement, pyrometer, field of view

Введение. Температура – основной информационный параметр, характеризующий как технологический процесс изготовления соответствующего объекта, так и его тепловое состояние на всех этапах жизненного цикла [1, 2]. Приборно-методическому обеспечению определения температуры посвящено достаточно много работ [например 3–6].

При практической реализации указанной процедуры необходимо учитывать ряд специфических требований.

Вольфрам-рениевые термопары имеют самый широкий диапазон измеряемых температур среди контактных датчиков, достигающий 2500 °С для термопар типа С. В рамках государственного контракта ООО «Обнинская термоэлектрическая

компания» (ОТК) (Россия) с Российским фондом содействия инновациям была создана установка для калибровки таких термопар [7]. Средством измерений температуры в данной установке является пирометр, оптическая часть которого должна удовлетворять определённым требованиям.

Цель работы – формулирование требований к оптической части пирометра и расчёт соответствующей оптической части, а также описание доработок серийно выпускаемого пирометра «Термоконт» (АНО НТП «Термоконт», Россия),

позволяющих получить требуемые оптические характеристики, а также результатов их экспериментального исследования.

Описание установки. Схема установки приведена на рис. 1. В основе ее лежит высокотемпературная графитовая печь 4 типа ВВ3500 (ВНИИОФИ, Россия). Калибруемые термопары располагают в её нагревательной полости 3. Свободные концы калибруемых термопар находятся в сосуде Дьюара 6 с тающим льдом, выходную термоэлектродвижущую силу (ТЭДС) термопар измеряют прецизионным милливольтметром 7. Управление процессом нагрева печи осуществляется блоком 9, в качестве датчика температуры печи используется пирометр 5.

Для измерения температуры нагревательной полости внутри ее помещена измерительная полость 2 из вольфрамовой трубки внутренним диаметром 8 мм, глубиной 400 мм и стенками толщиной 1 мм. Температура измерительной полости контролируется пирометром «Термоконт-ТВ3С2» 5. Ход процесса нагрева, выходные сигналы калибруемых термопар и температура печи, измеряемая пирометром, регистрируется на персональном компьютере 8.

Постановка задачи. Метрологически значимые результаты измерений температуры выше предельно допустимой для платиnorodий-платиnorodиевых (типа В) термопар (1700 °С) в настоящее время можно получать только с помощью пирометров. С этой целью обычно используют узкополосные яркостные пирометры с высокими значениями показателя визирования (от 1:200 до 1:300). Измерения обычно проводят в полости, излучательные характеристики которой должны быть приближены к излучательным характеристикам абсолютно чёрного тела (АЧТ).

Предварительные экспериментальные исследования, проведённые в ООО «ОТК», показали, что равномерность температуры стенки нижней части измерительной полости в пределах одного градуса Цельсия возможна лишь на расстоянии 20–25 мм от дна полости. При большем удалении от дна неравномерность температуры стенки полости может достигать 10 °С и даже более. Это означает, что измерительную полость с гладким дном нельзя считать приемлемым приближением АЧТ. С целью компенсации этого недостатка дно полости делают профилированным с цилиндрическими возвышенностями. Согласно приближенным вычислениям излучательная способность полости такой конструкции $\varepsilon \approx 0,93...0,94$ [8, 9].

Однако небольшой придонный участок измерительной полости, характеризующийся равномерным распределением температуры, можно считать приближением АЧТ для пирометра только в том случае, если в поле зрения пирометра попадают лишь области с одинаковой температурой. Это означает, что оптическая часть пирометра 5 должна быть спроектирована таким образом, чтобы его поле зрения захватывало только дно измерительной полости 2 и не более 20 мм её придонной стенки (см. рис. 1). Рассмотрим удовлетворяющую этому условию диаграмму поля зрения пирометра и методику её расчёта.

Расчётные соотношения. В приближении геометрической оптики поле зрения пирометра, у которого расстояние

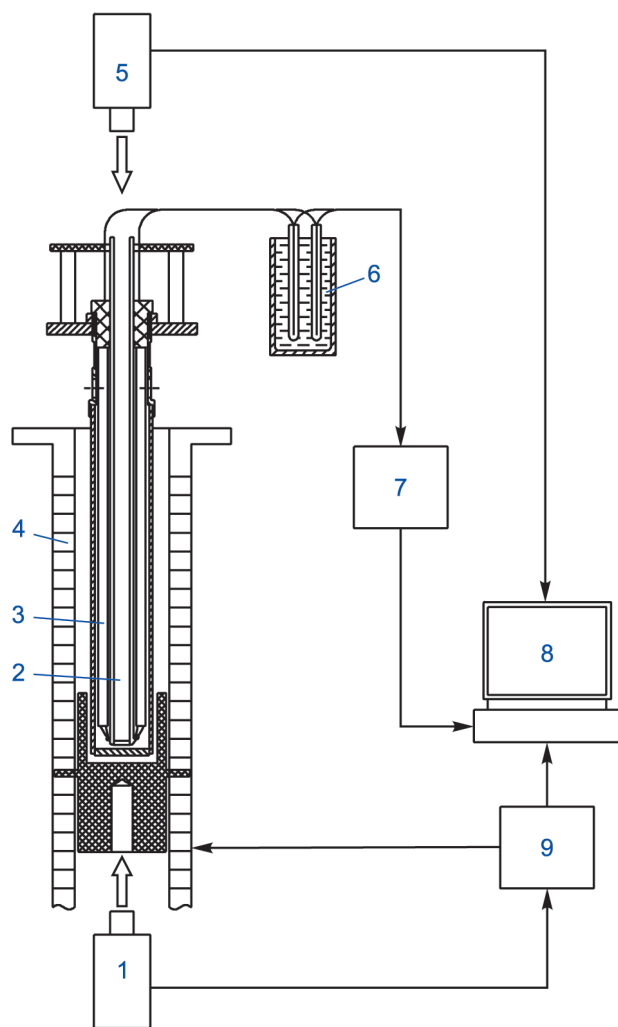


Рис. 1. Схема установки для калибровки вольфрам-рениевых термопар:

1 – пирометр – датчик температуры печи; 2 – измерительная полость; 3 – нагревательная полость; 4 – графитовая печь; 5 – контрольный пирометр «Термоконт-ТВ3С2»; 6 – сосуд Дьюара с тающим льдом; 7 – прецизионный милливольтметр; 8 – персональный компьютер; 9 – блок управления нагревом

Fig. 1. Installation for calibration of tungsten-rhenium thermocouples: 1 – pyrometer – temperature sensor of the furnace; 2 – measurement cavity; 3 – heating cavity; 4 – graphite furnace; 5 – control pyrometer “Termokont-TV3C2”; 6 – Dewar vessel containing melting ice; 7 – precision millivoltmeter; 8 – personal computer; 9 – heating control unit

между приёмником и объективом больше фокусного расстояния объектива, представляет собой два соосных конуса, направленных вершинами друг на друга. Сопряжение конусов происходит в плоскости формирования изображения приёмника пирометра (рис. 2).

На приёмник излучения пирометра попадает тепловой поток от любого объекта внутри поля зрения, а излучение объектов вне поля зрения не вносит вклад в сигнал, вырабатываемый приёмником. Следовательно, поле зрения должно захватывать дно измерительной плоскости и, в крайнем случае, её внутренние стенки до высоты 20 мм от дна. Только в этом случае излучение, попадающее на приёмник пирометра, будет близким к излучению АЧТ, и результаты измерений калиброванного по АЧТ пирометра будут достоверными (естественно, с учётом излучательной способности полости, о которой упомянуто выше).

Рассмотрим построение поля зрения линзового пирометра в зависимости от диаметра L и фокусного расстояния f входного объектива, диаметра d чувствительной площадки приёмника излучения или установленной перед ним полевой диафрагмы, а также расстояния f_1 от главной плоскости входного объектива до плоскости приёмника или полевой диафрагмы [10].

Согласно законам оптики плоскости f_1 с приёмником диаметром d соответствует сопряжённая плоскость f_2 , в которой расположено изображение приёмника диаметром D . Указанные параметры связаны соотношениями

$$f^{-1} = f_1^{-1} + f_2^{-1}; \quad d/f_1 = D/f_2.$$

Поле зрения пирометра в диапазоне $0 < x < f_2$ ограничено отрезками MM_1 , NN_1 , а в диапазоне $x > f_2$ – лучами NM_1 , MN_1 . Диаметры $D_{1,2}^{n,3}$ поля зрения пирометра в диапазонах $0 < x < f_2$ и $x > f_2$ соответственно определяются соотношениями

$$D_1^{n,3} = (L - D)(f_2 - x)/f_2 + D;$$

$$D_2^{n,3} = D(x - a)/(f_2 - a),$$

где $a = f_2 L / (D + L)$.

Расчёт диаграммы поля зрения пирометра. На рис. 3 схематически показано желательное расположение конусов диаграммы поля зрения внутри измерительной полости. Чтобы исключить влияние на результат измерений стенок полости, температура которых заметно отличается от температуры её дна, образующие конусов не должны

касаться стенок полости. Для этого диаметры D_1 , D_2 сечений диаграммы поля зрения в плоскостях M_1N_1 и M_2N_2 должны быть меньше внутреннего диаметра полости, равного 8 мм. Выберем $D_1 = D_2 = 6$ мм, такой запас необходим с учётом идеализированности рассматриваемой модели диаграммы поля зрения, в реальности конусы диаграммы поля зрения на 10–20 % объёмнее, чем в идеализированной модели.

У пирометра «Термоконт-ТВ3С2» фокусное расстояние $f = 110$ мм, оно определяется объективом Индустар-23У (ОАО «ЛЗЭС», Россия). Зададим диаметр полевой диафрагмы $d = 0,3$ мм. Обозначим x_1 , x_2 – расстояние от главной плоскости объектива до плоскостей M_1N_1 и M_2N_2 соответственно. Зададим $x_1 = 0,4$ м, $x_2 = 1$ м. Требуется найти такие значения f_1 , L , при которых $D_1 = D_2 = 6$ мм.

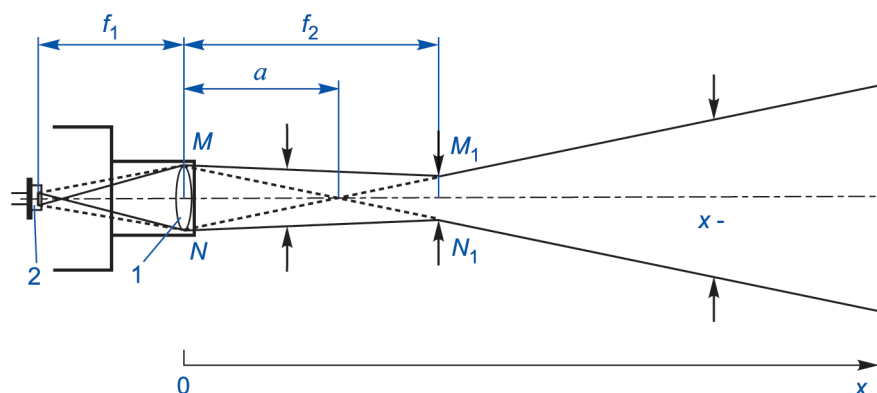


Рис. 2. Поле зрения линзового пирометра:
1 – объектив пирометра; 2 – приёмник излучения

Fig. 2. Field of view of a lens pyrometer:
1 – pyrometer objective lens; 2 – radiation detector

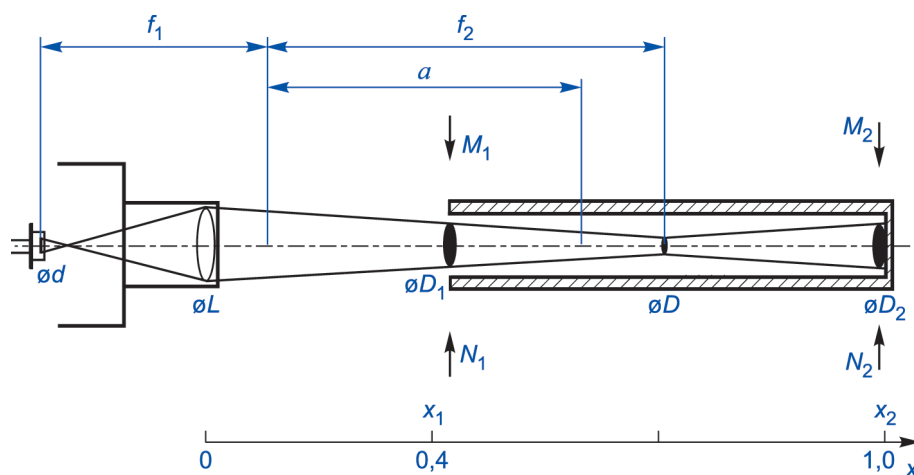


Рис. 3. Расположение конусов диаграммы поля зрения объектива пирометра внутри измерительной полости установки для калибровки термопар

Fig. 3. Arrangement of the cones of the diagram of the field of view of the pyrometer lens inside the measurement cavity of the installation for calibrating thermocouples

Для расчёта характеристик диаграммы поля зрения запишем систему из пяти уравнений:

$$f_1 = f_2 f / (f_2 - f); \quad (1)$$

$$D = d f_2 / f_1; \quad (2)$$

$$L = (D_1 - D x_1 / f_2) / (1 - x_1 / f_2); \quad (3)$$

$$a = f_2 L / (D + L); \quad (4)$$

$$f_2 = D(x_2 - a) / D_2 + a. \quad (5)$$

Здесь f_1 , D , L , a , f_2 – неизвестные, подлежащие определению. Поскольку их также пять, то система уравнений (1)–(5) имеет решение. Стандартное решение системы сводится к последовательному выражению одного из неизвестных через другое с исключением используемых для этого уравнений, и процедура повторяется до тех пор, пока не останется одно уравнение с одной неизвестной величиной. Однако в данном случае получаемое финальное уравнение оказывается чрезвычайно громоздким, крайне неудобным

для практических вычислений. Поэтому было решено использовать вариационный метод решения с применением для текущих вычислений электронных таблиц.

Практически варьируемым параметром удобнее взять f_1 , так как для пирометра «Термоконт-ТВ3С2» известно расстояние от главной плоскости объектива до приёмника, и это расстояние может быть использовано как начальное при расчёте. Зададим значение f_1 , затем из уравнения (1) найдём f_2 и из уравнений (2)–(4) – параметры D , L , a . Затем подставим указанные величины в (5) и найдём диаметр D_2 , соответствующий этой комбинации параметров. Варьируем значение f_1 до тех пор, пока в результате вычислений не получим $D_2 = 6$ мм.

В результате расчёта получены следующие значения параметров требуемой диаграммы поля зрения: $f_1 = 128,9689$ мм; $f_2 = 747,8879$ мм; $D = 1,739694$ мм; $L = 10,89848$ мм; $a = 644,9382$ мм; $D_2 = 6,000008$ мм. Искомый диаметр D_2 нецелочисленный, однако для идеализированной модели полученный результат вполне приемлем.

Доработка пирометра. Объектив Индустар-23У серийного пирометра «Термоконт-ТВ3С2» имеет встроенную регулируемую диафрагму. При установке диафрагменного кольца в положение между значениями 5,6 и 8 диаметр отверстия диафрагмы примерно равен 11 мм. Устанавливаем его.

Расстояние f_1 пирометра «Термоконт-ТВ3С2» составляет 120,4 мм, согласно расчёту оно должно быть 129 мм, т. е. f_1 необходимо увеличить на 8,6 мм. С этой целью между тубусом объектива и держателем приёмника вставлено специально изготовленное удлинительное кольцо высотой 8,6 мм (рис. 4). Проведённая доработка пирометра обеспечивает соответствие поля зрения пирометра диаграмме, показанной на рис. 3.

Экспериментальное исследование диаграммы поля зрения пирометра. Для экспериментального исследования диаграммы поля зрения, полученной в результате вышеописанной доработки, был создан стенд, схема которого приведена на рис. 5. Пирометр 1 расположен на расстоянии 120 мм от выходного отверстия излучателя 2 (АЧТ), диаметр выходного отверстия 28 мм. Пирометр и АЧТ закреплены на оптической скамье 4, по которой может перемещаться рейтер (держатель) с ирисовой диафрагмой 3. Держатель диафрагмы допускает плавное перемещение вправо-влево и вверх-вниз.

Установим диафрагму последовательно на расстояниях $x = 0,10; 0,25; 0,40; 0,65; 1,00$ м от среза объектива пирометра

Расчётные и экспериментальные значения сечений диаграммы поля зрения

x , м	$D_p^{п.3}$, мм	$D_a^{п.3}$, мм
0,10	11,0	10,9±0,5
0,25	8,2	8,2±0,5
0,40	5,2	5,4±0,4
0,65	2,2	2,7±0,2
1,00	6,0	7,6±0,5

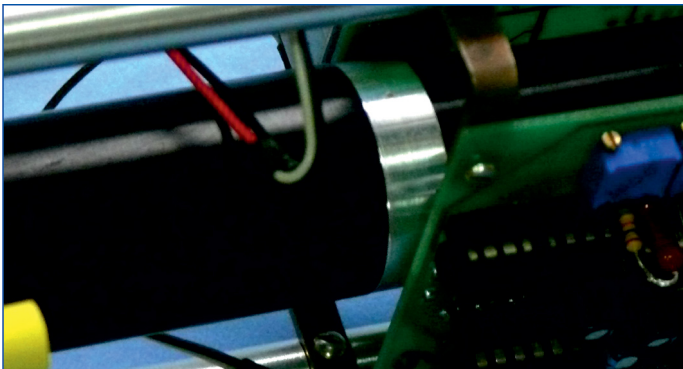


Рис. 4. Удлинительное кольцо для увеличения расстояния f_1

Fig. 4. Extension ring to increase distance f_1

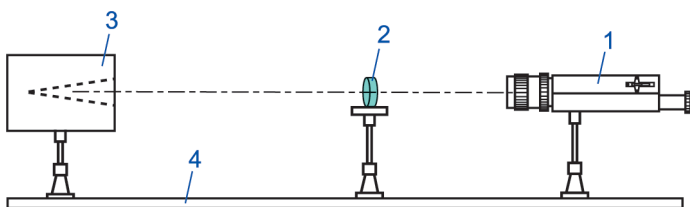


Рис. 5. Стенд для экспериментального исследования диаграммы поля зрения пирометра:

1 – исследуемый пирометр; 2 – излучатель – абсолютно чёрное тело; 3 – ирисовая диафрагма; 4 – оптическая скамья

Fig. 5. Test bench for experimental study of the diagram of the pyrometer field of view:

1 – investigated pyrometer; 2 – emitter – an absolutely black body; 3 – iris diaphragm; 4 – optical bench

и при каждом расстоянии найдём минимальный диаметр отверстия ирисовой диафрагмы, при котором показания пирометра уменьшаются на значение не более основной погрешности пирометра по сравнению с показаниями при полностью открытой диафрагме. При этом в каждом случае положение диафрагмы должно быть таким, чтобы её центр находился на оптической оси пирометра (по максимуму измеряемого сигнала). При каждом расстоянии выполним по пять измерений с вычислением среднего значения и случайной погрешности измерений.

Расчётные $D_p^{п.3}$ и экспериментальные $D_3^{п.3}$ сечения диаграммы поля зрения объектива пирометра при различных расстояниях x приведены в таблице.

Заключение. Проведённая доработка оптической системы пирометра обеспечила соответствие поля зрения объектива пирометра расчётной диаграмме. Получены близкие расчётные и экспериментальные сечения диаграммы поля зрения объектива пирометра при различных расстояниях от среза объектива пирометра в пределах 0,1–0,4 м. На расстояниях 0,65 и 1 м экспериментально измеренный диаметр диаграммы поля зрения больше расчётного примерно на 25 %, что не может быть объяснено погрешностью измерений. Причина заключается в описанном в работе [11] уширении диаграммы поля зрения в области сопряжения конусов (см. рис. 3) по сравнению с расчётом по простой геометрической модели.

Список литературы

1. Битюков В. К., Неведов В. И., Симачков Д. С. Бесконтактный метод измерения температуры поверхности объекта // Российский технологический журнал. 2019. Т. 7. № 2. С. 5–17. <https://doi.org/10.32362/2500-316X-2019-7-2-5-17>
2. Ионов А. Б. Метрологические проблемы пирометрии: анализ и перспективы преодоления // Измерительная техника. 2013. № 6. С. 42–45.
3. Магунов А. Н. Спектральная пирометрия (Обзор) // Приборы и техника эксперимента. 2009. № 4. С. 5–28.
4. Магунов А. Н. Спектральная пирометрия объектов с неоднородной температурой // Журнал технической физики. 2010. Т. 80. Вып. 7. С. 78–82.
5. Русин С. П. Определение температуры непрозрачного материала по спектральному распределению интенсивности собственного излучения при неизвестной излучательной способности // Теплофизика высоких температур. 2018. Т. 56. № 2. С. 203–210.
6. Левин Е. В., Окунев А. Ю. Исследование точности измерения температуры на основе анализа энергетического

баланса на приемнике излучения ИК-прибора // Измерительная техника. 2015. № 5. С. 48–52.

7. Улановский А. А., Малецкий Р. Р., Хлевной Б. Б., Отрыаскин Д. А. Установка для калибровки высокотемпературных термпар // Приборы. 2019. № 6. С. 7–14.

8. Латышев Л. Н., Петров В. А., Чеховской В. Я., Шестаков Е. Н. Излучательные свойства твёрдых материалов. Справочник / Под ред. А. Е. Шейндлина. М.: Энергия, 1974. 472 с.

9. Хадсон Р. Инфракрасные системы: Пер. с англ. Я. Б. Герчикова, Ю. Е. Голубчика, С. Г. Кина. М.: Мир, 1972. 536 с.

10. Гаррисон Т. Р. Радиационная пирометрия: Пер. с англ. М.: Мир, 1964. 249 с.

11. Фрунзе А. В. О методической погрешности энергетических пирометров, обусловленной влиянием на результат измерения расстояния между пирометром и объектом // Измерительная техника. 2012. № 11. С. 41–52.

References

1. Bityukov V. K., Nefedov V. I., Simachkov D. S., *Rossiyskiy tekhnologicheskii zhurnal*, 2019, vol. 7 (2), pp. 5–17 (in Russian). <https://doi.org/10.32362/2500-316X-2019-7-2-5-17>
2. Ionov A. B., *Measurement Techniques*, 2013, vol. 56, no. 6, pp. 658–663. <https://doi.org/10.1007/s11018-013-0262-6>
3. Magunov A. N., *Pribory i tekhnika eksperimenta*, 2009, no. 4, pp. 5–28 (in Russian).
4. Magunov A. N., *Technical Physics. The Russian Journal of Applied Physics*, 2010, vol. 55, no. 7, pp. 991–995.
5. Rusin S. P., *High Temperature*, 2018, vol. 56, no. 2, pp. 193–200.
6. Levin E. V., Okunev A. Y., *Measurement Techniques*, 2015, vol. 58, no. 5, pp. 544–549. <https://doi.org/10.1007/s11018-015-0751-x>
7. Ulanovsky A. A., Maletsky R. R., Khlevnoi B. B., Otryaskin D. A., *Pribory*, 2019, no. 6, pp. 7–14 (in Russian).
8. Latyev L. N., Petrov V. A., Chekhovskoi V. Ya., Shestakov E. N., *Radiation properties of solids. Handbook*, ed. A. Ye. Sheindlin, Moscow, Energia Publ., 1974. 472 p. (in Russian).
9. Khadson R., *Infrared systems*, Wiley, 2006, 642 p.
10. Harrison T. R., *Radiation pyrometry*, New York, London, Wiley & Sons, 1960, 234 p.
11. Frunze A. V., *Measurement Techniques*, 2013, vol. 55, no. 10, pp. 1172–1177. <https://doi.org/10.1007/s11018-012-0104-y>

Статья поступила в редакцию 26.08.2020;
принята к публикации 02.09.2020.

Преобразование электромагнитного поля с описанной вокруг антенны замкнутой поверхности на апертуру антенны

Николай Викторович Анютин

Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений,
г. п. Менделеево, Московская обл., Россия, anyutin@vniiftri.ru, <http://orcid.org/0000-0002-4957-3606>

Аннотация. Предложен прямой алгоритм восстановления электромагнитного поля на апертуре антенны. Предложенный алгоритм можно использовать для решения задач диагностики и пространственной фильтрации. В основе алгоритма лежит решение уравнений Максвелла через опережающие потенциалы электромагнитного поля. Показано, что сходящиеся электромагнитные волны, являющиеся решением уравнений Максвелла, эквивалентны расходящимся электромагнитным волнам при условии стационарности и линейности параметров среды. Прямой алгоритм формулируется в виде умножения матрицы оператора преобразования на известный вектор электромагнитного поля на замкнутой поверхности. При этом преобразование наружу (в дальнюю зону) или внутрь (на апертуру) поверхности описывается одним и тем же оператором и отличается только знаками входных величин. Прямой алгоритм в отличие от известных алгоритмов не требует сканирования электромагнитного поля на канонических поверхностях или решения большой системы интегральных уравнений. Это делает его оптимальным для использования в новых антенных измерительных комплексах ближней зоны на базе промышленных роботов, беспилотных летательных аппаратов и т. д. Верификация разработанного алгоритма по экспериментальным данным показала возможность восстановления нормированного распределения напряжённости электрического поля на апертуре антенн с погрешностью не более 2 дБ.

Ключевые слова: антенные измерения, ближняя зона, преобразование электромагнитного поля, восстановление поля на апертуре, диагностика антенн, пространственная фильтрация, опережающие потенциалы, теорема об эквивалентном излучении

Для цитирования: Анютин Н. В. Преобразование электромагнитного поля с описанной вокруг антенны замкнутой поверхности на апертуру антенны // Измерительная техника. 2021. № 1. С. 48–55. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-1-48-55>

Electromagnetic field transformation from a surface closed around the antenna to its aperture

Nikolay V. Anyutin

Russian Metrological Institute of Technical Physics and Radio Engineering,
Mendeleevo, Moscow Region, Russia, anyutin@vniiftri.ru, <http://orcid.org/0000-0002-4957-3606>

Abstract. The article proposes a direct algorithm for reconstruction the electromagnetic field at the antenna aperture, which can be used to solve problems of diagnostics and spatial filtering. The algorithm is based on the solution of Maxwell's equations in the form of advanced potentials of the electromagnetic field. It is shown that following from it advanced electromagnetic waves are equivalent to retarded electromagnetic waves when the parameters of the medium are stationary and linear. The direct algorithm is formulated as the multiplication of the transformation operator matrix by the known vector of the electromagnetic field on a closed surface. In this case, the transformation outward (far field) or inward (aperture) of the surface is described by the same operator and differs only in the signs of the input quantities. Unlike the known ones, the direct algorithm does not require scanning the electromagnetic field on canonical surfaces or solving a large system of integral equations. This makes it optimal for use in new near-field measurement systems based on industrial robots, unmanned aerial vehicles, etc. Verification of the developed algorithm using experimental data has shown the possibility of reconstruction the normalized distribution of the electric field strength at the antenna aperture with an error less than 2 dB.

Keywords: antenna measurements, near field, electromagnetic field transformation, source reconstruction, antenna diagnostics, spatial filtering, advanced potentials, equivalent sources theorem

Введение. При разработке и серийном производстве антенн и антенных решёток обязателен контроль их

характеристик, основными из которых являются коэффициент усиления и диаграмма направленности. В случае

несоответствия измеренных характеристик тем, что были получены в электродинамической модели и указаны в технической документации, а также при настройке антенных решёток, возникает потребность в восстановлении электромагнитного поля на апертуре антенны. Исходными данными для восстановления электромагнитного поля служат результаты измерений коэффициента передачи между исследуемой и зондовой антенной. При этом зондовая антенна помещается в некоторое множество точек вокруг исследуемой антенны. Такая процедура называется сканированием электромагнитного поля и на практике выполняется на антенных измерительных комплексах ближней зоны (БЗ).

Преобразования электромагнитного поля из области сканирования на апертуру антенны и в дальнюю зону (ДЗ) основаны на одних и тех же уравнениях. Ограниченные возможности вычислительной техники более полувека назад требовали разработки алгоритмов преобразования электромагнитного поля с минимальной вычислительной сложностью. По этой причине классические алгоритмы используют модальное разложение на канонических поверхностях: плоской, цилиндрической и сферической [1]. По известным модам электромагнитное поле можно преобразовывать во все точки свободного пространства, а следовательно, и на апертуру антенны. В литературе описаны следующие преобразования: плоскость-плоскость [2], сфера-сфера [3], сфера-плоскость [4], цилиндр-плоскость [5]. Возможны и другие комбинации, в том числе преобразование с канонической поверхности в произвольные точки свободного пространства.

Стремительный прогресс в вычислительной технике около 30 лет назад позволил преобразовывать электромагнитное поле из произвольных областей сканирования [6]. В этом случае алгоритмы сводятся к решению большой системы интегральных уравнений относительно эквивалентных источников электромагнитного поля. Система интегральных уравнений заменяется эквивалентной системой линейных алгебраических уравнений, для которой требуется найти обратную матрицу. По этой причине назовём такие алгоритмы инверсными [7–9]. Инверсные алгоритмы могут быть сформулированы и для модального разложения электромагнитного поля в случае произвольного расположения точек сканирования [10].

Прогресс в робототехнике и координатных измерениях обусловил появление в последнее десятилетие новых видов антенных измерительных комплексов БЗ. Их общей особенностью является размещение зондовой антенны на произвольной подвижной платформе: промышленном роботе [11–13], мостовом кране [14], беспилотном летательном аппарате [15] или даже человеческой руке [16]. Новые измерительные комплексы в отличие от классических сканируют электромагнитное поле по неканоническим поверхностям, а также не позволяют перемещать зондовую антенну в заранее определённые точки сканирования с точностью, достаточной для модального разложения электромагнитного поля. По этим причинам в них используются инверсные алгоритмы для восстановления электромагнитного поля на апертуре антенны.

Инверсные алгоритмы обладают большой вычислительной сложностью. Внедрение в них быстрых операторов и

других приёмов из вычислительной электродинамики позволяет существенно уменьшить вычислительную сложность [6]. Тем не менее, вычисление обратной матрицы любыми методами будет всегда требовать больше вычислительных ресурсов, чем прямое умножение исходной матрицы на вектор. Прямым преобразованием электромагнитного поля является теорема об эквивалентном излучении [17]. Однако в вычислительной электродинамике и антенных измерениях она формулируется и используется для преобразования только в точки, лежащие вне замкнутой поверхности (в ДЗ).

Прямое преобразование электромагнитного поля в точки, лежащие внутри замкнутой поверхности, т. е. на апертуру антенны, не описано в литературе по следующим причинам. В вычислительной электродинамике решение исходной задачи даёт источники электромагнитного поля. По ним с помощью прямого преобразования электромагнитное поле может быть восстановлено во всех точках пространства. В антенных измерениях результатом сканирования электромагнитного поля являются коэффициенты передачи между исследуемой и зондовой антеннами, по которым требуется восстановить компоненты электромагнитного поля. Сделать это можно либо для модального разложения [1], либо для системы интегральных уравнений [6]. До недавнего времени восстановление электромагнитного поля в БЗ было возможно только в классических и инверсных алгоритмах, и потому разработка прямых алгоритмов преобразования электромагнитного поля не являлась актуальной.

В работе [18] изложена идея восстановления электромагнитного поля в отдельной точке БЗ по результатам измеренных в ней коэффициентов передачи между антеннами. На её основе могут быть разработаны прямые алгоритмы преобразования электромагнитного поля как наружу, так и внутрь замкнутой поверхности сканирования. Использование этих алгоритмов в антенных измерительных комплексах БЗ с произвольной поверхностью сканирования позволит существенно уменьшить требования к их вычислительной подсистеме.

Цель работы – повышение достоверности и уменьшение вычислительной сложности алгоритмов восстановления электромагнитного поля на апертуре антенны по результатам сканирования на произвольной замкнутой поверхности. Для её достижения решается задача разработки прямого алгоритма для преобразования электромагнитного поля с замкнутой поверхности в точки, лежащие внутри этой поверхности.

Симметричные уравнения Максвелла. Высококачественное излучение антенн описывается уравнениями Максвелла при отсутствии электрических зарядов:

$$\begin{pmatrix} \nabla, \mathbf{E} \\ \nabla, \mathbf{H} \end{pmatrix} = \frac{1}{c} \frac{\partial}{\partial t} \begin{pmatrix} -\mathbf{H} \\ \mathbf{E} \end{pmatrix} + \frac{4\pi}{c} \begin{pmatrix} -\mathbf{j}_m \\ \mathbf{j}_e \end{pmatrix}, \quad (1)$$

$$\begin{pmatrix} \nabla, \mathbf{E} \\ \nabla, \mathbf{H} \end{pmatrix} = 0, \quad (2)$$

где $\mathbf{E}$, $\mathbf{H}$ – напряжённости электрического и магнитного поля; c – скорость света в вакууме; t – время; $\mathbf{j}_e$, $\mathbf{j}_m$ – объёмные плотности электрических и магнитных токов.

Выбор формы записи уравнений (1), (2) требует пояснений. С точки зрения математики уравнения Максвелла допускают существование магнитных зарядов и их токов. Их введение добавляет уравнениям симметрии. Также из соображений симметрии уравнения (1), (2) записаны в гауссовой симметричной системе единиц. Такой подход упрощает все математические выкладки и алгоритмы.

Запись уравнений (1), (2) и последующих формул можно существенно упростить, введя в рассмотрение векторы электромагнитного поля $\mathbf{F} = \{\mathbf{E} \ \mathbf{H}\}$ и его источников – объёмной плотности токов $\mathbf{j} = \{\mathbf{j}_e \ \mathbf{j}_m\}$:

$$[\nabla, \mathbf{F}] = -\frac{i\sigma_2}{c} \left(\frac{\partial \mathbf{F}}{\partial t} + 4\pi \mathbf{j} \right), \quad (3)$$

$$(\nabla, \mathbf{F}) = 0. \quad (4)$$

В уравнении (3) и далее используются матрицы Паули:

$$\sigma_0 = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 1 \end{pmatrix}, \quad \sigma_1 = \begin{pmatrix} 0 & 1 \\ 1 & 0 \end{pmatrix}, \quad \sigma_2 = \begin{pmatrix} 0 & -i \\ i & 0 \end{pmatrix}, \quad \sigma_3 = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & -1 \end{pmatrix}.$$

Под векторным и скалярным произведением векторов $\mathbf{U} = \{\mathbf{U}_1 \ \mathbf{U}_2\}$ и $\mathbf{V} = \{\mathbf{V}_1 \ \mathbf{V}_2\}$ следует понимать следующие операции:

$$[\mathbf{U}, \mathbf{V}] = \begin{pmatrix} [\mathbf{U}_1, \mathbf{V}_1] \\ [\mathbf{U}_2, \mathbf{V}_2] \end{pmatrix}, \quad (\mathbf{U}, \mathbf{V}) = \begin{pmatrix} (\mathbf{U}_1, \mathbf{V}_1) \\ (\mathbf{U}_2, \mathbf{V}_2) \end{pmatrix}.$$

Матрицы Паули σ_α могут быть внесены в скобки только при умножении на следующий вектор $\mathbf{W} = \{\mathbf{W}_1, \mathbf{W}_1\}$:

$$\sigma_\alpha [\mathbf{W}, \mathbf{V}] = [\mathbf{W}, \sigma_\alpha \mathbf{V}], \quad \sigma_\alpha (\mathbf{W}, \mathbf{V}) = (\mathbf{W}, \sigma_\alpha \mathbf{V}).$$

Также справедливы следующие тождества:

$$[\sigma_\alpha \mathbf{U}, \sigma_\alpha \mathbf{V}] = [\mathbf{U}, \mathbf{V}], \quad (\sigma_\alpha \mathbf{U}, \sigma_\alpha \mathbf{V}) = (\mathbf{U}, \mathbf{V}).$$

Обратимся к классическому решению системы уравнений (3), (4) в виде векторных потенциалов электромагнитного поля. Представим $\mathbf{F}$ и $\mathbf{j}$ как ротор некоторых векторных функций $\mathbf{A} = \{\mathbf{A}_e \ \mathbf{A}_m\}$ и $\mathbf{B} = \{\mathbf{B}_e \ \mathbf{B}_m\}$:

$$\mathbf{F} = [\nabla, -i\sigma_2 \mathbf{A}], \quad \mathbf{j} = \frac{c}{4\pi} [\nabla, i\sigma_2 \mathbf{B}].$$

Подставим эти выражения в уравнение (3):

$$[\nabla, [\nabla, -i\sigma_2 \mathbf{A}] + \frac{1}{c} \frac{\partial}{\partial t} \mathbf{A} - \mathbf{B}] = 0.$$

Из теории векторного анализа известно, что ротор тождественно равен нулю, если берётся от градиента некоторой скалярной функции $\varphi = \{\varphi_e \ \varphi_m\}$:

$$[\nabla, -i\sigma_2 \mathbf{A}] + \frac{1}{c} \frac{\partial}{\partial t} \mathbf{A} - \mathbf{B} = \nabla \varphi.$$

В итоге приходим к следующему выражению:

$$\mathbf{B} = -\nabla \varphi + \frac{1}{c} \frac{\partial}{\partial t} \mathbf{A} - [\nabla, i\sigma_2 \mathbf{A}]. \quad (5)$$

Из формулы (5) можно построить следующее решение системы уравнений (3), (4):

$$\mathbf{F} = -\nabla \varphi - \frac{1}{c} \frac{\partial}{\partial t} \mathbf{A} - [\nabla, i\sigma_2 \mathbf{A}] \quad (6)$$

при выполнении нормировки Лоренца

$$\frac{1}{c} \frac{\partial}{\partial t} \varphi + [\nabla, \mathbf{A}] = 0.$$

При выводе формулы (6) был введён вектор $\mathbf{B}$, близкий по свойствам вектору электромагнитного поля $\mathbf{F}$. С помощью вектора $\mathbf{B}$ можно ввести эквивалентные источники электромагнитного поля $\mathbf{j}^{eq}$. Если векторный потенциал электромагнитного поля не изменяется во времени

$$\frac{1}{c} \frac{\partial}{\partial t} \mathbf{A}^{eq} = 0,$$

то электромагнитное поле $\mathbf{F}^{eq}$ можно заменить эквивалентными источниками:

$$\mathbf{j}^{eq} = \frac{c}{4\pi} [\nabla, i\sigma_2 \mathbf{F}^{eq}]. \quad (7)$$

При этом из равенства нулю производной по времени от $\mathbf{A}^{eq}$ следует равенство нулю производной по времени от $\mathbf{F}^{eq}$. В этом заключается принцип эквивалентности Лава.

Опережающие потенциалы электромагнитного поля. Система уравнений (3), (4) имеет два решения, однако только одно из них считается физическим. Отбор физического решения осуществляется с помощью принципов излучения Зоммерфельда, Мандельштама или других процедур [20]. Решение через опережающие потенциалы, описывающие сходящиеся электромагнитные волны, в которых электромагнитное поле определяется будущим состоянием его источников, по этим критериям не является физическим и потому в теории антенных измерений не рассматривается. В то же время широко используемая лемма Лоренца и теорема о взаимности устанавливают обратимость электромагнитных волн во времени при условии стационарности и линейности среды распространения.

Рассмотрим решение системы уравнений (3), (4) через опережающие потенциалы:

$$\mathbf{A}(\mathbf{r}, t) = \frac{1}{c} \int_V \frac{\tilde{\mathbf{j}}(\mathbf{r}', t')}{R} dV', \quad (8)$$

где $\mathbf{R} = \mathbf{r} - \mathbf{r}'$ – радиус-вектор от источников электромагнитного поля; $t' = t + R/c$ – время излучения электромагнитного поля; V – объём.

В формуле (8) и далее штрихи обозначают величины в точках, по которым осуществляется интегрирование. Будем считать процесс распространения электромагнитных волн стационарным во времени и изменяющимся по гармоническому закону $\tilde{\mathbf{j}}(\mathbf{r}, t) = \mathbf{j}^*(\mathbf{r})e^{i\omega t}$, где ω – циклическая частота, а звездочкой обозначается стационарное решение, полученное для опережающих потенциалов. В этом случае справедливы следующие тождества:

$$\frac{1}{c} \frac{\partial}{\partial t} \varphi = ik\varphi = -(\nabla, \mathbf{A}),$$

$$\mathbf{A}(\mathbf{r}, t) = \frac{1}{c} \int_V \mathbf{j}^*(\mathbf{r}') \frac{e^{i\omega(t+R/c)}}{R} dV' = \frac{e^{i\omega t}}{c} \int_V \mathbf{j}^*(\mathbf{r}') \frac{e^{ikR}}{R} dV',$$

$$\nabla_\alpha (\nabla, \mathbf{A}(\mathbf{r}, t)) = \frac{e^{i\omega t}}{c} \int_V \frac{\partial^2}{\partial x^\alpha \partial x^\beta} \frac{\mathbf{j}^{\beta*} e^{ikR}}{R} dV',$$

$$[\nabla, \mathbf{A}(\mathbf{r}, t)]_\alpha = \frac{e^{i\omega t}}{c} \int_V \varepsilon_{\alpha\beta\gamma} \frac{\partial}{\partial x^\beta} \frac{\mathbf{j}^{\gamma*} e^{ikR}}{R} dV',$$

где $k = \omega/c$ – волновое число.

В итоге от формулы (6) приходим к следующему интегралу:

$$\mathbf{F}^*(\mathbf{r}) = \frac{1}{c} \int_V (\mathbf{G}^*(\mathbf{r}, \mathbf{r}') - \nabla \mathbf{G}^*(\mathbf{r}, \mathbf{r}') i\sigma_2) \mathbf{j}^*(\mathbf{r}') dV'. \quad (9)$$

Формула (9) записана с использованием тензорной функции Грина векторного уравнения Гельмгольца [20]:

$$\mathbf{G}_{\beta}^{\alpha*}(\mathbf{r}, \mathbf{r}') = -ik \left(\frac{1}{k^2} \frac{\partial^2}{\partial x^\alpha \partial x^\beta} + \delta_{\beta}^{\alpha} \right) \frac{e^{ikR}}{R},$$

$$\nabla \mathbf{G}_{\beta}^{\alpha*}(\mathbf{r}, \mathbf{r}') = \varepsilon_{\alpha\beta\gamma} \frac{\partial}{\partial x^\beta} \frac{e^{ikR}}{R}.$$

Теорема об эквивалентном излучении. Формула (9) позволяет восстанавливать вектор электромагнитного поля по известному вектору источников – объёмной плотности токов. На практике же восстанавливать вектор электромагнитного поля приходится по его известным значениям на замкнутой поверхности S – границе объёма V , в котором содержатся все источники электромагнитного поля. Подставим формулу (6) в (8), вычислим дивергенцию, воспользуемся формулой Гаусса и свойством кососимметричности смешанного векторного произведения:

$$\begin{aligned} (\nabla, \mathbf{F}^*(\mathbf{r})) &= \frac{1}{c} \times \\ &\times \int_V \left(-\nabla', (\mathbf{G}^*(\mathbf{r}, \mathbf{r}') - \nabla \mathbf{G}^*(\mathbf{r}, \mathbf{r}') i\sigma_2) \frac{c}{4\pi} [\nabla', i\sigma_2 \mathbf{F}^*(\mathbf{r}')] \right) dV' = \\ &= \left(\nabla, \frac{1}{4\pi} \oint_S (\mathbf{G}^*(\mathbf{r}, \mathbf{r}') - \nabla \mathbf{G}^*(\mathbf{r}, \mathbf{r}') i\sigma_2) [\mathbf{n}', i\sigma_2 \mathbf{F}^*(\mathbf{r}')] dS' \right) = 0, \end{aligned}$$

где $\mathbf{n}$ – внешняя нормаль к поверхности S .

В итоге приходим к известной теореме об эквивалентном излучении:

$$\mathbf{F}^*(\mathbf{r}) = \frac{1}{4\pi} \oint_S (\mathbf{G}^*(\mathbf{r}, \mathbf{r}') - \nabla \mathbf{G}^*(\mathbf{r}, \mathbf{r}') i\sigma_2) [\mathbf{n}', i\sigma_2 \mathbf{F}^*(\mathbf{r}')] dS'. \quad (10)$$

Отметим, что формула (10) получена без прямого обращения к лемме Лоренца.

Операторы преобразования электромагнитного поля.

Вычисление формулы (10) на практике осуществляется для конечной интегральной суммы. Введем следующие векторы, объединяющие величины в N точках:

$$\mathbf{F} = \{E_1^1 \ E_1^2 \ E_1^3 \ H_1^1 \ H_1^2 \ H_1^3 \ \dots \ H_N^3\},$$

$$\mathbf{J} = \{J_{e1}^1 \ J_{e1}^2 \ J_{e1}^3 \ J_{m1}^1 \ J_{m1}^2 \ J_{m1}^3 \ \dots \ J_{mN}^3\},$$

$$\mathbf{S} = \{\delta S_1 \ \delta S_1 \ \delta S_1 \ \delta S_1 \ \delta S_1 \ \delta S_1 \ \dots \ \delta S_N\},$$

где $\mathbf{J} = c/(4\pi) [\mathbf{n}, i\sigma_2 \mathbf{F}]$ – поверхностная плотность эквивалентных токов.

С их помощью формула (10) может быть переписана следующим образом:

$$\mathbf{F}_f^* = \frac{1}{c} (\mathbf{G}^*(\mathbf{r}, \mathbf{r}') - \nabla \mathbf{G}^*(\mathbf{r}, \mathbf{r}') i\sigma_2) \mathbf{J}_s^* \circ \mathbf{S}_s = \hat{L}_{fs}^* \mathbf{J}_s^* \circ \mathbf{S}_s,$$

где f – индекс, обозначающий область восстановления электромагнитного поля; s – индекс, обозначающий область источников электромагнитного поля; $\hat{L}_{fs}^*$ – оператор преобразования электромагнитного поля; $\circ$ – покомпонентное произведение Адамара.

Начиная с формулы (8), все выкладки можно повторить для запаздывающих потенциалов электромагнитного поля, которые описывают расходящиеся электромагнитные волны и являются физическим решением. Отличия будут заключаться, во-первых, в знаке перед волновым числом k . Во-вторых, должен измениться знак всех членов, полученных после однократного дифференцирования по координатам. К этому же результату приводит изменение направления вектора $\mathbf{R}$ или вектора Пойнтинга. Последний меняет знак после умножения матрицы $-\sigma_3$ на вектор источников электромагнитного поля $\mathbf{j}$. Таким образом, справедливы следующие тождества:

$$\begin{aligned} \mathbf{F}_f^* &= \hat{L}_{fs}^*(k, \mathbf{R}) \mathbf{J}_s^* \circ \mathbf{S}_s = \hat{L}_{fs}^*(-k, -\mathbf{R}) \mathbf{J}_s \circ \mathbf{S}_s = \\ &= -\hat{L}_{fs}(-k, \mathbf{R}) \sigma_3 \mathbf{J}_s \circ \mathbf{S}_s = -\sigma_3 \mathbf{F}_f. \end{aligned} \quad (11)$$

Формула (11) позволяет разработать один алгоритм преобразования электромагнитного поля как наружу (в ДЗ), так и внутрь (на апертуру) замкнутой поверхности, в котором выбор направления преобразования осуществляется знаками входных величин. Основная формула (10) этого алгоритма для преобразования электромагнитного поля

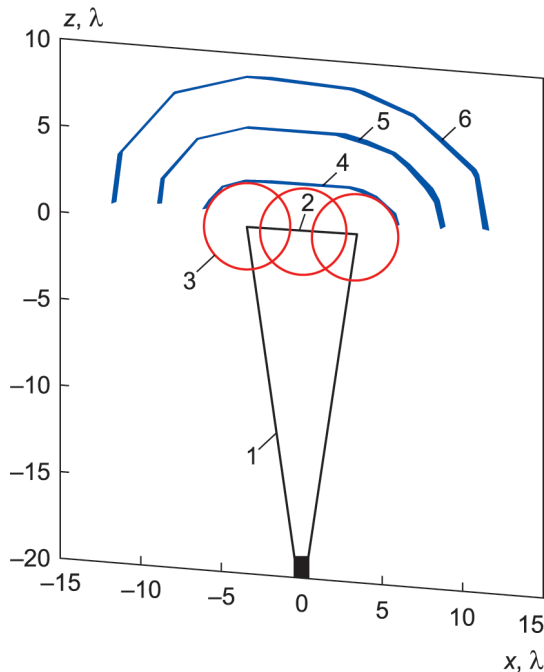


Рис. 1. Схема экспериментов:

1 – рупорная антенна; 2 – поверхность восстановления; 3 – сферы одного радиуса с центрами в точках на поверхности антенны; 4, 5, 6 – поверхности на расстоянии соответственно 3λ , 6λ , 9λ

Fig. 1. Scheme of the experiments:

1 – horn antenna; 2 – reconstruction surface; 3 – spheres of the same radius with centers at points on the antenna surface; 4, 5, 6 – surfaces at a distance of 3λ , 6λ , 9λ

на расстояния более трёх длин волн λ представлена в виде (12), где $\mathbf{v}_{\alpha\beta} = \mathbf{R}_{\alpha\beta} / R_{\alpha\beta}$ – единичный вектор визирования точки $\alpha = 1 \dots M$ из точки $\beta = 1 \dots N$; в записях знаков « $\pm$ », « $\mp$ » верхние знаки относятся к преобразованию электромагнитного поля наружу, а нижние – внутрь замкнутой поверхности.

Описание экспериментов. Верификация формулы (12) для преобразования электромагнитного поля на апертуру антенны была проведена в экспериментах. Схема эксперимента приведена на рис. 1. Коэффициент передачи между антеннами измерялся на частоте 30 ГГц ($\lambda = 1$ см). В качестве исследуемой использовалась рупорная антенна П6-132,

размер апертуры $6,8\lambda \times 5,4\lambda$ (хху). С ней связана декартова система координат с началом в центре раскрытия. Ось ОХ направлена вдоль большей стороны апертуры, ОУ – вдоль меньшей стороны апертуры, ОZ – перпендикулярно апертуре. Зондовой антенной служил открытый конец прямоугольного волновода сечением $0,72\lambda \times 0,34\lambda$ (хху). Сканирование электромагнитного поля проводилось с помощью коллаборативного робота с шестью вращательными степенями свободы в точках поверхностей, построенных следующим образом. Выбирали минимальное расстояние до антенны 3λ , 6λ или 9λ . В точках на поверхности антенны строили сферы соответствующего радиуса, после чего для этого множества сфер строили выпуклую оболочку. Предельными случаями построенных таким образом поверхностей являются выпуклая оболочка антенны и сфера бесконечного радиуса. Поверхности сканирования были разбиты на 818, 2442 и 4522 треугольных facets со сторонами не более $0,65\lambda$. Электромагнитное поле восстанавливалось на квадратной эквидистантной сетке 29×29 точек с шагом $\lambda/4$ в плоскости ОХУ с центром в начале системы координат.

Результаты восстановления электромагнитного поля.

Электромагнитное поле на поверхностях сканирования было восстановлено по методу, изложенному в работе [19]. Восстановление электромагнитного поля на апертуре антенны сначала было выполнено с помощью инверсного алгоритма из той же работы. Суть его заключается в вычислении обратной матрицы из формулы (12) и её умножении на известный вектор электромагнитного поля на поверхности сканирования. При этом для лучшей обусловленности исходной матрицы на поверхности восстановления была использована более грубая сетка 15×15 точек с шагом $\lambda/2$. Результаты восстановления нормированного распределения напряжённости электрического поля в главных сечениях приведены на рис. 2. Здесь же приведены теоретические кривые, полученные с помощью электродинамического моделирования методом обобщённых моментов. Отличия между экспериментальными и теоретическими распределениями в отдельных точках могут достигать 15 дБ. Однако в целом инверсный алгоритм позволил локализовать источники электромагнитного поля.

Те же исходные векторы электромагнитного поля были преобразованы с поверхностями сканирования на поверхность

$$\begin{pmatrix} \pm E_{1x} \\ \pm E_{1y} \\ \pm E_{1z} \\ H_{1x} \\ H_{1y} \\ H_{1z} \\ \dots \\ H_{Mz} \end{pmatrix} = \pm \frac{ik}{4\pi} \begin{pmatrix} v_{11x}^2 - 1 & v_{11x}v_{11y} & v_{11x}v_{11z} & 0 & -v_{11z} & v_{11y} \\ v_{11y}v_{11x} & v_{11y}^2 - 1 & v_{11y}v_{11z} & v_{11z} & 0 & -v_{11x} \\ v_{11z}v_{11x} & v_{11z}v_{11y} & v_{11z}^2 - 1 & -v_{11y} & v_{11x} & 0 \\ 0 & v_{11z} & -v_{11y} & v_{11x}^2 - 1 & v_{11x}v_{11y} & v_{11x}v_{11z} \\ -v_{11z} & 0 & v_{11x} & v_{11y}v_{11x} & v_{11y}^2 - 1 & v_{11y}v_{11z} \\ v_{11y} & -v_{11x} & 0 & v_{11z}v_{11x} & v_{11z}v_{11y} & v_{11z}^2 - 1 \\ \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots \\ (v_{M1y} - v_{M1x} & 0 & v_{M1z}v_{M1x} & v_{M1z}v_{M1y} & v_{M1z}^2 - 1) \frac{e^{\mp ikR_{M1}}}{R_{M1}} & \dots \end{pmatrix} \begin{pmatrix} v_{1Ny} \\ -v_{1Nx} \\ 0 \\ v_{1Nx}v_{1Nz} \\ v_{1Ny}v_{1Nz} \\ (v_{1Nz}^2 - 1) \\ \dots \\ \dots \end{pmatrix} \frac{e^{\mp ikR_{1N}}}{R_{1N}} \dots \frac{e^{\mp ikR_{MN}}}{R_{MN}} \begin{pmatrix} \pm n_{1y}H_{1z} \mp n_{1z}H_{1y} \\ \pm n_{1z}H_{1x} \mp n_{1x}H_{1z} \\ \pm n_{1x}H_{1y} \mp n_{1y}H_{1x} \\ -n_{1y}E_{1z} + n_{1z}E_{1y} \\ -n_{1z}E_{1x} + n_{1x}E_{1z} \\ -n_{1x}E_{1y} + n_{1y}E_{1x} \\ \dots \\ (-n_{Nx}E_{Ny} + n_{Ny}E_{Nx}) \delta S_N \end{pmatrix} \delta S_1 \quad (12)$$

восстановления путём прямого вычисления формулы (12). Результаты приведены на рис. 3. Отличия между экспериментальными и теоретическими распределениями в пределах апертуры антенны не превышают 2 дБ. Таким образом, прямой алгоритм позволяет восстанавливать вектор электромагнитного поля внутри поверхности сканирования с высокой точностью вне зависимости от обусловленности матрицы в формуле (12).

В отличие от инверсных прямые алгоритмы позволяют восстанавливать электромагнитное поле в любом множестве точек. На рис. 4 приведено нормированное распределение напряжённости электрического поля на прямоугольной эквидистантной сетке 121×41 точек с шагом $\lambda/4$ в плоскости OYZ , восстановленное с поверхности на расстоянии 9λ . Рупорная антенна хорошо локализуется в области $z > -10\lambda$. Существенное излучение за пределами рупорной антенны в области $z < -10\lambda$ объясняется незамкнутостью поверхностей сканирования на рис. 1.

Закключение. Результаты применения инверсных алгоритмов преобразования электромагнитного поля существенно зависят от выбора поверхности восстановления. От радиус-векторов из точек поверхности и нормалей в них зависит обусловленность матрицы оператора преобразования электромагнитного поля. Произвольный выбор поверхности восстановления без исследования и оптимизации матрицы оператора преобразования электромагнитного поля приводит к неудовлетворительным результатам. Таким образом, практическое применение инверсных алгоритмов требует либо использования фиксированной области сканирования и поверхности восстановления с известными хорошо обусловленными матрицами оператора преобразования электромагнитного поля,

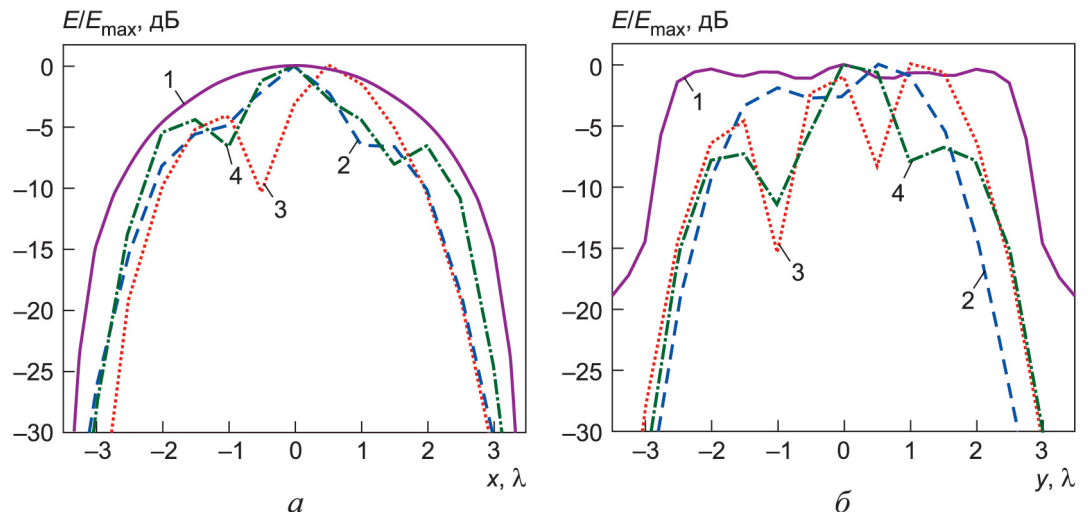


Рис. 2. Нормированные распределения E в сечениях OX (а) и OY (б) апертуры (инверсный алгоритм): 1 – электродинамическое моделирование методом обобщённых моментов; 2, 3, 4 – поверхности соответственно 3λ , 6λ , 9λ

Fig. 2. Normalized E distribution in the OX (a) and OY (b) section of the aperture (inverse algorithm): 1 – electrodynamics model (method of moments); 2, 3, 4 – surfaces 3λ , 6λ , 9λ subsequently

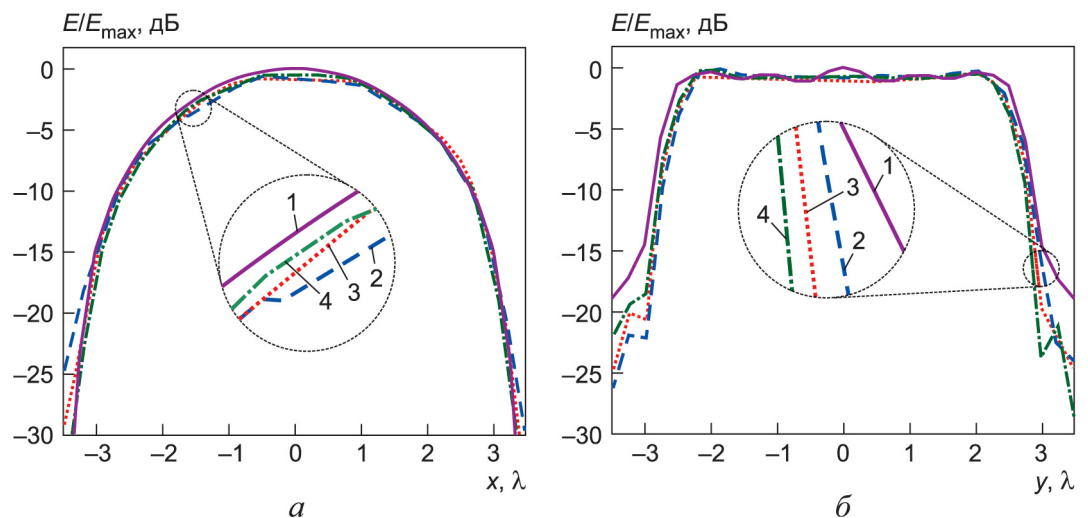


Рис. 3. Нормированные распределения E в сечениях OX (а) и OY (б) апертуры (прямой алгоритм): 1 – электродинамическое моделирование методом обобщённых моментов; 2, 3, 4 – поверхности соответственно 3λ , 6λ , 9λ

Fig. 3. Normalized E distribution in the OX (a) and OY (b) section of the aperture (direct algorithm): 1 – electrodynamics model (method of moments); 2, 3, 4 – surfaces 3λ , 6λ , 9λ subsequently

либо разработки алгоритма поиска поверхности восстановления для произвольной области сканирования. При этом неоспоримым преимуществом инверсных алгоритмов является возможность сканирования электромагнитного поля во множестве точек, не лежащих на одной поверхности.

Результаты применения прямых алгоритмов преобразования электромагнитного поля не зависят от обусловленности матрицы соответствующего оператора. Таким образом, на практике для известного вектора электромагнитного поля на произвольной поверхности прямые алгоритмы

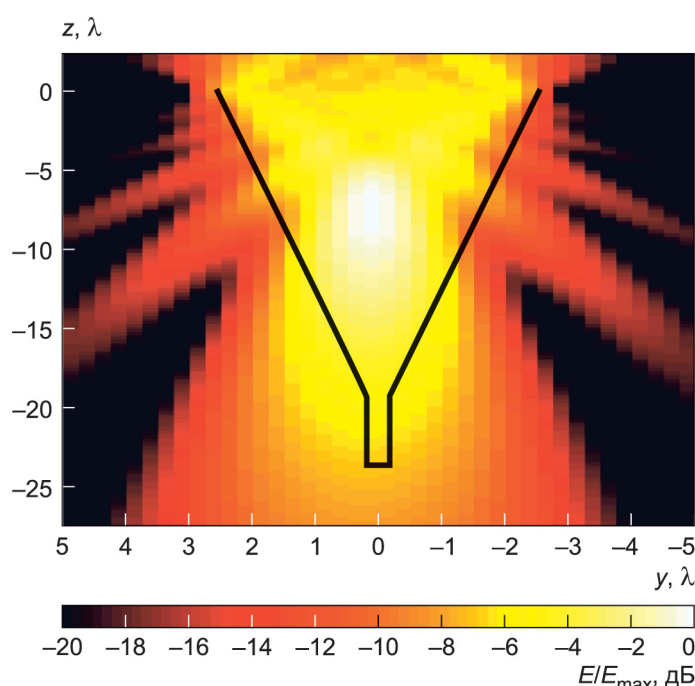


Рис. 4. Нормированное распределение E в плоскости OYZ (прямой алгоритм)

Fig. 4. Normalized E distribution in the OYZ surface (direct algorithm)

характеризуются меньшими методическими погрешностями в сравнении с инверсными алгоритмами. При этом неизбежные отклонения положения зондовой антенны от заданных значений можно компенсировать построением по достигнутым значениям новой поверхности сканирования. В противоположность инверсным, прямые алгоритмы позволяют восстанавливать электромагнитное поле в произвольном множестве точек, что является более актуальным для решения практических задач. Всё это, а также значительно меньшая вычислительная сложность, делает прямые алгоритмы восстановления электромагнитного поля оптимальными для использования в новых видах антенных измерительных комплексов ближней зоны.

Список литературы

1. Yaghjian A., *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, January 1986, vol. 34, no. 1, pp. 30–45. <https://doi.org/10.1109/TAP.1986.1143727>
2. Rahmat-Samii Y., *Radio Science*, 1984, vol. 19, no. 05, pp. 1205–1217. <https://doi.org/10.1029/RS019i005p01205>
3. Hess D. W., *Inverse Methods in Electromagnetic Imaging. NATO ASI Series (Series C: Mathematical and Physical Sciences)*, 1985, vol. 143, pp. 1255–1266, Springer, Dordrecht. https://doi.org/10.1007/978-94-009-5271-3_33
4. Cappellin C., Frandsen A., Breinbjerg O., *IEEE Antennas and Propagation Magazine*, 2008, vol. 50, no. 5, pp. 204–213. <https://doi.org/10.1109/MAP.2008.4674761>
5. Курпанев А. В., Назаров В. С. Диагностика плоских антенных решеток по сверхширокополосным измерениям цилиндрическим сканером // Метрологическое обеспечение инновационных технологий: сборник тезисов конференции, Санкт-Петербург, 04 марта 2019 г. 2019. С. 112–115.
6. Eibert T. F., Kilic E., Lopez C., Mauermayer R. A. M., Neitz O., and Schnattinger G. T., *Progress in Electromagnetics Research*, 2015, vol. 151, pp. 127–150. <https://doi.org/10.2528/PIER14121105>
7. Las-Heras F., Pino M. R., Loredó S., Alvarez Y., and Sarkar T. K., *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, Aug. 2006, vol. 54, no. 8, pp. 2198–2207. <https://doi.org/10.1109/TAP.2006.879190>
8. Alvarez Y., Las-Heras F., Pino M. R., *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, 2007, vol. 55, no. 12, pp. 3460–3468. <https://doi.org/10.1109/TAP.2007.910316>
9. Eibert T. F., Schmidt C. H., *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, 2009, vol. 57, no. 4, pp. 1178–1185. <https://doi.org/10.1109/TAP.2009.2015828>
10. Varela F. R., Iragüen B. G., Sierra-Castaner M., *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, 2019, vol. 68, no. 1, pp. 500–508. <https://doi.org/10.1109/TAP.2019.2935108>
11. Gordon J. A. et al., *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, 2015, vol. 63, no. 12, pp. 5351–5362. <https://doi.org/10.1109/TAP.2015.2496110>
12. D. J. van Rensburg, Walkenhorst B., Ton Q., and Demas J., *A Robotic Near-Field Antenna Test System Relying on Non-Canonical Transformation Techniques*, 2019 *Antenna Measurement Techniques Association Symposium (AMTA)*, San Diego, CA, USA, 2019, pp. 1–5. <https://doi.org/10.23919/AMTAP.2019.8906358>
13. Slater P. A., Downey J. M., Piasecki M. T., and Schoenholz B. L., *Portable Laser Guided Robotic Metrology System*, 2019 *Antenna Measurement Techniques Association Symposium (AMTA)*, San Diego, CA, USA, 2019, pp. 1–6. <https://doi.org/10.23919/AMTAP.2019.8906337>
14. Geise A. et al., *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, 2019, vol. 67, no. 5, pp. 3346–3357. <https://doi.org/10.1109/TAP.2019.2900373>
15. Garcia-Fernandez M., Lopez Y. A., Andres F. L. H., *IET Microwaves, Antennas & Propagation*, 2019, vol. 13, no. 13, pp. 2224–2231. <https://doi.org/10.1049/iet-map.2018.6167>
16. Alvarez Narciandi G. et al., *Portable Freehand System for Real-time Antenna Diagnosis and Characterization*, *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, 2020. <https://doi.org/10.1119/TAP.2020.297893>
17. Стрэттон Дж. А. Теория электромагнетизма / Пер. М. С. Рабинович и В. М. Харитонов; под ред. проф. С. М. Рытова. М.: Л.: Гостехиздат, 1948 (Л.: тип. им. Евг. Соколовой). 539 с.
18. Анютин Н. В., Малай И. М., Озеров М. А., Титаренко А. В., Шкуркин М. С. Коррекция измеренного амплитудно-фазового распределения поля в ближней зоне по диаграмме направленности зонда // Измерительная техника. 2018. № 1. С. 50–53. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2018-1-50-53>
19. Anyutin N., Malay I., and Malyshev A., 2019 *Radiation and Scattering of Electromagnetic Waves (RSEMW)*, Divnomorskoe, Russia, 2019, pp. 293–296. <https://doi.org/10.1109/RSEMW.2019.8792778>
20. Болотовский Б. М., Столяров С. Н. Современное состояние электродинамики движущихся сред (безграничные

среды) // Успехи физических наук. 1974. Т. 114. Вып. 4. С. 569–608. <https://doi.org/10.3367/UFNr.0114.197412a.0569>

References

1. Yaghjian A., *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, January 1986, vol. 34, no. 1, pp. 30–45. <https://doi.org/10.1109/TAP.1986.1143727>
2. Rahmat-Samii Y., *Radio Science*, 1984, vol. 19, no. 05, pp. 1205–1217. <https://doi.org/10.1029/RS019i005p01205>
3. Hess D. W., *Inverse Methods in Electromagnetic Imaging. NATO ASI Series (Series C: Mathematical and Physical Sciences)*, 1985, vol. 143, pp. 1255–1266, Springer, Dordrecht. https://doi.org/10.1007/978-94-009-5271-3_33
4. Cappellin C., Frandsen A., Breinbjerg O., *IEEE Antennas and Propagation Magazine*, 2008, vol. 50, no. 5, pp. 204–213. <https://doi.org/10.1109/MAP.2008.4674761>
5. Kirpanev A. V., Nazarov V. S., *Metrologicheskoe obespechenie innovatsionnykh tekhnologii*, Abstracts of Papers, St. Petersburg, 2019, pp. 112–115.
6. Eibert T. F., Kilic E., Lopez C., Mauermayer R. A. M., Neitz O., and Schnattinger G. T., *Progress in Electromagnetics Research*, 2015, vol. 151, pp. 127–150. <https://doi.org/10.2528/PIER14121105>
7. Las-Heras F., Pino M. R., Loredo S., Alvarez Y., and Sarkar T. K., *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, Aug. 2006, vol. 54, no. 8, pp. 2198–2207. <https://doi.org/10.1109/TAP.2006.879190>
8. Alvarez Y., Las-Heras F., Pino M. R., *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, 2007, vol. 55, no. 12, pp. 3460–3468. <https://doi.org/10.1109/TAP.2007.910316>
9. Eibert T. F., Schmidt C. H., *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, 2009, vol. 57, no. 4, pp. 1178–1185. <https://doi.org/10.1109/TAP.2009.2015828>
10. Varela F. R., Iragüen B. G., Sierra-Castaner M., *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, 2019, vol. 68, no. 1, pp. 500–508. <https://doi.org/10.1109/TAP.2019.2935108>
11. Gordon J. A. et al., *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, 2015, vol. 63, no. 12, pp. 5351–5362. <https://doi.org/10.1109/TAP.2015.2496110>
12. D. J. van Rensburg, Walkenhorst B., Ton Q., and Demas J., A Robotic Near-Field Antenna Test System Relying on Non-Canonical Transformation Techniques, *2019 Antenna Measurement Techniques Association Symposium (AMTA)*, San Diego, CA, USA, 2019, pp. 1–5. <https://doi.org/10.23919/AMTAP.2019.8906358>
13. Slater P. A., Downey J. M., Piasecki M. T., and Schoenholz B. L., Portable Laser Guided Robotic Metrology System, *2019 Antenna Measurement Techniques Association Symposium (AMTA)*, San Diego, CA, USA, 2019, pp. 1–6. <https://doi.org/10.23919/AMTAP.2019.8906337>
14. Geise A. et al., *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, 2019, vol. 67, no. 5, pp. 3346–3357. <https://doi.org/10.1109/TAP.2019.2900373>
15. Garcia-Fernandez M., Lopez Y. A., Andres F. L. H., *IET Microwaves, Antennas & Propagation*, 2019, vol. 13, no. 13, pp. 2224–2231. <https://doi.org/10.1049/iet-map.2018.6167>
16. Alvarez Narciandi G. et al., Portable Freehand System for Real-time Antenna Diagnosis and Characterization, *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, 2020. <https://doi.org/10.1119/TAP.2020.297893>
17. Stratton J. A., *Electromagnetic theory*, John Wiley & Sons, 2007.
18. Anyutin N. V., Malai I. M., Ozerov M. A., et al., *Measurement Techniques*, 2018, vol. 61, no. 1, pp. 67–71. <https://doi.org/10.1007/s11018-018-1389-2>
19. Anyutin N., Malay I., and Malyshev A., 2019 Radiation and Scattering of Electromagnetic Waves (RSEMW), Divnomorskoe, Russia, 2019, pp. 293–296. <https://doi.org/10.1109/RSEMW.2019.8792778>
20. Boris M. Bolotovskii and Stanislav N. Stolyarov, 1975 *Sov. Phys. Usp.* (vol.) 17 (no. 6) 875–895. <https://doi.org/10.1070/PU1975v017n06ABEH004403>

Статья поступила в редакцию 06.10.2020;
принята к публикации 24.11.2020.

Расчёт поглощённой биологической тканью человека дозы излучения при использовании средств визуализации в лучевой терапии

Ирина Матвеевна Лебеденко^{1✉}, Сергей Сергеевич Хромов²,
Тарас Владимирович Бондаренко³, Евгений Маркович Чертенков⁴

¹ Национальный исследовательский ядерный университет «Московский инженерно-физический институт», Москва, Россия, imlebedenko@mail.ru

^{1, 2} Национальный медицинский исследовательский центр онкологии им. Н. Н. Блохина Минздрава РФ, Москва, Россия

³ Научно-исследовательский институт технической физики и автоматизации, Москва, Россия

⁴ Московский государственный университет им. М. В. Ломоносова, Москва, Россия

Аннотация. Рассмотрены вопросы контроля дозы рентгеновского излучения при проведении диагностических и терапевтических процедур с применением средств визуализации. Определена поглощённая биологической тканью человека доза рентгеновского излучения средств визуализации при контроле положения больного на терапевтическом столе ускорителя электронов перед проведением сеанса лучевой терапии. Смоделированы процессы прохождения фотонов и электронов через среду, а также измерены спектры рентгеновского излучения. Спектр излучения рентгеновской трубки Varian G-242 Rotating Anode X-ray Tube получен с помощью спектрометра XR-100-CdTe. Поглощённая доза рассчитана методом Монте-Карло. Поглощённая доза в водном фантоме при напряжении трубки до 80 кВ составила 0,9–1,5 мГр.

Ключевые слова: лучевая терапия, средства визуализации, глубинные дозовые распределения, поглощённая доза, бортовые рентгеновские системы, компьютерная томография с коническим лучом

Для цитирования: Лебеденко И.М., Хромов С.С., Бондаренко Т.В., Чертенков Е.М. Расчёт поглощённой биологической тканью человека дозы излучения при использовании средств визуализации в лучевой терапии // Измерительная техника. 2021. № 1. С. 56–59. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-1-56-59>

Calculation of the radiation dose absorbed by human biological tissue when using imaging equipment in radiotherapy

Irina M. Lebedenko^{1✉}, Sergej S. Khromov², Taras V. Bondarenko³, Evgenij M. Chertenkov⁴

¹ National Research Nuclear University Moscow Engineering Physics Institute, Moscow, Russia, imlebedenko@mail.ru

^{1, 2} N. N. Blokhin Russian Cancer Research Center, Moscow, Russia,

³ Scientific Research Institute of Technical Physics and Automation, Moscow, Russia

⁴ Lomonosov Moscow State University, Moscow, Russia

Abstract. Considered the issues of X-ray dose control during diagnostic and therapeutic procedures using imaging tools. The dose of X-ray radiation from the visualization devices absorbed by the biological tissue of a person was determined when monitoring the position of the patient on the therapeutic table of the electron accelerator before the radiation therapy session. The processes of transmission of photons and electrons through the medium were simulated, and the X-ray spectra were measured. The emission spectrum of the Varian G-242 Rotating Anode X-ray Tube was obtained using an XR-100-CdTe spectrometer. The absorbed dose is calculated by the Monte Carlo method. The absorbed dose in the water phantom at tube voltage up to 80 kV was 0,9–1,5 mGy.

Keywords: radiotherapy, imaging tools, depth dose distribution, absorbed dose, on board imaging (OBI), cone beam computed tomography (CBCT)

Введение. Компьютерная томография с функцией получения изображения в конусном пучке (КЛКТ) – популярная альтернатива классической компьютерной томографии в

диагностической и терапевтической радиологии. Установленные на клинических ускорителях электронов бортовые рентгеновские системы (БРС) обеспечивают точную укладку

пациента на терапевтическом столе при проведении лучевой терапии [1–4]. Отклонения в позиционировании корректируются после сравнения трёхмерной анатомической информации между изображениями пациента на столе ускорителя, полученными с помощью компьютерной томографии и БРС. Получение КЛКТ-изображений должно быть клинически обосновано, так как терапевтическая доза излучения в критических органах суммируется с дозой, полученной от аппарата визуализации.

Цель работы – рассчитать значения дозы, поглощённой биологической тканью в процессе получения КЛКТ-изображений, по данным спектров излучения рентгеновского симулятора Acuity (Varian, США). В работе использованы материалы доклада рабочей группы № 75 Комитета по лучевой терапии Американской ассоциации медицинских физиков, где приведены основные понятия о дозах, получаемых пациентом при сканировании [5–9].

Материалы и методы. Эксперименты проводились на терапевтическом рентгеновском симуляторе облучения Acuity (Varian, США), в головке которого установлена трубка G-242. Поле излучения размером 16×22 см было симметрично, воспроизводимо и полностью покрывало детектор спектрометра. Рентгеновская трубка симулятора Acuity идентична бортовой рентгеновской трубке ускорителя Clinac iX (Varian, США). Трубки данного типа служат для получения изображений компьютерной томографии, КЛКТ, рентгеновских симуляторов и др. Анод трубки изготовлен из жаропрочного сплава вольфрама и рения – тяжёлых металлов с высоким атомным номером. Система вывода электронного пучка устроена так, что электроны из катода вылетают перпендикулярно поверхности анода. На выходе камеры установлено фильтрующее окно из алюминия толщиной 0,5 мм. Диаметр фокусного пятна составляет 0,8 мм.

Максимальное напряжение рентгеновской трубки 150 кВ, катод-земля и анод-земля – 75 кВ, сетка-катод – 4 кВ.

Спектр рентгеновского излучения получен с помощью спектрометра XR-100-CdTe (Amptek, Япония), включающего в себя рентгеновский детектор и гамма-детектор, предусилитель и систему охлаждения. Диодный детектор теллурида кадмия (CdTe) размером 5×5 мм установлен на двухступенчатом термоэлектрическом охладителе. Толщина детектора 1 мм, толщина окна детектора из графита или бериллия (Be) – 25 или 100 мкм соответственно, размеры корпуса 7,6×4,4×2,9 см, масса корпуса 125 г. Спектрометр XR-100-CdTe способен регистрировать спектр излучения в диапазоне энергий от нескольких единиц до нескольких сотен килоэлектронвольт. Питание спектрометра обеспечено управляющим устройством, связывающим детектор и предусилитель PX5 (Amptek, Япония). Система из спектрометра XR-100-CdTe и предусилителя PX5 обеспечивала стабильную работу менее чем через одну минуту после включения питания. В комплект спектрометра входили следующие устройства: диодный CdTe-детектор; основанный на эффекте Пельтье термоэлектрический охладитель; охлаждаемый полевой транзистор; монитор температуры; графитовое или бериллиевое окно, а также герметичная упаковка. Принцип работы спектрометра

основан на взаимодействии рентгеновского и гамма-излучений с атомами CdTe, при котором создаётся некоторое количество пар электрон–дырка. Это количество усредняется для каждой новой порции энергии 4,43 эВ, теряемой в CdTe-детекторе. Для облегчения сбора заряда на CdTe-детектор подаётся положительный потенциал 500 В. Затем детектор охлаждается, ток утечки значительно уменьшается. Это обеспечивает высокое напряжение смещения.

Для обработки рентгеновского спектра использовали комплект коллиматоров EXVC. Он включал: корпус коллиматора из нержавеющей стали; латунную вставку; штатив и монтажную плату (входит в комплект поставки при использовании стандартного 1,5-дюймового удлинителя); лазерную указку. Также в комплект входили семь коллиматорных дисков толщиной 1 мм (с отверстиями 25; 50 мкм) и 2 мм (с отверстиями 100; 200; 400; 1000; 2000 мкм), изготовленных из вольфрамового сплава (90 % вольфрама, 6 % никеля, 4 % меди). Запись и визуализация спектров осуществлялась с помощью программы DppMCA (Amptek, Япония). Приборные спектры сохранялись в виде отдельных файлов, содержащих непосредственно результаты измерений, техническую и программную информацию о каждом измерении на спектрометре.

Совмещение фокусного пятна рентгеновской трубки и оси спектрометра. Для полного сбора данных о спектре рентгеновского излучения необходимо обеспечить соответствующие настройки светового поля аппарата и лазеров так, чтобы создать условия максимального совпадения фокусного пятна рентгеновской трубки и оси спектрометра.

Также выраженное влияние на результат оказывает рамка, на которой установлен спектрометр. За счёт её механической деформации ось детектора может отклоняться от вертикальной оси. В процессе работы для поиска оптимального положения использовали изготовленное на 3D-принтере устройство геометрической настройки (лазерную указку). Указка находилась в корпусе коллиматоров и создавала лазерный луч, совпадающий с осью спектрометра. Первоначальная настройка для проведения измерений спектра происходила при совмещении лазерного луча с фокусом трубки X-Ray G-242 (Varian, США). Спектрометр последовательно перемещали с помощью линейки с шагом 5 мм по определённой схеме. При приближении к максимальному совпадению оси спектрометра и фокусного пятна трубки спектрометр перемещали в принятом направлении вдоль одной из осей X, Y, а при удалении от указанного соответствия направление меняли на противоположное. Сохраняли каждые пять приборных спектров с наиболее близким совпадением.

Все измерения проводили в режиме рентгеноскопии при минимальном токе трубки 25 мА. В результате получили распределения приборного спектра. Статистику набирали до достижения квазипостоянства (не более 10 %) флуктуаций параметров на входе детектора во время измерения. Сохраняли спектры с минимальным мёртвым временем из серии измерений с одинаковыми параметрами напряжений и токов. Полученные энергетические распределения можно считать достоверными и применимыми для анализа.

Модель расчёта значения поглощённой биологической тканью человека дозы. Прохождение рентгеновского излучения с известным энергетическим распределением моделировалось через водный фантом, поскольку биологические ткани человека преимущественно состоят из воды. Поперечное сечение пучка лучей представляло собой квадратную плоскость со стороной 5 см, параллельную ближайшей плоскости поверхности фантома. Энергетический спектр начального пучка был получен экспериментально. Источник излучения находился на расстоянии 1,55 м от детектора по оси входного луча, что соответствовало расстоянию до поверхности детектора спектрометра. Частицы двигались в сторону детектора так, что центральная линия пучка попадала в геометрический центр детектора перпендикулярно поверхности грани.

В процессе физического моделирования и расчёта поглощённой биологической тканью человека дозы использовалась стандартная модель из программного пакета GEANT 4, рекомендуемая разработчиками для электронов и фотонов низкой энергии. Программный пакет GEANT 4 – это система программных библиотек для компьютерного моделирования процессов прохождения элементарных частиц через вещество на основе метода Монте-Карло. Пакет GEANT 4 состоит из набора внутренних и пользовательских функций, позволяющих описать следующие этапы моделирования: тип и параметры используемых частиц; первичную генерацию пучков частиц; физические процессы, отвечающие за взаимодействие частиц; информацию о событиях взаимодействия частиц, треках частиц; систему геометрий, чувствительность детекторов, визуализацию.

Для оценки многократного рассеяния применяли модифицированную модель Урбана (Geant 4 Low Energy Electromagnetic Physics: [сайт]. URL: <http://www.ge.infn.it/geant4/lowE>; Geant 4 A simulation toolkit, URL: <https://geant4.web.cern.ch>). Каждой частице соответствовали переменные величины: тип; положение; кинетическая энергия частицы; энергия, переданная этой частицей детектору. Энергия, потерянная частицей в слое детектора, определялась на каждом шаге моделирования стандартным методом [10]. Все исходные параметры сохранялись для последующей обработки и анализа. После записи готовых результатов обработка первичного трека продолжалась до того момента, пока частица не выходила за геометрические границы модели или её энергия не становилась нулевой.

Результаты и обсуждение. Численные оценки доз для каждого полученного спектра проводили с применением указанной в предыдущем разделе расчётной модели. Метод Монте-Карло позволял представить процесс взаимодействия частиц в виде математической модели с использованием генератора случайных величин. Далее модель многократно обчислялась, на основе полученных данных вычислялись вероятностные характеристики

**Значения
поглощённых доз
в фантоме при токе
трубки 25 мА**

U, кВ	D, мГр
65	0,940±0,02
70	0,939±0,014
75	1,223±0,17
80	1,478±0,09

рассматриваемого процесса [11]. Поглощённые дозы D в тканезквивалентном водном фантоме размером 5×5 см для пучков рентгеновских лучей при напряжении трубки $U=65...80$ кВ составили 0,9–1,5 мГр (таблица). Дополнительно была оценена неопределённость измерений, характеризующая разброс значений найденных поглощённых доз.

Таким образом, можно констатировать экспоненциальный рост поглощенной биологической тканью дозы с увеличением напряжения на трубке.

Заключение. Проведен расчёт доз рентгеновского излучения, поглощенных биологической тканью человека в процессе получения контрольного изображения на столе клинического ускорителя при различных напряжениях на рентгеновской трубке. Для вычисления излучения использована трубка рентгеновского симулятора Asuaty. Поглощённые дозы в водном фантоме для указанных рентгеновских пучков при напряжении трубки до 80 кВ составляли от 0,9 до 1,5 мГр. Зафиксирован экспоненциальный рост поглощенной биологической тканью дозы с увеличением напряжения на трубке. Очевидно, что для снижения лучевой нагрузки на пациента (в данном случае в биологической ткани человека) необходимы дополнительные исследования по подбору оптимальных режимов напряжения на трубке, так как в процессе всего курса лучевой терапии доза от нескольких контрольных изображений суммируется и существенно дополняет терапевтическую дозу.

Работа выполнена при поддержке Программы повышения конкурентоспособности НИЯУ МИФИ (договор № 02.а03.21.0005).

Список литературы

1. Chen J., Morin O., Aubin M. et al., *British Journal of Radiology*, 2006, vol. 79, pp. 87–98. <https://doi.org/10.1259/bjr/60612178>
2. Jaffray D. A., Siewerdsen J. H., *Medical Physics*, 2000, vol. 27, no. 6, pp. 1311–1323. <https://doi.org/10.1118/1.599009>
3. Letourneau D., Wong J., Oldham M. et al., *Radiotherapy and Oncology*, 2005, vol. 75, no. 3, pp. 279–286. <https://doi.org/10.1016/j.radonc.2005.03.001>
4. Thilmann C., Nill S., Tücking T. et al., *Radiation Oncology*, 2006, vol. 1, p. 16. <https://doi.org/10.1186/1748-717X-1-16>
5. Murphy M. J. et al., *Medical Physics*, 2007, vol. 34, no. 10, pp. 4041–4063. <https://doi.org/10.1118/1.2775667>
6. Islam M. K., Purdie T. G., Norrlinger B. D. et al., *Medical Physics*, 2006, vol. 33, no. 6, pp. 1573–1582. <https://doi.org/10.1118/1.2198169>
7. Song W. Y., Kamath S., Ozawa S. et al., *Medical Physics*, 2008, vol. 35, no. 2, pp. 480–486. <https://doi.org/10.1118/1.2825619>
8. Ding G. X., Coffey C. W., *Int. Journal of Radiation Oncology, Biology, Physics*, 2009, vol. 73, no. 2, pp. 610–617. <https://doi.org/10.1016/j.ijrobp.2008.10.006>
9. Diederich S., Lenzen H., *Cancer*, 2000, vol. 89, no. 11, pp. 2457–2460. [https://doi.org/10.1002/1097-0142\(20001201\)89:11+<2457::AID-CNCR22>3.0.CO;2-7](https://doi.org/10.1002/1097-0142(20001201)89:11+<2457::AID-CNCR22>3.0.CO;2-7)

10. Chauvie S., Francis Z., Guatelli S. et al., *IEEE Transactions on Nuclear Science Journal*, 2007, vol. 54, no. 6, pp. 2619–2628. <https://doi.org/10.1109/TNS.2007.910425>

11. Chetty I. J., Curran B., Cygler J. E. *Medical Physics*, 2007, vol. 34, no. 12, pp. 4818–4853. <https://doi.org/10.1118/1.2795842>

References

1. Chen J., Morin O., Aubin M. et al., *British Journal of Radiology*, 2006, vol. 79, pp. 87–98.

<https://doi.org/10.1259/bjr/60612178>

2. Jaffray D. A., Siewerdsen J. H., *Medical Physics*, 2000, vol. 27, no. 6, pp. 1311–1323. <https://doi.org/10.1118/1.599009>

3. Letourneau D., Wong J., Oldham M. et al., *Radiotherapy and Oncology*, 2005, vol. 75, no. 3, pp. 279–286.

<https://doi.org/10.1016/j.radonc.2005.03.001>

4. Thilmann C., Nill S., Tücking T. et al., *Radiation Oncology*, 2006, vol. 1, p. 16. <https://doi.org/10.1186/1748-717X-1-16>

5. Murphy M. J. et al., *Medical Physics*, 2007, vol. 34, no. 10, pp. 4041–4063. <https://doi.org/10.1118/1.2775667>

6. Islam M. K., Purdie T. G., Norrlinger B. D. et al., *Medical Physics*, 2006, vol. 33, no. 6, pp. 1573–1582.

<https://doi.org/10.1118/1.2198169>

7. Song W. Y., Kamath S., Ozawa S. et al., *Medical Physics*, 2008, vol. 35, no. 2, pp. 480–486.

<https://doi.org/10.1118/1.2825619>

8. Ding G. X., Coffey C. W., *Int. Journal of Radiation Oncology, Biology, Physics*, 2009, vol. 73, no. 2, pp. 610–617.

<https://doi.org/10.1016/j.ijrobp.2008.10.006>

9. Diederich S., Lenzen H., *Cancer*, 2000, vol. 89, no. 11, pp. 2457–2460. [https://doi.org/10.1002/1097-0142\(20001201\)89:11+<2457::AID-CNCR22>3.0.CO;2-7](https://doi.org/10.1002/1097-0142(20001201)89:11+<2457::AID-CNCR22>3.0.CO;2-7)

10. Chauvie S., Francis Z., Guatelli S. et al., *IEEE Transactions on Nuclear Science Journal*, 2007, vol. 54, no. 6, pp. 2619–2628.

<https://doi.org/10.1109/TNS.2007.910425>

11. Chetty I. J., Curran B., Cygler J. E. *Medical Physics*, 2007, vol. 34, no. 12, pp. 4818–4853. <https://doi.org/10.1118/1.2795842>

Статья поступила в редакцию 28.05.2020;
принята к публикации 09.09.2020.

Генетический анализатор Нанофор 05 в качестве средства измерений при секвенировании ДНК

Александр Анатольевич Волков¹, Илья Алексеевич Волков², Александр Геннадиевич Плугов³, Елена Вячеславовна Кулябина⁴, Ольга Николаевна Мелкова⁵, Георгий Сергеевич Лавров⁶, Дария Владимировна Бочарова⁷, Яков Игоревич Алексеев⁸

¹ Всероссийский научно-исследовательский институт рыбного хозяйства и океанографии, Москва, Россия, alexavolkov@gmail.com

^{2, 3, 8} Научно-производственная фирма «Синтол», Москва, Россия

²iv@syntol.ru, ³ap@syntol.ru, ⁸jalex@syntol.ru

^{4, 5} Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы, Москва, Россия

⁴kuliabina@vniims.ru, ⁵melkova@vniims.ru

^{6, 7, 8} Институт аналитического приборостроения РАН, Санкт-Петербург, Россия

⁶lavrik641@mail.ru, ⁷souldarydary@gmail.com, ⁸jalex01@mail.ru

Аннотация. Разработано метрологическое обеспечение секвенирования ДНК. Секвенирование стандартного образца митохондриальной последовательности ДНК человека выполнено методом Сенгера на отечественных генетических анализаторах капиллярного электрофореза Нанофор 05. Результаты проведенных работ использованы при утверждениях типов стандартного образца митохондриальной последовательности ДНК человека и средства измерений последовательности ДНК.

Ключевые слова: секвенирование ДНК, стандартный образец ДНК, погрешность секвенирования ДНК, генетический анализатор, капиллярный электрофорез

Для цитирования: Волков А. А., Волков И. А., Плугов А. Г., Кулябина Е. В., Мелкова О. Н., Лавров Г. С., Бочарова Д. В., Алексеев Я. И. Генетический анализатор Нанофор 05 в качестве средства измерений при секвенировании ДНК // Измерительная техника. 2021. № 1. С. 60–65. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-1-60-65>

Genetic analyzer Nanophore 05 as a measuring instrument for DNA sequencing

Aleksandr A. Volkov¹, Il'ya A. Volkov², Aleksandr G. Plugov³, Elena V. Kulyabina⁴, Olga N. Melkova⁵, Georgii S. Lavrov⁶, Dariya V. Bocharova⁷, Yakov I. Alekseev⁸

¹ Russian Federal Research Institute of Fisheries and Oceanography, Moscow, Russia, alexavolkov@gmail.com

^{2, 3, 8} Limited Liability Company Syntol, Moscow, Russia

²iv@syntol.ru, ³ap@syntol.ru, ⁸jalex@syntol.ru

^{4, 5} All-Russian Research Institute of Metrological Service, Moscow, Russia

⁴kuliabina@vniims.ru, ⁵melkova@vniims.ru

^{6, 7, 8} Institute for Analytical Instrumentation, Russian Academy of Sciences, St. Petersburg, Russia

⁶lavrik641@mail.ru, ⁷souldarydary@gmail.com, ⁸jalex01@mail.ru

Abstract. The paper presents the results of studies on the development of metrological support for DNA sequencing. The sequencing of a standard sample of the human mitochondrial DNA was carried out according to the Sanger method on domestic capillary electrophoresis genetic analyzers Nanophore 05. The results of the work were used to validate standard reference material for human mitochondrial DNA sequence and to confirm the DNA sequencer as a measurement instrument.

Keywords: DNA sequencing, standard DNA sample, DNA sequencing error, genetic analyzer, capillary electrophoresis

Введение. Расшифровка первичной структуры (секвенирование) ДНК является общепризнанным «золотым стандартом» при идентификации любых объектов биологического

происхождения, так как в результате анализа обеспечивается точность идентификации объекта, близкая к 100 % [1]. Технологии секвенирования ДНК стремительно развиваются,

поскольку информация, получаемая при расшифровке ДНК, чрезвычайно актуальна для различных отраслей деятельности человека – медицины, сельского хозяйства, пищевой промышленности, криминалистики, обеспечения биологической безопасности и др. В настоящее время существует несколько методов секвенирования ДНК, отличающихся принципом реализации на молекулярном уровне. Первым автоматизированным методом секвенирования ДНК является метод секвенирования по Сенгеру [2]. В последние годы появились и уже внедрены в практику молекулярно-генетических исследований технологии массового параллельного (полногеномного) секвенирования ДНК, основанные на методе секвенирования путём синтеза [3, 4]. Активно ведутся разработки в области так называемого одномолекулярного секвенирования [5]. Однако до сих пор отсутствует метрологическое обеспечение процесса секвенирования ДНК, поэтому ДНК-исследования в испытательных лабораториях являются проблематичными, несмотря на попытки создания в РФ метрологического обеспечения геномных анализаторов [6, 7]. В частности, был разработан стандартный образец для калибровки и метрологического обеспечения пиросеквенатора CS FLX, представляющий собой фрагмент последовательности ДНК плазмиды pUC18 размером 271 нуклеотид. Затем был разработан и утверждён государственный стандартный образец (ГСО) фрагмента последовательности ДНК плазмиды pUC18 размером 717 нуклеотидов [8]. Однако в 2016 г. пиросеквенаторы CS FLX были сняты с производства, а срок действия свидетельств на государственный стандартный образец плазмиды закончился. Размер эталонной последовательности, по-видимому, должен определяться техническими возможностями калибруемого (поверяемого) генетического анализатора, прежде всего длиной расшифровываемой ДНК с указанием определённой для данной длины погрешности расшифровки.

Цель настоящей работы – оценивание погрешности расшифровки последовательности ДНК с использованием средства измерений – генетического анализатора капиллярного электрофореза Нанопор 05 (Институт аналитического приборостроения РАН, Россия).

Секвенирование ДНК методом Сенгера. Принцип работы генетического анализатора Нанопор 05 основан на разделении фрагментов ДНК с помощью капиллярного гель-электрофореза с детекцией флуоресценции, индуцированной лазером [9]. Анализируют образцы, полученные реакцией секвенирования ДНК методом Сенгера. Реализация данного метода состоит из нескольких этапов. Сначала проводят полимеразную цепную реакцию (ПЦР) для амплификации исследуемого фрагмента ДНК, а затем – реакцию секвенирования с применением четырёх различных друг от друга по максимуму длины волны испускания флуоресцентно-меченных дидезоксинуклеозидтрифосфатов, где в качестве матричной ДНК используют 10–200 нг ампликона. После проведения реакции продукты секвенирования ДНК разделяют методом капиллярного гель-электрофореза (рис. 1).

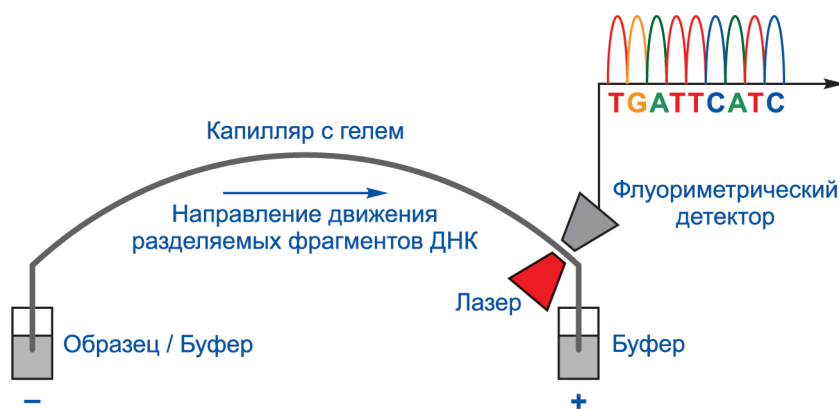


Рис. 1. Схема капиллярного гель-электрофореза с индуцированной лазером детекцией флуоресценции

Fig. 1. Scheme of capillary gel electrophoresis with laser-induced fluorescence detection

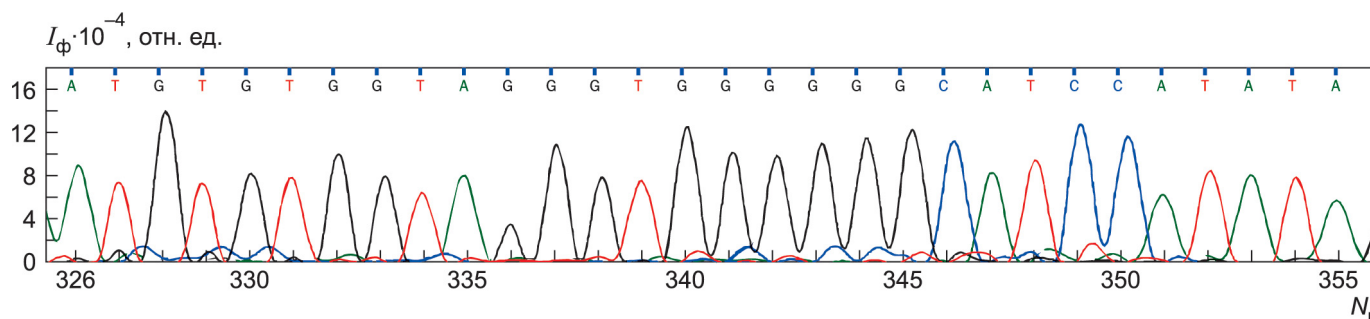


Рис. 2. Графическое изображение (электрофореграмма) последовательности фрагмента ДНК, полученное на генетическом анализаторе Нанопор 05; I_{ϕ} – интенсивность флуоресценции; N_n – порядковый номер нуклеотида; буквы – нуклеотиды, пики – сигнал флуоресценции

Fig. 2. Graphic image (electrophoregram) of the sequence of a DNA fragment obtained on the Nanophor 05 genetic analyzer; I_f is the fluorescence intensity; N_n is the sequence number of the nucleotide; letters – nucleotides, peaks – fluorescence signal

Фрагменты ДНК, проходящие через зону детекции капилляра с гелем и содержащие определённую флуоресцентную метку, возбуждаются лазерным излучением, и сигнал флуоресценции регистрируется детектором. Капилляры представляют собой тонкие стеклянные трубочки длиной 46–60 см и внутренним диаметром 50 мкм. При разделении фрагментов ДНК в геле короткие фрагменты движутся быстрее длинных, что позволяет ранжировать фрагменты по длине. Разрешающая способность капиллярного электрофореза позволяет достоверно разделять фрагменты ДНК с погрешностью не более одного нуклеотида при длине фрагмента ДНК несколько сотен нуклеотидов [10]. Результаты разделения записывают с помощью компьютера в виде четырёхцветной электрофореграммы, в которой каждый пик флуоресценции определённого цвета соответствует одному из четырёх нуклеотидов, а последовательность выхода пиков соответствует последовательности расшифровываемой ДНК, кодируемой четырьмя буквами: А (аденозин), G (гуанозин), С (цитидин), Т (тимидин), как показано на рис. 2.

Основной проблемой, которая может возникнуть при работе генетического анализатора, является так называемая «ошибка считывания». При секвенировании методом Сенгера длина прочитываемого фрагмента ДНК может составлять до 1000 нуклеотидов, причём точность прочтения начинает заметно уменьшаться только после 700–800 нуклеотидов. Сам процесс секвенирования по Сенгеру предопределяет эффект падения качества (труднее отличить молекулу длиной 700 нуклеотидов от молекулы длиной 701 нуклеотид, чем 100 от 101 соответственно). При этом итоговая разрешающая способность обусловлена как параметрами электрофореза, так и типом используемого для разделения полимера [11]. Тем не менее, несмотря на разнообразие разработанных к настоящему времени методов секвенирования ДНК, метод Сенгера наиболее предпочтителен при быстрой (в течение нескольких часов) расшифровке фрагмента генома размером не более нескольких сотен нуклеотидов. Также это относительно недорогой (по сравнению с полногеномным секвенированием) и довольно точный метод для решения чётко поставленных задач.

Оценивание погрешности генетического анализатора Нанофор 05. Для определения процента ошибочных прочтений последовательности ДНК необходимо оценить погрешность генетического анализатора при секвенировании образца ДНК с известной последовательностью нуклеотидов, зарегистрированного в качестве ГСО (SRM – standard reference material). Для исследований выбран выделенный из культуры промиелоцитарных клеток линии HL-60 образец ДНК человека с острым промиелоцитарным лейкозом. Данный образец разработан Национальным институтом Стандартов и Технологий (NIST) США [12]. Этот SRM предназначен для обеспечения контроля качества при ПЦР и секвенировании митохондриальной ДНК (мтДНК) человека для судебной идентификации, медицинской диагностики или обнаружения мутаций. Он также может служить для контроля при амплификации (ПЦР) и секвенировании любой ДНК [13–15]. Стандартный образец ДНК SRM 2392-I (NIST, США) представляет собой 65 мм³ раствора выделенной из культуры клеток линии ДНК человека концентрацией 1,4 нг/мм³.

Нуклеотидный состав (А, G, C, T) каждой позиции митохондриального генома человека клеток линии HL-60, а также выявленные отличия по сравнению с Кембриджской эталонной последовательностью [15] указаны в сертификате анализа SRM 2392-I. В настоящей работе в качестве источника сопоставимости идентичности HL-60 для митохондриального генома и секвенирования любой ДНК использована Кембриджская эталонная последовательность ДНК, которая также применяется при оценке погрешности средства измерений – генетического анализатора Нанофор 05.

Испытания в целях утверждения типа ГСО на основе SRM 2392-I. Испытания проведены ВНИИМС совместно с НПФ «Синтол» и ВНИРО. На первом этапе выполняли амплификацию участка ДНК HL-60 SRM 2392-I. Для проведения ПЦР использовали праймеры из списка рекомендованных пар праймеров, указанных в сертификате анализа SRM 2392-I (NIST 02.02.2018). Требования к амплифицируемому фрагменту: участок мтДНК должен минимально отличаться по нуклеотидному составу относительно Кембриджской эталонной последовательности; длина ампликона должна быть достаточной для обеспечения последующей проверки погрешности секвенирования ДНК на приборе Нанофор 05. В соответствии с техническими характеристиками, указанными производителем генетического анализатора, длина расшифровываемых последовательностей ДНК составляет 750 нуклеотидов с точностью не менее 98,5 %. Так как практически все рекомендованные пары праймеров предназначены для получения продукта амплификации длиной не более 1000 пар нуклеотидов (далее – п.н.), авторы настоящей статьи подобрали комбинацию прямого и обратного праймеров из разных пар с целью получить продукт амплификации длиной 1000–2000 п.н. В качестве прямого праймера использовали F5999 (5' TCTAA GCCTC CTTAT TCGAG C 3'), в качестве обратного – праймер R7792 (5' GGGCA GGATA GTTCA GACGG 3'). ПЦР осуществляли по следующей схеме:

предварительная денатурация ДНК 2 мин при 95 °С;
синтез ПЦР-продуктов (30 циклов) – денатурация ДНК 10 с при 95 °С;
отжиг праймеров 30 с при 55 °С;
синтез цепи ДНК 60 с при 72 °С;
окончательная достройка цепей 10 мин при 72 °С.

Полученный продукт амплификации участка митохондриальной ДНК человека от 5999 до 7792 нуклеотида имел длину 1794 п.н.

На втором этапе определяли последовательность полученного ПЦР-продукта классическим методом Сенгера. Для проведения реакции секвенирования использовали праймер R7792 и набор реагентов для секвенирования ДНК «BigDye™ v3.1 Terminator Cycle Sequencing Kit» (ThermoFisher Scientific, США). В микропробирку вместимостью 0,2 см³ вносили 1 мм³ праймера R7792 молярной концентрацией 4 мкмоль/дм³, добавляли 2 мм³ реагента для секвенирования, 1 мм³ 5-кратного буфера из набора для секвенирования, 1 мм³ ПЦР продукта концентрацией 20 нг/мм³, также добавляли 5 мм³ деионизованной воды для молекулярной биологии и перемешивали. Микропробирки помещали

в амплификатор с термостатируемой крышкой T100 (Bio-Rad, США) и запускали программу секвенирования по следующей схеме:

предварительная денатурация ДНК 2 мин при 95 °С;

секвенирование ДНК (40 циклов):

денатурация ДНК 10 с при 95 °С;

отжиг праймера 10 с при 52 °С;

синтез с обрывом цепи ДНК 4 мин при 60 °С;

охлаждение постоянно при 10 °С.

Для получения достаточного количества образцов проводили 48 таких реакций. Продукты реакции секвенирования объединяли в одну пробирку объёмом 1,5 см³ для усреднения образца и очищали с использованием микроколонок Centri-Sep (Princeton Separations, США) в соответствии с инструкцией, после чего очищенный образец также объединяли. От очищенного водного раствора образца отбирали 0,4 мм³ и смешивали с 9,6 мм³ деионизованного формамида Hi-Di (ThermoFisher Scientific, США). Денатурацию образцов проводили в течение 1 мин при 95 °С. Таким образом было подготовлено 48 повторов одного образца для анализа в 96-ти луночной планшете генетического анализатора Нанофор 05. Планшет загружали в генетический анализатор и выполняли анализ в соответствии со стандартным протоколом из руководства пользователя прибора: условия электрокинетического нанесения образца – 3 кВ, 30 с; напряжение электрофореза 10,5 кВ («Нанофор 05» Руководство пользователя. Приложение 5, С. 147: [Интернет-ресурс]. URL: http://www.syntol.ru/docs/Руководство_Нанофор_05_14102019.pdf). Длина капилляров, установленных в приборах, составляла 60 см (50 см до окна детектора). В качестве разделяющего полимера использовали ПДМА-6 (НПФ «Синтол», Россия). Для оценки повторяемости результатов 48 повторов одного и того же образца анализировали дважды в течение одних суток на генетическом анализаторе Нанофор 05 (серийный номер 031301, год производства 2013), в лаборатории НПФ «Синтол». Для оценки воспроизводимости сравнивали результаты, полученные для 48 повторов того же образца на генетическом анализаторе в НПФ «Синтол» с результатами, полученными на генетическом анализаторе Нанофор 05 (серийный номер 061901, год производства 2019) в лаборатории Института аналитического приборостроения РАН. Экспериментальные данные обрабатывали с помощью программного обеспечения «ДНК АЛ версия 5.0.4.3» (Институт аналитического приборостроения РАН).

Компьютерный анализ полученной и референсной последовательностей. Сравнение полученных в результате анализа последовательностей и фрагмента референсной последовательности стандартного образца SRM 2392-I

Score	Expect	Identities	Gaps	Strand
1380 bits(747)	0.0	749/750(99%)	0/750(0%)	Plus/Plus
Query 5	GTTAGTTTTGTTGTGAGTGTAGGAAAAGGGCATACAGGACTAGGAAGCAGATAAGGAAA	64		
Sbjct 1	GTTAGTTTTGTTGTGAGTGTAGGAAAAGGGCATACAGGACTAGGAAGCAGATAAGGAAA	60		
Query 65	ATGATTATGAGGGCGTGATCATGAAAGGTGATAAGCTCTTCTATGATAGGGGAAGTAGCG	124		
Sbjct 61	ATGATTATGAGGGCGTGATCATGAAAGGTGATAAGCTCTTCTATGATAGGGGAAGTAGCG	120		
Query 125	TCTTGAGACCTACTTGCCTGTCATGTGCCATTAAGATATAGGATTTAGCCTATAATT	184		
Sbjct 121	TCTTGAGACCTACTTGCCTGTCATGTGCCATTAAGATATAGGATTTAGCCTATAATT	180		
Query 185	TAACCTTGACGAAGTTATGAAATGGTTTTCTAATACCTTTTGAAGAAAGTCATGGAGGC	244		
Sbjct 181	TAACCTTGACGAAGTTATGAAATGGTTTTCTAATACCTTTTGAAGAAAGTCATGGAGGC	240		
Query 245	CATGGGGTTGGCTTGAACACAGCTTTGGGGGGTTCGATTCTCTCTTTTGTCTAGATT	304		
Sbjct 241	CATGGGGTTGGCTTGAACACAGCTTTGGGGGGTTCGATTCTCTCTTTTGTCTAGATT	300		
Query 305	TTATGTATACGGGCTCTTCGAATGTGTGGTAGGGTGGGGGGCATCCATATAGTCACTCCA	364		
Sbjct 301	TTATGTATACGGGCTCTTCGAATGTGTGGTAGGGTGGGGGGCATCCATATAGTCACTCCA	360		
Query 365	GGTTTATGGAGGGTCTTCTACTATTAGGACCTTTCGCTTCGAAGCGAAGGCTTCTCAAA	424		
Sbjct 361	GGTTTATGGAGGGTCTTCTACTATTAGGACCTTTCGCTTCGAAGCGAAGGCTTCTCAAA	420		
Query 425	TCATGAAAATTATTAATATTACTGCTGTAGAGAAATGAATGAGCCTACAGATGATAGGA	484		
Sbjct 421	TCATGAAAATTATTAATATTACTGCTGTAGAGAAATGAATGAGCCTACAGATGATAGGA	480		
Query 485	TGTTTCATGTGGTGTATGCATCGGGTAGTCCGAGTAACGTGGGGCATTCCGGATAGGC	544		
Sbjct 481	TGTTTCATGTGGTGTATGCATCGGGTAGTCCGAGTAACGTGGGGCATTCCGGATAGGC	540		
Query 545	CGAGAAAGTGTGTGGGAAGAAAGTTAGATTACGCCGATGAATATGATAGTGAATGGA	604		
Sbjct 541	CGAGAAAGTGTGTGGGAAGAAAGTTAGATTACGCCGATGAATATGATAGTGAATGGA	600		
Query 605	TTTTGGCGTAGGTTTGGTCTAGGGGTAGCCTGAGAAATAGGGGAAATCAGTGAATGAAGC	664		
Sbjct 601	TTTTGGCGTAGGTTTGGTCTAGGGGTAGCCTGAGAAATAGGGGAAATCAGTGAATGAAGC	660		
Query 665	CTCCTATGATGGCAAAATACAGCTCCTATTGATAGGACATAGTGGAAAGTAGCTACAACGT	724		
Sbjct 661	CTCCTATGATGGCAAAATACAGCTCCTATTGATAGGACATAGTGGAAAGTAGCTACAACGT	720		
Query 725	AATACGTGTCGTGTAGTACGATGTCTAGTG 754			
Sbjct 721	AGTACGTGTCGTGTAGTACGATGTCTAGTG 750			

Рис. 3. Пример выравнивания референсной последовательности SRM 2392-I фрагмента мтДНК человека в диапазоне 6987–7737 п.н. (Query) и расшифрованной на генетическом анализаторе Нанофор 05 последовательности (Sbjct); ошибка прочтения – один из 750 нуклеотидов (показан стрелкой)

Fig. 3. An example of alignment of the reference sequence SRM 2392-I fragment of human mtDNA in the range 6987–7737 bp (Query) and the sequence (Sbjct) decoded on the Nanophor 05 genetic analyzer; read error – one in 750 nucleotides (arrowed)

длиной 750 нуклеотидов, выполняли в программе BLAST (Basic Local Alignment Search Tool: [Электронный ресурс]. U.S. National Library of Medicine: [сайт]. URL: <https://blast.ncbi.nlm.nih.gov/>). В основе программы BLAST лежит семейство компьютерных алгоритмов, которые признаны международным экспертным и научным сообществом, используются для поиска гомологичных участков ДНК (и белков), хранящихся в базах данных биологических последовательностей, путём выравнивания нуклеотидных (аминокислотных) последовательностей и вычисления статистической значимости найденного сходства последовательностей. Результат сравнения приведён на рис. 3.

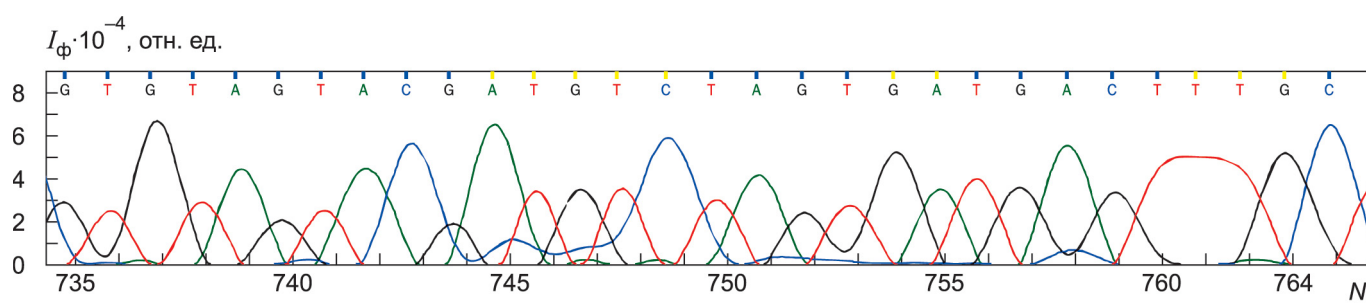


Рис. 4. Электрофореграмма разделения продуктов реакции секвенирования фрагмента ПЦР и выравнивание проанализированной последовательности на референсную последовательность SRM 2392-I фрагмента мтДНК человека длиной 750 нуклеотидов (диапазон 6987–7737 п.н.)

Fig. 4. Electrophoregram of the separation of the sequencing products of the PCR fragment and the alignment of the analyzed sequence to the reference sequence SRM 2392-I of the human mtDNA fragment 750 nucleotides in length (range 6987–7737 bp)

Статистические характеристики, рассчитанные по результатам испытаний ГСО

Характеристика	Прибор 031301		Прибор 061901
	Анализ 1	Анализ 2	
E_{48}	4	4	2
δ , %	0,53	0,53	0,27

Полученные результаты анализа сравнивали с той же референсной последовательностью с помощью Программы анализа и редактирования результатов секвенирования (ПАР²СЕК, Институт аналитического приборостроения РАН). Результат анализа в программе ПАР²СЕК приведен на рис. 4.

Статистические характеристики, рассчитанные по результатам испытаний образца, представляющего собой продукты реакции секвенирования фрагмента мтДНК человека SRM 2392-I длиной 750 нуклеотидов в 48 повторах для каждой постановки, приведены в таблице. Здесь E_{48} – среднее по 48 повторам количество ошибок секвенирования фрагмента ДНК SRM 2392-I длиной 750 нуклеотидов; δ – относительная погрешность секвенирования, вычисляемая по формуле

$$\delta = (N - n) / N \cdot 100,$$

где N – общее число выровненных позиций двух (референсной и экспериментально расшифрованной) нуклеотидных последовательностей (в данном случае $N = 750$ нуклеотидов); n – число несовпадающих оснований в выровненных позициях экспериментально расшифрованной нуклеотидной последовательности относительно референсной.

Закключение. Испытания генетического анализатора Нанофор 05 в целях утверждения типа, проведенные во ВНИИМС, показали соответствие заявленных производителем характеристик – длины и погрешности расшифровки последовательности ДНК – фактическим характеристикам. Подтверждены повторяемость и воспроизводимость измерений. ГСО на основе SRM 2392-I – ГСО фрагмента митохондриальной ДНК человека культуры клеток линии HL-60 (участок 5999–7792) – внесён в Федеральный информационный

фонд (№ 11607-2020). Данный ГСО можно использовать в испытательных лабораториях для метрологического обеспечения генетических анализаторов, принцип работы которых основан на разделении фрагментов ДНК при помощи капиллярного электрофореза с индуцированной лазером детекцией флуоресценции.

Работа выполнена по Государственному заданию Министерства науки и высшего образования РФ № 075-00780-19-00 по теме № 0074-2019-0017.

Список литературы

1. Альбертс Б., Брей Д., Льюис Дж., Рэфф М., Робертс К., Уотсон Дж. Молекулярная биология клетки: в 3-х т.: Пер. с англ. канд. биол. наук Т. Н. Власик, канд. биол. наук В. П. Коржа, канд. биол. наук В. М. Маресина, Т. Д. Аржановой, Г. В. Крюковой / Под ред. акад. Г. П. Георгиева, докт. биол. наук Ю. С. Ченцова. М.: Мир, 1994. Т. 1. 517 с.
2. Sanger F., Nicklen S. and Coulson A. R., *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 1977, vol. 74, no. 12, pp. 5463–5467. <https://doi.org/10.1073/pnas.74.12.5463>
3. Bentley David R., Balasubramanian S., Swerdlow H. P. et al., *Nature*, 2008, vol. 456, no. 6, pp. 53–59. <https://doi.org/10.1038/nature07517>
4. Rusk N., *Nature Methods*, 2011, vol. 8, no. 1, p. 44. <https://doi.org/10.1038/nmeth.f.331>
5. Larkin J., Henley R., Jadhav V. et al., *Nature Nanotechnology*, 2017, vol. 12, pp. 1169–1175. <https://doi.org/10.1038/nnano.2017.176>
6. Голубев С. С., Кононогов С. А., Равин Н. В., Скрябин К. Г. Выбор эталона для определения нуклеотидных последовательностей молекул ДНК // Измерительная техника. 2011. № 12. С. 45–47.
7. Голубев С. С., Кононогов С. А., Кудяров Ю. А., Марданов А. В., Николаева П. Ю., Равин Н. В., Скрябин К. Г. Метрологическое обеспечение секвенирования молекул ДНК // Измерительная техника. 2012. № 3. С. 64–72.
8. Голубев С. С., Кудяров Ю. А., Николаева П. Ю., Марданов А. В., Равин Н. В. Стандартный образец нуклеотидной

последовательности ДНК // Законодательная и прикладная метрология. 2013. Т. 124. № 3. С. 44–48.

9. Алексеев Я. И., Белов Ю. В., Малюченко О. П., Монахова Ю. А., Натыров А. Н., Орехов В. А., Коновалов С. В., Курочкин В. Е., Петров А. И. Генетический анализатор для фрагментного анализа ДНК // Научное приборостроение. 2012. Т. 22. № 4. С. 86–92.

10. Heller C., *Electrophoresis*, 2000, vol. 21, no. 3, pp. 593–602.

11. Бочарова Д. В., Алексеев Я. И., Курочкин В. Е. Изучение влияния напряжения электрического поля на эффективность разделения одноцепочечных фрагментов ДНК при капиллярном гель-электрофорезе в полимерах на основе линейного поли-N,N-диметилакриламида // Журнал аналитической химии. 2020. Т. 75. № 12. С. 1148–1152. <https://doi.org/10.31857/S0044450220100035>

12. Barbara C. Levin, Koren A. Holland, Diane K. Hancock, Michael Coble, Thomas J. Parsons, Laura J. Kienker, Diana W. Williams, MaryPat Jones, Kristy L. Richie., *Mitochondrion*, 2003. vol. 2, iss. 6, pp. 387–400. [https://doi.org/10.1016/S1567-7249\(03\)00010-2](https://doi.org/10.1016/S1567-7249(03)00010-2)

13. Levin B. C., Cheng H., Reeder D. J., *Genomics*, 1999, vol. 55, pp. 135–146. <https://doi.org/10.1006/geno.1998.5513>

14. Anderson S., Bankier A. T., Barrell B. G., deBruijn M. H. L., Coulson A. R., Drouin J., Eperon I. C., Nierlich D. P., Roe B. A., Sanger F., Schreier P. H., Smith A. J. H., Staden R., Young I. G., *Nature*, 1981, vol. 290, pp. 457–465. <https://doi.org/10.1038/290457a0>

15. Andrews R., Kubacka I., Chinnery P. et al., *Nature Genetics*, 1999, vol. 23, p. 147. <https://doi.org/10.1038/13779>

References

1. Alberts B., Bray D., Lewis J., Raff M., Roberts K., Watson J. D., *Molecular Biology of the Cell*, 2 ed., New York, London, Garland Publishing, Inc., 1994.

2. Sanger F., Nicklen S. and Coulson A. R., *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 1977, vol. 74, no. 12, pp. 5463–5467. <https://doi.org/10.1073/pnas.74.12.5463>

3. Bentley David R., Balasubramanian S., Swerdlowe H. P. et al., *Nature*, 2008, vol. 456, no. 6, pp. 53–59. <https://doi.org/10.1038/nature07517>

4. Rusk N., *Nature Methods*, 2011, vol. 8, no. 1, p. 44. <https://doi.org/10.1038/nmeth.f.331>

5. Larkin J., Henley R., Jadhav V. et al., *Nature Nanotechnology*, 2017, vol. 12, pp. 1169–1175. <https://doi.org/10.1038/nnano.2017.176>

6. Golubev S. S., Kononogov S. A., Ravin N. V., Skryabin K. G., *Measurement Techniques*, 2012, vol. 54, no. 12, pp. 1408–1411. <https://doi.org/10.1007/s11018-012-9903-4>

7. Golubev S. S., Kononogov S. A., Kudayarov Yu. A., Mardanov A. V., Nikolaeva P. Yu., Ravin N. V., Skryabin K. G., *Measurement Techniques*, 2012, vol. 55, no. 3, pp. 345–350. <https://doi.org/10.1007/s11018-012-9962-6>

8. Golubev S. S., Kudayarov Yu. A., Nikolaeva P. Yu., Mardanov A. V., Nikolaeva P. Yu., Ravin N. V., *Zakonodatel'naya i prikladnaya metrologiya*, 2013, vol. 124, no. 3, pp. 44–48 (in Russian).

9. Alekseev Ya. I., Belov Yu. V., Malyuchenko O. P., Monakhova Yu. A., Natyrov A. N., Orekhov V. A., Kononov S. V., Kurochkin V. E., Petrov A. I., *Nauchnoe priborostroenie*, 2012, vol. 22, no. 4, pp. 86–92 (in Russian).

10. Heller C., *Electrophoresis*, 2000, vol. 21, no. 3, pp. 593–602.

11. Bocharova D. V., Alekseev Ya. I., Kurochkin V. E., *Journal of Analytical Chemistry*, 2020, vol. 75, no. 12, pp. 1633–1637. <https://doi.org/10.31857/S0044450220100035>

12. Barbara C. Levin, Koren A. Holland, Diane K. Hancock, Michael Coble, Thomas J. Parsons, Laura J. Kienker, Diana W. Williams, MaryPat Jones, Kristy L. Richie., *Mitochondrion*, 2003. vol. 2, iss. 6, pp. 387–400. [https://doi.org/10.1016/S1567-7249\(03\)00010-2](https://doi.org/10.1016/S1567-7249(03)00010-2)

13. Levin B. C., Cheng H., Reeder D. J., *Genomics*, 1999, vol. 55, pp. 135–146. <https://doi.org/10.1006/geno.1998.5513>

14. Anderson S., Bankier A. T., Barrell B. G., deBruijn M. H. L., Coulson A. R., Drouin J., Eperon I. C., Nierlich D. P., Roe B. A., Sanger F., Schreier P. H., Smith A. J. H., Staden R., Young I. G., *Nature*, 1981, vol. 290, pp. 457–465. <https://doi.org/10.1038/290457a0>

15. Andrews R., Kubacka I., Chinnery P. et al., *Nature Genetics*, 1999, vol. 23, p. 147. <https://doi.org/10.1038/13779>

Статья поступила в редакцию 12.10.2020;
принята к публикации 13.11.2020.

Результаты пилотных сличений национальных эталонов показателя активности ионов водорода в водных растворах

**С. В. Прокунин¹, А. Н. Щипунов², Д. А. Веньгина³✉, Ф. Бастковский⁴, Э. Юсал⁵, С. Мкртчян⁶,
Б. К. Жанасбаева⁷, А. Бескупский⁸, О. Б. Табулло⁹, Е. А. Золоторевич¹⁰, А. В. Петренко¹¹**

^{1, 2, 3} Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений (ВНИИФТРИ), г. п. Менделеево, Московская обл., Россия

¹prokunin @vniiftri.ru, <http://orcid.org/0000-0001-6858-2842>

²schipunov@vniiftri.ru

³venginad@vniiftri.ru✉, <http://orcid.org/0000-0003-1304-8698>

⁴ Физико-техническое федеральное агентство (ПТБ), Брауншвейг, Германия, frank.bastkowski@ptb.de

⁵ Национальный институт метрологии, Гебзе, Коджаэли, Турция, emrah.uysal@tubitak.gov.tr

⁶ Институт метрологии в составе Национального агентства Грузии по стандартам и метрологии (GeoSTM), Тбилиси, Грузия, sammkrtyan@gmail.com

⁷ Казахстанский институт метрологии (КазИнМетр), Астана, Республика Казахстан, bibinur15@mail.ru

⁸ Национальный институт метрологии (INM), Кишинев, Республика Молдова, fizico_chimice@metrologie.md

⁹ Центр по стандартизации и метрологии при министерстве экономики Кыргызской Республики (КЫРГЫЗСТАНДАРТ), Бишкек, Кыргызская Республика, fizhim.bcis@gmail.com

¹⁰ Белорусский государственный институт метрологии (БелГИМ), Минск, Республика Беларусь, optic@belgim.by

¹¹ Всеукраинский государственный научно-производственный центр стандартизации, метрологии, сертификации и защиты прав потребителей (УМТС), Украина, solution@ukrcsm.kiev.ua

Аннотация. Огромные потребности в обеспечении измерения водородного показателя в различных отраслях промышленности и народного хозяйства России делают измерение водородного показателя одним из самых важных методов контроля водных сред. В 2013 г. были проведены работы по внесению в Государственный реестр средств измерений Российской Федерации буферного раствора и стандарт-титра со значением pH=7,00 – рабочего эталона pH 2-го разряда, который является одним из самых востребованных из нестандартных растворов при поверке и калибровке средств измерений pH. Метрологические характеристики рабочего эталона pH 2-го разряда подтверждены пилотными сличениями в рамках КООМЕТ (проект КООМЕТ 655/RU/15). Представлены результаты пилотного сличения по определению водородного показателя фосфатного буферного раствора pH=7,00. В сличениях приняли участие 8 метрологических институтов и 10 метрологических организаций. Полученные результаты показали, что подавляющая часть участников сличений представила результаты измерений pH с неопределённостью, не превышающей $\pm 0,03$ среднего значения, что является приемлемым критерием при измерениях водородного показателя.

Ключевые слова: показатель активности водородных ионов, первичный эталон, сличения, буферный раствор, метрология, стандарты, потенциометрия

Для цитирования: Прокунин С. В., Щипунов А. Н., Веньгина Д. А. и др. Результаты пилотных сличений национальных эталонов показателя активности ионов водорода в водных растворах // Измерительная техника. 2021. № . С. 66–72. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-1-66-72>

Results of pilot comparisons of national standards for the activity of hydrogen ions in aqueous solutions

**Sergey V. Prokunin¹, Andrey N. Shchipunov², Daria A. Vengina³✉, Frank Bastkowski⁴,
Emrah Uysal⁵, Samvel Mkrtychyan⁶, Bibinur K. Zhanasbaeva⁷, Anatoly Besкупский⁸, Olga B. Tabullo⁹,
Elena A. Zolotorevich¹⁰, Anton V. Petrenko¹¹**

^{1, 2, 3} Russian Metrological Institute of Technical Physics and Radio Engineering (VNIIFTRI), Mendeleevo, Moscow Region, Russia

¹prokunin @vniiftri.ru, <http://orcid.org/0000-0001-6858-2842>

²schipunov@vniiftri.ru

³venginad@vniiftri.ru✉, <http://orcid.org/0000-0003-1304-8698>

© Прокунин С. В., Щипунов А. Н., Веньгина Д. А., Бастковский Ф., Юсал Э., Мкртчян С., Жанасбаева Б. К., Бескупский А., Табулло О. Б., Золоторевич Е. А., Петренко А. В., 2021

- ⁴ Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Braunschweig, Germany, frank.bastkowski@ptb.de
⁵ TÜBİTAK UME National Metrology Institute (TÜBİTAK UME), Gebze, Kocaeli, Turkey, emrah.uysal@tubitak.gov.tr
⁶ Institute of Metrology within Georgian National Agency for Standards and Metrology (GeoSTM), Tbilisi, Georgia, sammkrtyan@gmail.com
⁷ Kazakhstan Institute of Metrology (KazInMetr), Astana, Republic of Kazakhstan, bibinur15@mail.ru
⁸ National Institute of Metrology (INM), Chisinau, Republic of Moldova, fizico_chimice@metrologie.md
⁹ Center for Standardization and Metrology under the Ministry of Economy of the Kyrgyz Republic (KYRGYZSTANDART), Bishkek, Kyrgyz Republic, fizhim.bcis@gmail.com
¹⁰ Belarusian state Institute of Metrology, Minsk, Republic of Belarus, optic@belgim.by
¹¹ All-Ukrainian State Scientific-Production Center of Standardization, Metrology, Certification and Protection of Consumer Rights, Ukraine, solution@ukrcsm.kiev.ua

Abstract. The enormous needs in ensuring the measurement of the hydrogen index in various industries and the national economy of Russia make the measurement of the hydrogen index one of the most important methods for monitoring aqueous media. In 2013, work was carried out to enter into the State Register of Measuring Instruments of the Russian Federation a buffer solution and a standard titer with a pH value of 7.00 – a working pH standard of the 2nd category, which is one of the most demanded of non-standard solutions for verification and calibration pH measuring instruments. To confirm the metrological characteristics, pilot comparisons were organized within COOMET. This article presents the results of a pilot comparison to determine the pH of a phosphate buffer solution – a working standard of pH=7.00. 8 metrological institutes and 10 metrological organizations took part in the comparisons. The results obtained showed that the overwhelming majority of the participants in the comparisons presented the results of pH measurements, which have an uncertainty not exceeding ± 0.03 of the average value, which is an acceptable criterion for measuring the pH.

Keywords: pH standart, primary standard, comparison, buffer solution, metrology, standards, potentiometry

Введение. Физико-химические измерения, а именно измерения водородного показателя, широко используются для оценки качества неорганических и органических материалов, пищевой продукции, нефтепродуктов и лекарственных средств. В настоящее время на территории Российской Федерации функционирует более 25 тыс. аналитических, испытательных и научных лабораторий, использующих широкий спектр средств измерений для электрохимического анализа. Во ВНИИФТРИ успешно эксплуатируется Государственный первичный эталон показателя pH активности ионов водорода в водных растворах ГЭТ 54-2019, который входит в пятерку лучших первичных эталонов pH.

Настоящие сличения проведены для подтверждения эквивалентности государственных первичных и вторичных эталонов pH и оценки влияния способа определения pH на неопределённость измерений. Проект пилотного сличения зарегистрирован в КОOMET 19 января 2015 г., представлен на заседании рабочей группы по электрохимическому анализу (EAWG) при Консультационном комитете по количеству вещества (CCQM) 16 апреля 2016 г. в Париже и согласован Секретариатом КОOMET 25 октября 2016 г. Подобное сличение проводилось ранее в 2008 г. (проект КОOMET 421/RU/08) [1].

В сличениях принимали участие восемь национальных зарубежных метрологических институтов: PTB (Германия), TÜBİTAK (Турция), GeoSTM (Грузия), БелГИМ (Беларусь), УМТС (Украина), INM (Молдова), КазИнМетр (Казахстан), КЫРГЫЗСТАНДАРТ (Кыргызстан), ВНИИФТРИ (Россия), а также два ведущих российских метрологических института и семь Центров стандартизации и метрологии России.

Лаборатория-координатор – научно-исследовательское отделение физико-химических и электрических измерений ВНИИФТРИ.

Методика приготовления проб для сличений. В лаборатории-координаторе был приготовлен и охарактеризован буферный раствор с pH около 7,0, для отправки участникам. Массовая доля воды w в буферном растворе составила 0,99288.

После приготовления раствор расфасовывали в чистые пластиковые флаконы с плотно закручивающимися крышками объёмом 0,5 л. Флаконы нумеровали, взвешивали по три раза и запаивали в фольгированные пакеты с замком.

Результаты проверки гомогенности и стабильности приготовленной пробы. Для проверки гомогенности приготовленного образца случайным образом отбирали три флакона (№№ 06, 22, 52). Для каждого отобранного флакона определяли значение функции кислотности с применением Государственного первичного эталона показателя pH активности ионов водорода в водных растворах ГЭТ 54-2011 [2, 3]. Для флаконов №№ 06, 22, 52 значение функции кислотности составило $7,1137 \pm 0,0002$, таким образом существенные расхождения в результатах измерений отсутствовали.

После получения образцов участники выдерживали пробы в течение не менее трёх дней в лаборатории, где проводилось взвешивание без извлечения образцов из фольгированных пакетов. По результатам взвешиваний расхождение между массой флакона Δ_i перед отправкой и после получения, как правило, не превышало 0,2 г, что свидетельствовало о герметичности флаконов, отправленных участникам сличений. При анализе результатов взвешивания, полученных от участников сличений, было зафиксировано два выбивающихся значения (1,73 и 1,71 г) от участника А. Большое расхождение массы проб, вероятно, связано с ошибкой взвешивания, учитывая, что расхождение масс идёт со знаком «плюс».

Стабильность приготовленных образцов контролировали первичным методом измерения pH с использованием ячеек Харнеда [4, 5]. Измерения проводили не реже одного раза в две недели с августа 2016 г. по январь 2017 г. Для проверки стабильности буферного раствора случайным образом выбирали флаконы №№ 6, 9, 14, 20, 1. Значение функции кислотности pa^0 составило $7,1136 \pm 0,0002$, существенные расхождения в результатах измерений отсутствуют, что говорит о стабильности приготовленного буферного раствора.

За весь период измерений существенных расхождений относительно исходного значения функции кислотности (измеренного сразу после приготовления проб) обнаружено не было (более $\pm 0,003$ pH).

Способы и условия измерения pH. Измерения проводили только при температуре 25 °С. Выбор метода измерений, калибровочных стандартов, подготовка реактивов и оборудования были полностью оставлены на усмотрение участников. В ходе сличений участники использовали: первичный метод измерений (с использованием ячеек Харнеда); вторичный метод (дифференциальная потенциометрическая ячейка); рабочий метод (измерительный преобразователь с комбинированным стеклянным электродом или с электродной системой, состоящей из электрода сравнения и стеклянного электрода). Подробное описание использованных методов соответствует описаниям в рекомендациях IUPAC от 2002 г. [6].

Результаты и расчёт неопределённости при определении pH. Результаты измерений первичным методом приведены в табл. 1, где U – расширенные неопределённости с коэффициентом охвата $k=2$.

Проверка результатов на согласованность не выявила существенных отклонений или необходимости учёта дополнительных факторов. В качестве оценки опорного значения (RV – reference value) для функции кислотности выбрали средневзвешенное значение, рассчитанное по формуле

$$pa_w^0 = \frac{\sum pa_i^0}{\sum [u^2(pa_i^0)]^{-1}},$$

где pa_w^0 – средневзвешенное значение (оценка опорного значения ключевого сличения); pa_i^0 – функции кислотности,

измеренные участниками сличений; $u(pa_i^0)$ – стандартные суммарные неопределённости функций кислотности, измеренных участниками.

Неопределённость оценки RV рассчитывали как

$$[u^2(pa_i^0)]^{-1} = \sum [u^2(pa_i^0)]^{-1}.$$

Значение $RV(pa^0)$ составило $7,1134 \pm 0,0015$ ($k=2$).

Результаты измерений первичным методом хорошо согласуются между собой, в том числе и по заявленным неопределённостям измерений. Это объясняется чёткой моделью экспериментов и высокой квалификацией специалистов. При расчёте неопределённости измерений первичным методом некоторые участники учитывали следующие факторы:

- стандартный потенциал хлорсеребряного электрода (ВНИИФТРИ, РТВ, TÜBITAK, GeoSTM, КазИнМетр);
- электродвижущую силу (ЭДС) ячеек (ВНИИФТРИ, РТВ, TÜBITAK, GeoSTM, КазИнМетр);
- парциальное давление водорода (ВНИИФТРИ, РТВ, TÜBITAK, GeoSTM, КазИнМетр);
- моляльность хлорида (ВНИИФТРИ, РТВ, TÜBITAK, GeoSTM, КазИнМетр);
- температуру (ВНИИФТРИ, РТВ, TÜBITAK, GeoSTM, КазИнМетр);
- линейную регрессию (ВНИИФТРИ, РТВ, GeoSTM);
- постоянную Фарадея (ВНИИФТРИ, РТВ);
- универсальную газовую постоянную (ВНИИФТРИ).

Некоторые участники не учитывали при расчёте неопределённости постоянные величины и неопределённость линейной регрессии. При тщательном планировании и проведении эксперимента коэффициент корреляции линейной регрессии более или равен 0,98, что сводит общий вклад в неопределённость от данного фактора к значению менее 5 % общей неопределённости. Вклады от неопределённостей постоянных составляют менее 0,1 % каждый и поэтому могут не учитываться при расчётах.

Основным вкладом в неопределённость (более 80 %) является неопределённость значения стандартного потенциала хлорсеребряного электрода. Вторым и третьим по значению являются вклады от неопределённостей добавок хлорид-ионов (порядка 3 %) и измеренной ЭДС (порядка 3 %).

Полученные участниками значения pH пробы и рассчитанные расширенные неопределённости с коэффициентом охвата $k=2$ при измерениях вторичным и рабочим методами приведены в табл. 2. Большинство участников приводили значения pH для каждого присланного флакона отдельно, в таком случае значение pH, измеренное каждым участником, рассчитывали как среднее арифметическое.

Из данных табл. 2 следует, что один из результатов измерений (участник Е) заметно отличается от остальных. Результат измерений, полученный участником Е, согласно критерию Диксона [7, 8] (Q-критерий) был определён

Таблица 1

Результаты измерений функции кислотности

Участник	Дата измерений	pa^0	$U(k=2)$
ВНИИФТРИ	20.12.2016	7,1137	0,0041
РТВ	14.12.2016	7,1134	0,0021
TUBITAK	11.11.2016	7,1142	0,0057
GeoSTM	01.12.2016– 27.12.2016	7,1150	0,0044
КазИнМетр	24.01.2017	7,1117	0,0040

Таблица 2

Результаты измерений pH

Участник	Дата	pH	$U(k=2)$
ВНИИФТРИ	01.08.2016–29.01.2017	6,995	0,020
БелГИМ	07.12.2016–08.12.2016	6,9943	0,0068
КЫРГЫЗСТАНДАРТ	03.11.2016–10.12.2016	7,002	0,013
INM	12.10.2016–24.11.2016	7,025	0,036
УМТС	28.12.2016	7,02	0,02
Участник А	20.12.2016	7,002	0,012
Участник Б	23.12.2016	7,000	0,046
Участник В	24.11.2016–28.11.2016	7,003	0,020
Участник Г	24.12.2016	7,000	0,016
Участник Д	26.12.2016	7,02	0,20
Участник Е	13.01.2017	6,930	0,035
Участник Ж	29.12.2016	6,994	0,011
Участник З	13.01.2017	7,000	0,030
Участник И	08.10.2016	6,996	0,008

как промах ($Q=0,674$ при $Q_{кр}=0,488$ для уровня достоверности 99 %) и не использовался при расчёте RV.

Дополнительно рассчитывали ценки RV для pH и расширенной неопределённости с $k=3$ ($6,997 \pm 0,006$). Результат участника Е не перекрывался с оценкой RV в пределах границ неопределённости даже в этом случае. На основании ММ-оценки (ММ-estimator) [9] с использованием языка R (x64, версия 3.3.2, пакет MASS, версия 7.3-45) была получена оценка RV для pH: $RV(pH)=6,997 \pm 0,004$ ($k=2$).

Степени эквивалентности D_i и соответствующие им неопределённости $u(D_i)$ для каждого участника рассчитывали по формулам

$$D_i = pa_i^0 - RV(pa^0);$$

$$u(D_i) = \sqrt{u^2(RV(pa^0)) + (1-2w_i)u^2(pa_i^0)};$$

$$w_i = \frac{u^{-2}(pa_i^0)}{\sum u^{-2}(pa_i^0)}.$$

Результаты расчётов показаны в табл. 3.

Вторичный метод измерений был использован только одним участником сличений (БелГИМ). Поскольку

Таблица 3

Степени эквивалентности участников сличения различными методами

Участник	D_i	$U(k=2)$
<i>Первичный метод</i>		
ВНИИФТРИ	0,0003	0,0038
РТВ	0,0000	0,0015
TUBITAK	0,0008	0,0055
GeoSTM	0,0016	0,0041
KazInMeter	–0,0017	0,0037
<i>Вторичный и рабочий методы</i>		
БелГИМ	–0,004	0,006
КЫРГЫЗСТАНДАРТ	0,004	0,011
УМТС	0,022	0,020
INM	0,027	0,0358
ВНИИФТРИ	–0,003	0,020
Участник Ж	–0,004	0,010
Участник Е	–0,068	0,035
Участник И	–0,002	0,007
Участник Б	0,002	0,046
Участник Г	0,002	0,016
Участник З	0,002	0,030
Участник А	0,004	0,011
Участник В	0,005	0,020
Участник Д	0,022	0,200

БелГИМ не предоставил значение pa^0 , его результат не использовался для расчёта $RV(pa^0)$. Несмотря на значительную разность pH растворов (6,857 для раствора сравнения и порядка 7,0 для измеряемого), полученный результат хорошо согласуется с результатами измерений рабочим методом. При измерениях вторичным методом для расчёта неопределённости учитывали следующие факторы: значение pH опорного буферного раствора (неопределённость по типу В); ЭДС-ячейки (неопределённость по типу А); неисключённая систематическая погрешность (неопределённость по типу В).

Вклады каждого фактора в неопределённость практически одинаковы. Результаты измерений pH рабочим методом хорошо согласуются между собой, однако заявленные неопределённости результатов расходятся значительно в диапазоне 0,011–0,200. Это объясняется значительными различиями в использованных подходах к расчёту неопределённостей.

В отчёте участника Д результат измерений расширенной неопределённости был приписан на основе документа ПНД Ф 14.1:2:3:4.121-97 «Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений pH в водах потенциометрическим методом (с Дополнениями и Изменениями)».

Часть участников использовали методику расчёта неопределённости, предложенную в проекте КООМЕТ 421/RU/08 [1]. Данная методика учитывает только два фактора (неопределённость воспроизведения pH буферными растворами и неопределённость ЭДС измерений), поэтому результаты расчётов неопределённости получились сравнительно низкими (около 0,015).

Наибольшее количество факторов было учтено в подходе ВНИИФТРИ. В качестве измерительной модели использовали градуировку по двум точкам (6,857; 7,406). Для каждой из градуировочных точек и измеряемого раствора проводили по пять измерений ЭДС. После каждого измерения электроды промывали дистиллированной водой, остатки воды удаляли фильтровальной бумагой. Электроды ополаскивали небольшим количеством соответствующего раствора и погружали в термостатируемый стакан с буферным раствором. Для каждого измерения регистрировали установившееся значение ЭДС $E_{i,j}$ и температуры раствора $T_{i,j}$, где i – соответствующий буферный раствор, j – номер измерения.

Рассчитывали среднее значение E_i и неопределённость по типу А для ЭДС $u_A(E)$ и температуры $u_A(T)$:

$$E_i = \sum_{j=1}^n E_{i,j} / n;$$

$$u_A(E) = \max \left(\sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (E_{i,j} - E_i)^2}{n(n-1)}} \right);$$

$$u_A(T) = \max \left(\sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (T_{i,j} - T_i)^2}{n(n-1)}} \right).$$

Суммарную неопределённость $u_c(k')$ для коэффициента наклона k' рассчитывали как

$$u_c(k') = \sqrt{u_A^2(k') + u_B^2(k')};$$

$$u_A(k') = \sqrt{\frac{2u_A^2(E)}{(\text{pH}_1 - \text{pH}_2)^2} + \left(\frac{R \ln(10)}{F} \right)^2 u_A^2(T)};$$

$$u_B(k') = \sqrt{\frac{2k'(\Delta \text{pH})^2}{3(\text{pH}_1 - \text{pH}_2)^2} + \left(\frac{R \ln(10)}{F} \right)^2 \frac{(\Delta T)^2}{3}};$$

где ΔpH – погрешность воспроизведения pH буферными растворами; ΔT – погрешность измерения температуры.

Суммарную неопределённость $u_c(\text{pH}_x)$ для измеренного значения pH рассчитывали по формулам

$$u_c(\text{pH}_x) = \sqrt{u_A^2(\text{pH}_x) + u_B^2(\text{pH}_x)};$$

$$u_A(\text{pH}_x) = \frac{\sqrt{2}}{k'} u_A(E);$$

$$u_B(\text{pH}_x) = \sqrt{\frac{(\Delta \text{pH})^2}{3} + \left(\frac{E_1 - E_x}{k'} \right)^2 u_c^2(k') + \left(\frac{\Delta E_j}{k'} \right)^2},$$

где ΔE_j – диффузионный потенциал между буферными растворами, использованными при градуировке.

Для оценки диффузионного потенциала между буферными растворами были использованы данные [10]. Согласно этим данным при использовании буферных растворов с pH=6,857; 7,406 при температуре 25 °С диффузионный потенциал составляет приблизительно 0,1 мВ (или около 0,002 pH).

Вклад линейной регрессии при двухточечной градуировке отсутствует. Расширенная суммарная неопределённость ($k=2$), рассчитанная с использованием данного подхода, составила 0,020.

Использование многоточечной калибровки согласно [2] позволяет дополнительно снизить неопределённость измерений. Кроме того, предполагалось, что при многоточечной калибровке вклады от диффузионных потенциалов взаимно компенсируют друг друга. Расчёт неопределённости измеренного значения pH при многоточечной калибровке состоит в следующем: суммарную неопределённость $u_c(k')$ для коэффициента наклона k' для многоточечной калибровки рассчитывали по формулам

$$u_A(k') = \sqrt{\frac{n u_A^2(E)}{n \sum \text{pH}_i^2 - (\sum \text{pH}_i)^2} + \left(\frac{R \ln(10)}{F} \right)^2 u_A^2(T)}; \quad (1)$$

$$u_B(k') = \sqrt{\frac{n \sum E_i^2 - (\sum E_i)^2}{n \sum \text{pH}_i^2 - (\sum \text{pH}_i)^2} \frac{n(\Delta \text{pH})^2}{3} + \left(\frac{R \ln(10)}{F} \right)^2 \frac{(\Delta T)^2}{3}}. \quad (2)$$

Суммарную неопределённость $u_c(E_0)$ для смещения E_0 определяли как

$$u_c(E_0) = \sqrt{u_A^2(E_0) + u_B^2(E_0)};$$

$$u_A(E_0) = \sqrt{\left(1 + \frac{(\sum p\text{H}_i)^2}{n \sum p\text{H}_i^2 - (\sum p\text{H}_i)^2}\right) \frac{u_A^2(E)}{n}}; \quad (3)$$

$$u_B(E_0) = \sqrt{\left(k'^2 + \frac{n \sum E_i^2 - (\sum E_i)^2}{n \sum p\text{H}_i^2 - (\sum p\text{H}_i)^2} (\sum p\text{H}_i)^2\right) \frac{(\Delta p\text{H})^2}{3n}}. \quad (4)$$

В формулы (1), (2), (3), (4) входят только значения ЭДС, измеренные в градуировочных растворах.

Суммарную неопределённость $u_c(p\text{H}_x)$ для измеренного значения pH рассчитывали по формулам

$$u_A(p\text{H}_x) = \sqrt{\frac{u_A^2(E)}{k'^2} + \frac{1-R^2}{n-2} \sum (p\text{H}_i - p\text{H}_x)^2};$$

$$u_B(p\text{H}_x) = \sqrt{\frac{u_c^2(E_0)}{k'^2} + \left(\frac{E_0 - E_x}{k'}\right)^2 u_c^2(k')},$$

где R^2 – коэффициент детерминации (может быть получен, например, с помощью построения графика в Microsoft Office Excel и добавления линии тренда с отображением значения достоверности аппроксимации или использования встроенной функции КВПИРСОН).

Факторы, учтённые различными участниками при расчёте неопределённости при измерениях рабочим методом:

ЭДС электродной системы (неопределённость по типу А) или измеренное значение pH (неопределённость по типу А) (ВНИИФТРИ, участник А, INM, КЫРГЫЗСТАНДАРТАРТ, участник Б, участник В, участник Г, участник Е, участник Ж, УМТС, участник З);

неисключённая систематическая погрешность измерительного преобразователя (неопределённость по типу В) (участник А);

значения pH градуировочных буферных растворов (неопределённость по типу В) (ВНИИФТРИ, участник А, INM, КЫРГЫЗСТАНДАРТАРТ, участник Б, Государственный региональный центр стандартизации, метрологии и испытаний в Нижегородской области, участник Г, участник Е, участник Ж, УМТС, участник З);

температура (неопределённость по типу А) (ВНИИФТРИ, КЫРГЫЗСТАНДАРТАРТ);

температура (неопределённость по типу В) (ВНИИФТРИ, КЫРГЫЗСТАНДАРТАРТ, участники Б, В, Г, УМТС);

диффузионный потенциал (неопределённость по типу В) (ВНИИФТРИ, КЫРГЫЗСТАНДАРТАРТ);

линейная регрессия (неопределённость по типу В) (ВНИИФТРИ).

Заключение. Финальный отчёт по сличениям был рассмотрен и одобрен на заседании ТК 1.8 «Физико-химия» (г. Санкт-Петербург, май 2018 г.). По итогам встречи

ВНИИФТРИ было рекомендовано выйти с предложением в группе по электрохимическому анализу EAWG консультативного комитета по количеству вещества CCQM Международного бюро мер и весов BIPM об организации ключевых сличений по определению водородного показателя боратного буферного раствора. Таким образом, результаты проведённых сличений показали хорошую метрологическую стабильность буферного раствора pH=7,00, который впервые разработан и внесён в государственный реестр средств измерений в ВНИИФТРИ.

Список литературы

1. Карпов О. В., Кутовой В. Д., Звездина В. А., Лукашов И. А., Казакова М. В. Сличения рабочих эталонов pH национальных метрологических институтов KOOMET // Измерительная техника. 2010. № 1. С. 27–33.
2. Карпов О. В., Здориков Н. Н., Копанева А. И., Максимов И. И., Сейку Е. Е., Соболев В. В. Об утверждении государственного первичного эталона pH // Законодательная и прикладная метрология. 1998. № 5. С. 7.
3. Прокунин С. В. Государственный первичный эталон показателя pH активности ионов водорода в водных растворах ГЭТ 54-2011 // Российская метрологическая энциклопедия. Т. 1. СПб: Лики России, 2015. С. 383.
4. Brown R. J. C., Brewer P. J., Milton M. J. T., J. *Measurement*, 2013, vol. 46, no. 5, pp. 1726–1733. <https://doi.org/10.1016/j.measurement.2013.01.007>
5. Ferrara E., Prenesti E., Berto S., Role of the activity coefficient in the dissemination of pH: comparison of primary (harned cell) and secondary (glass electrode) measurements on phosphate buffer considering activity and concentration scales Fisi-caro P., *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 2005, vol. 383, no. 2, pp. 341–348.
6. Buck (Chairman) R. P., Rondinini S., Covington A. K., Baucke F. G. K., Brett C. M. A., Camoes M. F., Milton M. J. T., Mussini T., Naumann R., Pratt K. W., Spitzer P., Wilson G. S., *Pure Appl. Chem.*, 2002, vol. 74, no. 11. pp. 2169–2200. <https://doi.org/10.1351/pac200274112169>
7. Dixon W. J., *Annals of Mathematical Statistics*, 1950, vol. 21, no. 4, pp. 488–506. <https://doi.org/10.1214/aoms/1177729747>
8. Dean R. B., Dixon W. J., *Anal. Chem.*, 1951, vol. 23 (4), pp. 636–638. <http://dx.doi.org/10.1021/ac60052a025>
9. Estimating Functions and Equations: An Essay on Historical Developments with Applications to Econometrics. URL: https://www.uci.ac.cy/econ/documents/working_papers/4-2005.pdf (дата обращения: 21.01.2021).
10. Covington A. K., Rebelo M. J. F., *Analytica Chimica Acta*, 1987, vol. 200, pp. 245–260. [https://doi.org/10.1016/S0003-2670\(00\)83773-3](https://doi.org/10.1016/S0003-2670(00)83773-3)

References

1. Karpov O. V., Kutovoi V. D., Zvezdina V. A., Lukashov I. A., Kazakova M. V., *Measurement Techniques*, 2010, vol. 53, no. 1, pp. 40–50. <https://doi.org/10.1007/s11018-010-9456-3>

2. Karpov O. V., Zdorikov N. N., Kopaneva A. I., Maksimov I. I., Seiku E. E., Sobol' V. V., *Zakonodatel'naya i prikladnaya metrologiya*, 1985, no. 5, p. 7 (in Russian).
 3. Prokunin S. V., *Gosudarstvennyi pervichnyi ehtalon pokazatelya m aktivnosti ionov vodoroda v vodnykh rastvorakh GET 54-2011* [State primary standard for the pH indicator of the activity of hydrogen ions in aqueous solutions GET 54-2011], Rossiiskaya Metrologicheskaya Ehntsiklopediya [Russian Metrological Encyclopedia], St. Petersburg, Liki Rossii Publ., 2015, vol. 1, p. 383 (in Russian).
 4. Brown R. J. C., Brewer P. J., Milton M. J. T., *J. Measurement*, 2013, vol. 46, no. 5, pp. 1726–1733.
<https://doi.org/10.1016/j.measurement.2013.01.007>
 5. Ferrara E., Prenesti E., Berto S., Role of the activity coefficient in the dissemination of pH: comparison of primary (harned cell) and secondary (glass electrode) measurements on phosphate buffer considering activity and concentration scales Fisi-caro P., *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 2005, vol. 383, no. 2, pp. 341–348.
 6. Buck (Chairman) R. P., Rondinini S., Covington A. K., Baucke F. G. K., Brett C. M. A., Camoes M. F., Milton M. J. T., Mussini T., Naumann R., Pratt K. W., Spitzer P., Wilson G. S., *Pure Appl. Chem.*, 2002, vol. 74, no. 11, pp. 2169–2200.
<https://doi.org/10.1351/pac200274112169>
 7. Dixon W. J., *Annals of Mathematical Statistics*, 1950, vol. 21, no. 4, pp. 488–506. <https://doi.org/10.1214/aoms/1177729747>
 8. Dean R. B., Dixon W. J., *Anal. Chem.*, 1951, vol. 23 (4), pp. 636–638. <http://dx.doi.org/10.1021/ac60052a025>
 9. Estimating Functions and Equations: An Essay on Historical Developments with Applications to Econometrics, available at: https://www.ucy.ac.cy/econ/documents/working_papers/4-2005.pdf (accessed: 21.01.2021).
 10. Covington A. K., Rebelo M. J. F., *Analytica Chimica Acta*, 1987, vol. 200, pp. 245–260.
[https://doi.org/10.1016/S0003-2670\(00\)83773-3](https://doi.org/10.1016/S0003-2670(00)83773-3)
- Статья поступила в редакцию 07.07.2020;
принята к публикации 24.11.2020.

ЗОЛОТАРЕВСКИЙ ЮРИЙ МИХАЙЛОВИЧ

16.05.1944 – 01.11.2020

С прискорбием сообщаем, что 1 ноября 2020 года на 77 году ушёл из жизни руководитель отделения НИОКР ФГУП «ВНИИОФИ» доктор технических наук, профессор, лауреат Премии Правительства России в области науки и техники, действительный член Метрологической Академии, Почётный метролог – Золотаревский Юрий Михайлович.

Золотаревский Ю. М. родился 16 мая 1944 г. в Ульяновке Кировоградской области. В 1968 г. после окончания Московского высшего технического училища им. Баумана по специальности «Технология машиностроения, металлорежущие станки и инструменты» он работал в МВТУ, окончил очную аспирантуру и в 1974 г. защитил диссертацию на соискание учёной степени кандидата технических наук. С 1974 по 1986 годы Юрий Михайлович работал в НПО «Автоэлектроника».



С большим производственным опытом в 1986 году Юрий Михайлович начал трудовую деятельность во ВНИИОФИ в должности директора СКБ, где занимался организацией научных исследований, разработок и техническим перевооружением. В 1988 году Юрий Михайлович защитил диссертацию на соискание учёной степени доктора технических наук. С 1989 года в течение более 30 лет Золотаревский Ю. М. выполнял обязанности заместителя директора по научной работе. Юрий Михайлович внёс значительный вклад в совершенствование и развитие эталонной базы института в области оптико-физических измерений, сыграл ключевую роль в организации Центра коллективного пользования на базе ВНИИОФИ, что позволило систематически обновлять и развивать приборную базу института. При его непосредственном участии и руководстве в институте был создан Центр метрологического обеспечения нанотехнологий. По инициативе Золотаревского Ю.М. сотрудники различных подразделений института активно принимали участие в конкурсах и выполнении проектов Минобрнауки России.

Юрий Михайлович уделял огромное внимание вопросам подготовки квалифицированных кадров. В 2003 году он получил звание профессора, до последнего дня возглавлял кафедру «Оптико-физических измерений» Академии стандартизации, метрологии и сертификации (АСМС) Росстандарта, являясь профессором Департамента электронной инженерии Московского института экономики и математики им. А.Н. Тихонова НИУ ВШЭ. Юрий Михайлович занимался и подготовкой метрологических кадров высшей квалификации, будучи членом ряда диссертационных советов по защите кандидатских и докторских диссертаций. Юрий Михайлович имеет более 100 публикаций, включая несколько монографий, в том числе он соавтор двухтомника «Нормативно-правовое обеспечение единства измерений» (2015).

На протяжении долгих лет Золотаревский Ю.М. был рецензентом и автором журналов «Измерительная техника» и «Метрология», активно участвовал в жизни журналов, тесно сотрудничал с редакцией и редколлегией.

Как выдающийся учёный, ответственный специалист, прекрасный человек и семьянин, чуткий и отзывчивый товарищ, Юрий Михайлович заслужил любовь и уважение всех, с кем ему довелось трудиться и жить.

Светлая память о Золотаревском Ю. М. – энергичном, жизнерадостном и прекрасном человеке сохранится в наших сердцах.

Члены редакции и редколлегии журналов «Измерительная техника» и «Метрология» выражают глубокие соболезнования родным и близким Золотаревского Ю.М.

ПОДПИСКА – 2021

на печатную и электронную версии журнала «Измерительная техника»
и электронную версию сетевого издания «Метрология»

- ▶ во всех почтовых отделениях ФГУП «Почта России»
- ▶ онлайн на сайтах подписных агентств
- ▶ в редакции

В почтовых отделениях Российской Федерации, а также в странах СНГ и Балтии

по каталогу «Газеты. Журналы» Агентства «Роспечать» www.rospr.ru
«Измерительная техника» – индекс 70391

по объединённому каталогу «Пресса России» АО «АПР» www.apr.ru
«Измерительная техника» – индекс 38168

Подписка через Интернет

ГК «Урал-Пресс»

www.ural-press.ru

Тел./факс: +7 (495) 789-86-36; +7 (499) 700-05-07

ООО «Информнаука»

www.informnauka.com

Тел.: +7 (495) 787-38-73; +7 (499) 152-54-81

e-mail: informnauka@viniti.ru

Агентство «Книга-Сервис»:

- интернет-каталог «Пресса по подписке» www.akc.ru
 - объединённый каталог «Пресса России» www.ppressa-rf.ru
- Тел.: +7 (495) 631-62-54
e-mail: podpiska@pressa-rf.ru

Научная электронная библиотека eLIBRARY.RU www.elibrary.ru

Электронно-библиотечная система «РУКОНТ» www.lib.rucont.ru

Подписка в редакции на номера текущего года и архивные номера 2016–2020 гг.

- ▶ по телефону +7 (495) 430-28-02
- ▶ по электронной почте kersova@vniims.ru
- ▶ на сайтах www.vniims.ru, www.izmt.ru

Адрес редакции:

119361 Москва, ул. Озёрная, 46, ФГУП «ВНИИМС»

Тел.: +7 (495) 781-48-70

E-mail: izmt@vniims.ru

www.izmt.ru