



**ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ
ТЕХНИКА
2021
№4**



RIGOL

Possibilities and More



На правах рекламы

Расширенные возможности технологий в области измерений и многое другое



MSO8000 Цифровой осциллограф

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



MSO5000 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.



ООО ТД "ЮНИТ СЕРВИС"

Телефоны:

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

адрес электронной почты:

tdus@td-unitervis.ru

Веб-сайт: td-unitervis.ru

ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ ТЕХНИКА 2021

№ 4 апрель

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»

МОО «Метрологическая академия»

СОДЕРЖАНИЕ

ФУНДАМЕНТАЛЬНЫЕ ПРОБЛЕМЫ МЕТРОЛОГИИ

- Ю. И. Неронов, А. Н. Пронин. Исследование спектров ядерного магнитного резонанса ионов калия в водных растворах и оценка магнитного момента ядра ^{39}K 3

ОБЩИЕ ВОПРОСЫ МЕТРОЛОГИИ И ИЗМЕРИТЕЛЬНОЙ ТЕХНИКИ

- С. Ф. Левин. Измерительная задача калибровки средства измерений для заданных условий 9
- К. Ю. Соломенцев, В. И. Лачин, А. Э. Пасенчук. Двумерный метод половинного деления для точного измерения параметров синусоидальных или периодических электрических величин 16
- В. И. Мищенко, А. Н. Кравцов, Т. Ф. Мамлеев. Полумарковская модель функционирования резервируемых средств измерений с учётом периодичности поверки 22

ОПТИКО-ФИЗИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

- Н. Н. Евстихеев, А. В. Козлов, В. В. Краснов, В. Г. Родин, Р. С. Стариков, П. А. Черёмхин. Оценка эффективности измерений шумов фотосенсоров цифровых камер методами автоматической сегментации неоднородной сцены и стандартным методом EMVA 1288 28
- В. В. Давыдов, Д. И. Николаев, А. В. Мороз. Конструкция проточного рефрактометра для контроля состояния прозрачных сред с цилиндрической вставкой в виде вертикального участка трубопровода 36

ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

- А. В. Мамонтов, В. Н. Нефёдов, И. В. Назаров, В. П. Симонов, С. А. Хриткин. Измерение температуры пенобетона при термообработке микроволновым излучением 44

АКУСТИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

- Л. В. Савченко, А. В. Савченко. Метод измерений показателя динамики эмоционального состояния пользователя по речевому сигналу в режиме реального времени 49

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

- Д. И. Бельский, Д. В. Аверкин, Д. В. Вишневецкий, С. Д. Хижняк, П. М. Пахомов. Исследования дисперсных систем и разработка стандартных образцов дзета-потенциала частиц в жидкости 58
- Ю. М. Садагов, А. Д. Левин, И. В. Бирюкова. Функции преобразования в электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии 63
- И. М. Агеев, Ю. М. Рыбин. Измерительный комплекс для мониторинга углекислого газа в воздухе 68

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: 30.03.2021.
Подписано в печать: 26.04.2021.
Формат 60х90 1/8. Бумага мелованная. Печать офсетная.
Усл. п.л. 9,0. Уч.-изд. л. 11,3. Тир. 200 экз. Зак. 21-48г.
Свободная цена.

Издание зарегистрировано Роскомнадзором
Свидетельство о регистрации: ПИ № ФС77-21572
от 15.07.2005.

Издатель: ФГУП «ВНИИМС».
Адрес редакции и издателя: 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.

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

© Измерительная техника, 2021

FUNDAMENTAL PROBLEMS OF METROLOGY

Yu. I. Neronov, A. N. Pronin. Investigation of the nuclear magnetic resonance spectra of potassium ions in aqueous solutions and estimation of the magnetic moment of the nucleus ^{39}K 3

GENERAL PROBLEMS OF METROLOGY AND MEASUREMENT TECHNIQUES

S. F. Levin. The measurement problem of calibration of measuring instrument under specified conditions9
K. Yu. Solomentsev, V. I. Lachin, A. E. Pasenchuk. Half division two-dimensional method for simple sinusoidal quantities parameters accurate measurement16
V. I. Mishchenko, A. N. Kravtsov, T. F. Mamleev. Semi-Markov model of the functioning of redundant measuring instruments, taking into account the frequency of verification22

OPTICOPHYSICAL MEASUREMENTS

N. N. Evtikhiev, A. V. Kozlov, V. V. Krasnov, V. G. Rodin, R. S. Starikov, P. A. Chermkhin. Estimation of efficiency of measurement of digital camera photosensor noise by automatic segmentation of non-uniform target method and the standard EMVA 128828
V. V. Davydov, D. I. Nikolaev, A. V. Moroz. Design of flowing refractometer with cylindrical insert in the form a vertical pipeline section for control to clear media state36

TERMOPHYSICAL MEASUREMENTS

A. V. Mamontov, V. N. Nefedov, I. V. Nazarov, V. P. Simonov, S. A. Khritkin. The foam concrete temperature measuring during its microwave heat treatment44

ACOUSTIC MEASUREMENTS

L. V. Savchenko, A. V. Savchenko. The method of real-time acoustic measurement of dynamical changes in the speaker's emotional state49

PHYSICOCHEMICAL MEASUREMENTS

D. I. Belenkii, D. V. Averkin, D. V. Vishnevetskii, S. D. Khizhnyak, P. M. Pakhomov. Development and creation of zeta potential reference material of the particles in a liquid medium58
Yu. M. Sadagov, A. D. Levin, I. V. Biryukova. Transformation functions in electrothermal atomic absorption spectrometry63
I. M. Ageev, Y. M. Rybin. Measuring complex for monitoring carbon dioxide in air68

Исследование спектров ядерного магнитного резонанса ионов калия в водных растворах и оценка магнитного момента ядра ^{39}K

Юрий Ильич Неронов^{1✉}, Антон Николаевич Пронин²

^{1, 2} Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева, Санкт-Петербург, Россия

¹yineronov@mail.ru[✉], ²a.n.pronin@vniim.ru

Аннотация. Рассмотрена проблема повышения точности определения магнитного момента ядра калия ^{39}K , применяемого при исследованиях нормы и патологии живых тканей методами ядерного магнитного резонанса. Представлены экспериментальные результаты определения отношения частот резонансов протонов воды и ядер ^{39}K для водных растворов KCl и KNO_3 концентрациями 0,5–2,0 моль/кг. В результате одновременной регистрации сигналов ядерного магнитного резонанса протонов воды и ядер ^{39}K минимизированы случайные и систематические погрешности определения отношения частот резонанса воды и $^{39}\text{K}^+$ до единиц восьмого знака. При экстраполяции содержания солей калия в воде к нулевым концентрациям для одиночных ионов в воде значение указанного выше отношения частот резонанса составило 21,4300226(10). Итоговый магнитный момент ядра ^{39}K получен с учётом данных для магнитного момента протона и экранирования протонов в воде, представлен без корректировки на экранирование иона калия в воде в единицах ядерного магнетона и составил 0,390962111(18). С использованием значения экранирования ионов калия в воде найден магнитный момент ядра калия 0,391471(8), который сопоставлен с данными, полученными другими исследователями.

Ключевые слова: ядерные магнитные моменты, ядро атома калия, одновременная регистрация ЯМР-сигналов, квантовая радиофизика

Для цитирования: Неронов Ю. И., Пронин А. Н. Исследование спектров ядерного магнитного резонанса ионов калия в водных растворах и оценка магнитного момента ядра ^{39}K // Измерительная техника. 2021. № 4. С. 3–8. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-4-3-8>

Investigation of the nuclear magnetic resonance spectra of potassium ions in aqueous solutions and estimation of the magnetic moment of the nucleus ^{39}K

Yuriy I. Neronov^{1✉}, Anton N. Pronin²

^{1, 2} D. I. Mendeleev All-Russian Research Institute of Metrology, St. Petersburg, Russia

¹yineronov@mail.ru[✉], ²a.n.pronin@vniim.ru

Abstract. The problem of increasing the accuracy of determining the magnetic moment of the potassium ^{39}K nucleus, which is used in studies of the norm and pathology of living tissues by nuclear magnetic resonance methods, is considered. The paper presents experimental results for determining the resonance frequency ratio of water protons and ^{39}K nuclei for KCl and KNO_3 solutions at concentrations from 0.5 to 2 mol/kg of water. NMR signals from water protons and potassium nuclei were recorded simultaneously, which minimizes random and systematic errors in determining the ratio of the resonance frequencies to units of the eighth sign. When extrapolating the content of potassium salts in water to zero concentrations for single ions in water, it was determined 21.4300226(10). Using the known data for the magnetic moment of the proton and the data for proton shielding in water, we obtained 0.390962111(18). Shielding of potassium ions in water was previously calculated in the work of Antisera and others. When using these data on the shielding of potassium ions in water, the magnetic moment of the potassium core was obtained 0.391471(8). The comparison of the new result for $\mu(^{39}\text{K})$ with the data of previous works is discussed.

Keywords: nuclear magnetic moments, potassium atom nucleus, simultaneous registration of NMR-signals, quantum radiophysics

Введение. Ионы калия имеют особую значимость для нормального функционирования живых организмов. Особенности прохождения ионов калия через клеточную мембрану обеспечивают отрицательный потенциал внутри клетки, который позволяет реализовать ряд важнейших

механизмов клеточной жизнедеятельности. Естественная распространенность изотопа ^{39}K составляет 93,258 %. Прецизионная оценка магнитного момента ядра калия $\mu(^{39}\text{K})$ позволяет обеспечить формирование шкалы химических сдвигов, что представляет интерес для развития

локальных спектральных исследований на ядрах $^{39}\text{K}^+$ в тканях живого организма с использованием медицинских магниторезонансных (МР) томографов. Потребность в таких исследованиях несомненно велика: химический сдвиг, концентрация, релаксационные свойства внутриклеточных и внеклеточных ионов $^{39}\text{K}^+$ позволяют получать ценную информацию о норме и патологии тканей живого организма.

Частоту сигнала ядерного магнитного резонанса (ЯМР) ионов $^{39}\text{K}^+$ водного раствора можно использовать для прецизионного определения $\mu(^{39}\text{K})$, если при этом магнитное поле будет зарегистрировано с требуемой высокой точностью. По рекомендации экспертов CODATA [1] прецизионная оценка магнитного поля также определяется регистрацией частоты ЯМР-сигнала протонов воды с использованием фундаментальных физических констант – магнитного момента протона μ_p и экранирования протона в воде $\sigma(\text{H}_2\text{O})$ [1–3]. Следовательно, магнитный момент ядра ^{39}K может быть вычислен по соотношению

$$\mu(^{39}\text{K}) = \mu_p \frac{f(^{39}\text{K})}{f(\text{H}_2\text{O})} \frac{I(^{39}\text{K})}{I_p} \frac{1 - \sigma(\text{H}_2\text{O})}{1 - \sigma(^{39}\text{K}^+)}. \quad (1)$$

Здесь $I(^{39}\text{K})/I_p = 3$ – отношение ядерных спинов, которое является строго квантованной величиной; $f(^{39}\text{K})/f(\text{H}_2\text{O})$ – отношение частот резонанса при предельно малых концентрациях солей калия в воде; $\sigma(^{39}\text{K}^+)$ – экранирование ядра калия. При этом поскольку обе частоты должны регистрироваться строго в одном и том же магнитном поле, то лучшим способом минимизировать случайные и систематические погрешности является одновременное накопление сигналов протонов воды и ионов калия.

Цель работы – определение магнитного момента ядра ионов калия-39, находящихся в окружении молекул воды.

Спектрометр и образцы. В настоящей работе в состав спектрометра входил электромагнит с индукцией $B = 2,14$ Тл, который ранее применяли для определения магнитного момента и изотопных сдвигов ядер трития [4, 5]. Интенсивность A_i ЯМР-сигналов пропорциональна магнитному моменту в третьей степени [6, 7]:

$$A_i = \mu_i^3 (I_i + 1) / I_i^2.$$

При малых концентрациях KCl и KNO_3 в воде интенсивность сигнала протонов на три-четыре порядка выше

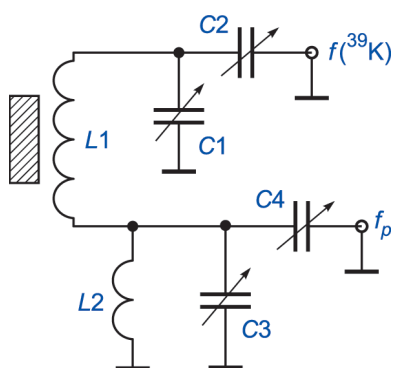


Рис. 1. Схема согласования общей приёмной индуктивности, используемой для одновременной регистрации сигналов двух разномённых ядер

Fig. 1. The scheme of matching the common receiving inductance used for simultaneous registration of signals of two dissimilar nuclear

интенсивности сигнала ядер ионов калия. Поэтому ампулы с раствором солей калия в воде помещали в специально изготовленную приёмную катушку индуктивности L_1 спектрометра, максимальная добротность которой была на частоте $f(^{39}\text{K}) \approx 4,244$ МГц (рис. 1). Для максимального усиления слабого сигнала катушка содержала 40 витков.

Сигнал протонов $[f_p \approx 90,97$ МГц] регистрировался той же приёмной катушкой индуктивности L_1 . Для этого в модуль согласования параллельно основной приёмной катушке помещали дополнительную малую (три витка) катушку индуктивности L_2 (см. рис 1). Блок-схема ЯМР-спектрометра аналогична схеме, опубликованной ранее в работе [4]. Переменная ёмкость C_1 совместно с индуктивностями L_1 , L_2 настроена на резонансную частоту 4,244 МГц, C_3 – на резонанс 90,97 МГц; ёмкости C_2 , C_4 обеспечивают согласование резонансных контуров с кабелем.

В спектрометре использована интегральная схема AD9958 для формирования двух опорных частот, близких к резонансным частотам исследуемой пары разномённых ядер: $f_p^{\text{оп}} = 90973815,918$ Гц; $f_K^{\text{оп}} = 4244461,059$ Гц. При магнитном поле спектрометра $B \approx 2,1367532$ Тл регистрируемые после усиления и преобразования резонансные частоты протонов и ядер калия превышали указанные опорные частоты на несколько сотен герц (рис. 2).

Перед приготовлением исследуемых растворов соли KCl, KNO_3 и дистиллированную воду взвешивали, затем тщательно перемешивали и заливали в стандартные для техники ЯМР-спектроскопии тонкостенные десятимиллиметровые ампулы. Температуру контролировали с помощью цифрового сенсора DS18B20 (Dallas Semiconductor, США), откалиброванного в лаборатории температурного контроля ВНИИМ. Сенсор размещали в корпусе датчика ЯМР-сигналов на расстоянии 0,5 мм под ампулой с исследуемым раствором. Для обеспечения высокой однородности магнитного поля ампула вращалась, при этом создавался локальный воздушный вихрь, который минимизировал разность температур между ампулой с раствором и корпусом сенсора.

Накопление массива спектров и обработка данных.

При накоплении парного числового массива, содержащего частоты Δf_p и $\Delta f(^{39}\text{K}^+)$, сигналы свободной прецессии протонов и ядер ^{39}K последовательно суммировались. Интенсивность и форму каждого сигнала оператор контролировал по монитору в процессе накопления цифровых данных. При достижении приемлемого (более пяти к одному) отношения сигнал/шум регистрировалось показание цифрового температурного сенсора. Числовой массив запоминался и пересылался для математической обработки. В наименовании каждого спектрального массива включали как температуру образца раствора, так и концентрацию соли KCl или KNO_3 в образцах.

При оцифровке сигналов каждого из ядер регистрировалось по 5000 точек: по 2500 точек для действительной и мнимой составляющих сигнала. Как правило, числовой массив содержит сумму как чётной, так и нечётной составляющих, поэтому для прецизионного определения положения сигнала на частотной шкале требовалась математическая обработка. Для увеличения числа точек на интервале узкого

спектрального сигнала (см. рис. 2) исходные числовые массивы расширялись нулями от 2501 до 32768 точек перед фурье-преобразованием. Математическая обработка числовых массивов выполнялась с помощью программного обеспечения, описанного в работах [3, 8].

Протоны воды в подавляющем большинстве случаев участвуют в водородных связях. Число водородных связей уменьшается с повышением температуры, что является причиной соответствующего уменьшения частоты резонанса протонов. Коэффициент температурной зависимости для экранирования протонов воды определен в ряде работ, в частности, в [9]:

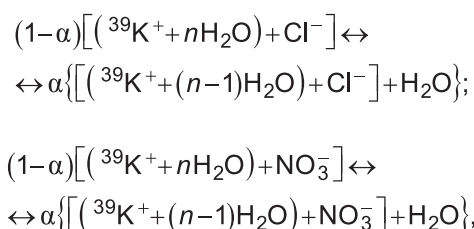
$$\Delta\sigma(\text{H}_2\text{O})/\Delta t = 10,07(31) \cdot 10^{-9} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}.$$

С учётом этого значения коэффициента для температурной коррекции частоты протонов использовали следующее выражение:

$$f(\text{H}_2\text{O}) = (f_p^{\text{оп}} + \Delta f_p) \{1 + [t(^{\circ}\text{C}) - 25][\Delta\sigma(\text{H}_2\text{O})/\Delta t]\}. \quad (2)$$

Для каждого образца накоплено от 15 до 20 парных спектров и найденных отношений частот резонанса $f(\text{H}_2\text{O})/f(^{39}\text{K}^+)$. Изменение концентрации солей калия в воде меняет её структуру и частоту резонанса протонов. Следовательно, требуется определить отношение $f(\text{H}_2\text{O})/f(^{39}\text{K}^+)$ при экстраполяции данных к нулевой концентрации KCl и KNO_3 . В табл. 1 приведены отношения частот резонанса протонов воды и ядер $^{39}\text{K}^+$ в зависимости от концентрации солей калия в водных растворах и с учётом температурной коррекции (2).

Для каждой из восьми исследованных ампул методом ЯМР-спектроскопии в окружении ионов калия регистрируется определенное для каждого раствора динамическое равновесие:



где α – малый коэффициент, который определяет долю ионов калия, имеющих в ближайшем окружении отрицательный ион;

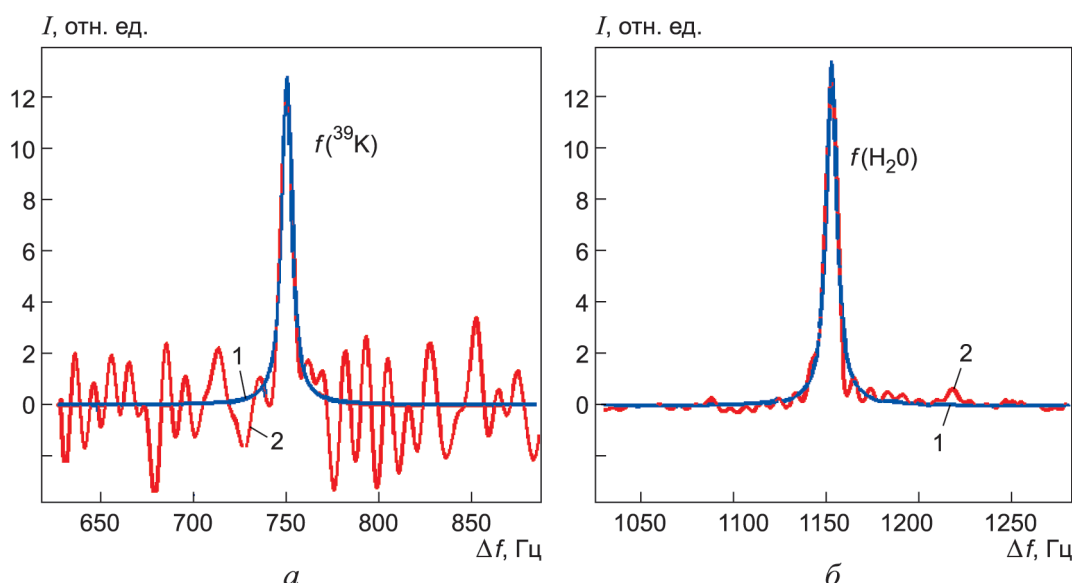


Рис. 2. Парный спектр раствора KNO_3 в воде (ампула 10 мм) при одновременном накоплении сигналов ядер ^{39}K и протонов воды:
1, 2 – контур Лоренца и экспериментальный числовой массив соответственно

Fig. 2. Pair spectrum of KNO_3 solution in water (10 mm ampoule) with simultaneous accumulation of signals of ^{39}K nuclei and water protons:
1, 2 – the Lorentz contour and the experimental numerical array, respectively

Таблица 1

Экспериментальные отношения частот резонанса протонов воды и ядер $^{39}\text{K}^+$ при различной концентрации солей калия

С, моль/кг	KNO_3	KCl
2,0	21,4300501(4)	21,4299687(4)
1,5	21,4300431(7)	21,4299805(5)
1,0	21,4300377(7)	21,4299942(4)
0,5	21,4300312(7)	21,4300059(5)
→0	21,4300251(10)	21,4300187(10)

n – оптимальное число ближайших молекул воды, определяемое размером молекул.

На рис. 3 приведены линейные зависимости отношения частот резонансов от концентрации солей калия в водных растворах, т. е. коэффициент α линейно увеличивается с повышением концентрации. Следовательно, частоты резонанса ионов калия можно оценивать по уравнениям

$$\left. \begin{aligned} f(^{39}\text{K}^+, \text{Cl}^-)_{C \rightarrow 0} &= \mu(^{39}\text{K}^+) B_0 / I(^{39}\text{K}^+) \times \\ &\times \{1 - [\sigma(^{39}\text{K}^+ + n\text{H}_2\text{O}) - \sigma(\text{Cl}^-)_{C \rightarrow 0}]\}; \\ f(^{39}\text{K}^+, \text{NO}_3^-)_{C \rightarrow 0} &= \mu(^{39}\text{K}^+) B_0 / I(^{39}\text{K}^+) \times \\ &\times \{1 - [\sigma(^{39}\text{K}^+ + n\text{H}_2\text{O}) - \sigma(\text{NO}_3^-)_{C \rightarrow 0}]\}, \end{aligned} \right\} \quad (3)$$

где B_0 – индукция внешнего поля; $\sigma(^{39}\text{K}^+ + n\text{H}_2\text{O})$ – электронное экранирование ядра иона $^{39}\text{K}^+$ как внутренними электронами иона калия, так электронами молекул воды ближайшего окружения; $\sigma(\text{Cl}^-)$, $\sigma(\text{NO}_3^-)$ – дополнительное

усреднённое экранирование ядра калия из-за присутствия отрицательных ионов в его ближайшем окружении.

Углы наклона двух прямых (см. рис. 3) имеют разные знаки и отличаются в два раза, соответственно эффективность влияния ионов Cl^- и NO_3^- на частоту резонанса ядер калия отличается вдвое. С учётом итоговой неопределённости справедливо равенство $\sigma(\text{NO}_3^-) = \sigma(\text{Cl}^-)/2$, которое следует подставлять в систему (3). Тогда из данных табл. 1 и решения системы уравнений (3) можно оценить отношение частот резонанса как

$$\left[f(\text{H}_2\text{O})/f(^{39}\text{K}^+) \right]_{C \rightarrow 0} = 21,4300226(10). \quad (4)$$

Оценку (4) следует относить к единичным ионам $^{39}\text{K}^+$, находящимся в окружении молекул воды и с экранированием $\sigma(^{39}\text{K}^+ + n\text{H}_2\text{O})$, вычисленным в работе [10]. Следовательно, для определения $\mu(^{39}\text{K})$ можно использовать выражения (1), (4), а также фундаментальные физические константы для чистой воды [1–3]. Экранирование протонов в воде с минимальной погрешностью определено в работе [3] и составило $\sigma(\text{H}_2\text{O}) = 25680(2,5) \cdot 10^{-9}$ для 25 °C, где сигналом сравнения служил теоретический результат [11]: $\sigma(\text{H}_2) = 26288(2) \cdot 10^{-9}$.

Сравнение результатов определения магнитного момента $\mu(^{39}\text{K}^+)$. Неопределённости, которые требуется учесть для вычисления $\mu(^{39}\text{K}^+)$, приведены в табл. 2, максимальная погрешность обусловлена неопределённостью вычисления экранирования ионов $\sigma(^{39}\text{K}^+ + n\text{H}_2\text{O}) = (1300,2 \pm 20,0) \cdot 10^{-6}$ [10].

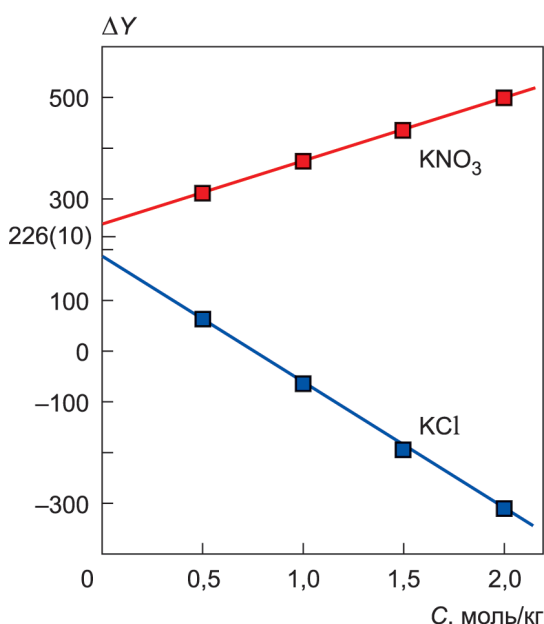


Рис. 3. Зависимости отношения частот резонанса протонов воды и ядер ^{39}K $\Delta Y = [f(\text{H}_2\text{O})/f(^{39}\text{K}) - 21,43] \cdot 10^7$ от концентрации C солей KCl и KNO_3 в водном растворе

Fig. 3. Dependences of the ratio of the resonance frequencies of water protons and ^{39}K nuclei $\Delta Y = [f(\text{H}_2\text{O})/f(^{39}\text{K}) - 21,43] \cdot 10^7$ on the concentration C of salts of KCl and KNO_3 in an aqueous solution

Данные четырёх работ по прецизионному определению магнитного момента $\mu(^{39}\text{K})$ представлены в табл. 3. Четыре результата достаточно хорошо согласуются в пределах указанных авторами неопределённостей. В работе [12] магнитный момент определяли атомно-лучевым магнитно-резонансным методом (ABMR), экспериментальная неопределённость составила $8,46 \cdot 10^{-7}$, а неопределённость поправки на экранирование ядра не оценивали. Данные работы [12] с поправкой на экранирование представлены в справочных таблицах [13, 14], где в качестве общей неопределённости результата указана лишь экспериментальная составляющая без учёта неопределённости вычисления экранирования ядра. Ядерный магнитный момент определён методом атомно-лучевой лазерной спектроскопии (ABLS) специалистами научно-исследовательского комплекса ISOLDE (ЦЕРН, Швейцария) [15]. Результаты [15] и настоящей работы полностью совпадают, но $\mu(^{39}\text{K}^+)$, полученный в настоящей работе, имеет в несколько раз меньшую неопределённость. Минимальная экспериментальная неопределённость наблюдается для использованного в настоящей работе ЯМР-метода с одновременной регистрацией ядер двух типов. Однако в атомно-лучевых методах ABMR и ABLS время взаимодействия атомов в зоне регистрации

Таблица 2

Бюджет относительных неопределённостей определения $\mu(^{39}\text{K})$

Источник неопределённости	Значение	Ссылка, год
$[f(\text{H}_2\text{O})/f(^{39}\text{K}^+)]_{C \rightarrow 0} = 21,4300226(10)$	$\delta_1 = 4,66 \cdot 10^{-8}$	Настоящая работа
Разброс температур $\pm 0,2$ °C	$\delta_2 = 2,0 \cdot 10^{-9}$	Настоящая работа
$\mu_p = 2,792847348(7) \mu_N$	$\delta_3 = 2,5 \cdot 10^{-9}$	[1, 2] 2014
$\sigma(\text{H}_2\text{O}) = 25680(2,5) \cdot 10^{-9}$	$\delta_4 = 2,5 \cdot 10^{-9}$	[1, 3] 2014
$\sigma(^{39}\text{K}^+ + n\text{H}_2\text{O}) = (1300,2 \pm 20,0) \cdot 10^{-6}$	$\delta_5 = 20,0 \cdot 10^{-6}$	[10] 2012
Суммарная неопределённость $\sum(\delta_{1-4}) = 4,66 \cdot 10^{-8}$		
Суммарная неопределённость $\sum(\delta_{1-5}) = 2,0 \cdot 10^{-5}$		

Таблица 3

Прецизионное определение магнитного момента ядра ^{39}K различными методами

Метод	δ_1	$\Sigma(\delta)$	$\mu(^{39}\text{K})/\mu_N$	Ссылка, год
ABMR	$8,5 \cdot 10^{-7}$	$\Sigma(\delta_{1-2}) = 8,5 \cdot 10^{-7}$	0,3914662*	[12] 1974; [13, 14] 2014
ABLS	$7,7 \cdot 10^{-5}$	$\Sigma(\delta_{1-2}) = 7,7 \cdot 10^{-5}$	0,39147(3)	[15] 1993
ЯМР	$4,71 \cdot 10^{-7}$	$\Sigma(\delta_{1-5}) = 2,0 \cdot 10^{-5}$	0,391462(8)	[16] 1974; [10] 2012
ЯМР	$4,66 \cdot 10^{-8}$	$\Sigma(\delta_{1-5}) = 2,0 \cdot 10^{-5}$	0,391471(8)	Настоящая работа

*В работах [13, 14] для метода ABMR представлена только экспериментальная неопределённость.

ограничено скоростью их пролёта, что и является причиной уширения формы регистрируемого сигнала. В ЯМР-методе исследуемые ядра из-за диффузии перемещаются на расстояния не более микрометра, поэтому ширина сигналов на несколько порядков меньше, чем в атомно-лучевых методах, и, соответственно, экспериментальная неопределённость оказывается в десятки раз меньше.

Для дальнейшего уточнения магнитного момента $\mu(^{39}\text{K})$ необходимо уменьшать неопределённость вычисления электронного экранирования ионов калия в воде $\sigma(^{39}\text{K}^+ + n\text{H}_2\text{O})$. Исследования по повышению точности вычисления экранирования ионов активно продолжаются в ряде научных центров в двух направлениях: оценка более точного описания динамических сольватных слоёв иона методом молекулярной динамики; вычисление экранирования ядра иона на основе подхода Хартри-Фока и теории функционала суммарной электронной плотности. В этой связи, поскольку неопределённости отличаются более чем на два порядка (см. табл. 2), итоговый результат настоящей работы – магнитный момент ядра калия – следует представить в единицах ядерного магнетона без корректировки на экранирование иона калия в воде:

$$\mu(^{39}\text{K}^+) [1 - \sigma(^{39}\text{K}^+ + n\text{H}_2\text{O})] = 0,390962111(18) / \mu_N;$$

$$\sum(\delta_{1-4}) = 4,7 \cdot 10^{-8}.$$

Заключение. Предложенный в настоящей работе метод одновременной регистрации ЯМР-сигналов ядер двух типов (^{39}K и протонов воды) обладает высокой чувствительностью по сдвигам частоты резонанса при выявлении отрицательных ионов в ближайшем окружении ионов $^{39}\text{K}^+$, что является перспективным для исследования таких сложных систем, как живые ткани. Концентрация ионов $^{39}\text{K}^+$ в живых тканях достаточно велика, что позволяет за несколько минут регистрировать интенсивные сигналы от ядер ^{39}K in vivo [17]. Поскольку основным компонентом живых тканей является вода, то полученное отношение (4) может быть основой для формирования шкалы химических сдвигов, применяемой при спектральных ЯМР-исследованиях на ядрах ^{39}K для изучения нормы и патологии живых тканей.

Авторы выражают благодарность Серёгину Николаю Николаевичу за помощь в разработке и изготовлении электронных модулей, использованных в настоящей работе.

Список литературы

1. Mohr P. J., Newell D. B., and Taylor B. N., CODATA Recommended Values of the Fundamental Physical Constants: 2014, *Reviews of Modern Physics*, 2016, 88, Article ID: 035009. <https://doi.org/10.1103/RevModPhys.88.035009>
2. Mooser A., Ulmer S., Blaum K., Franke K., Kracke H., Leiteritz C., Quint W., Rodegheri C. C., Smorra C., Walz J., *Nature*, 2014, vol. 509, pp. 596–599. <https://doi.org/10.1126/science.aan0207>
3. Neronov Yu. I., Seregin N. N., *Metrologia*, 2014, vol. 51, no. 1, pp. 54–60. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/51/1/54>

4. Неронов Ю. И., Серегин А. Н. Разработка ЯМР-спектрометра для прецизионного определения отношения частот резонанса ядер // *Измерительная техника*. 2010. № 8. С. 65–70.

5. Александров В. С., Неронов Ю. И. Исследование ЯМР спектров изотопических аналогов водорода и оценка магнитного момента ядра трития // *Письма в ЖЭТФ*. 2011. Т. 93. № 6. С. 337–340.

6. Abragam A., *The principles of nuclear magnetism*, Oxford, Clarendon Press, 1961.

7. Неронов Ю. И. Магнитный резонанс в томографии и в спектральных исследованиях тканей живого организма. СПб.: ИТМО, 2007, 124 с.

8. Неронов Ю. И. Определение магнитных моментов ядер ^6Li и ^7Li при одновременной регистрации сигналов двух ядер спектрометром на основе ядерного магнитного резонанса // *Измерительная техника*. 2020. № 9. С. 3–8. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2020-9-3-8>

9. Неронов Ю. И. Определение температурной зависимости экранирования протонов воды и способ оценки температуры живых тканей // *Измерительная техника*. 2017. № 1. С. 67–70. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2017-1-67-70>

10. Antušek A., Kedziera D., Kaczmarek-Kedziera A., Jaszunski M., *Chem. Phys. Lett.*, 2012, vol. 532, pp. 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.cplett.2012.02.036>

11. Sundholm D., Gauss J., Schafer A., *J. Chem. Phys.*, 1996, vol. 105, pp. 11051–9. <https://doi.org/10.1063/1.472905>

12. Beckmann A., Boklen K., Elke D., Precision measurements of the nuclear magnetic dipole moments of ^6Li , ^7Li , ^{23}Na , ^{39}K and ^{41}K , *Zeitschrift für Physik*, 1974, vol. 270, pp. 173–186.

13. Stone N. J., Table of nuclear magnetic dipole and electric quadrupole moments, *Atomic Data and Nuclear Data Tables* 90, 2005, vol. 90, Iss. 1, pp. 75–176.

14. Stone N. J., Table of nuclear magnetic dipole and electric quadrupole moments, IAEA Technical Report INDC (NDS)-0658, 2014, URL: <https://www-nds.iaea.org/publications/indc/indc-nds-0658.pdf> (дата обращения: 10.01.2021).

15. CERN, ISOLDE-Collaboration, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A*, 1993, vol. A 325, pp. 465–474.

16. Sahm W., Schwenk A., ^{39}K , ^{40}K and ^{41}K Nuclear Magnetic Resonance Studies, *Zeitschrift für Naturforschung*, 1974, vol. 29 a, pp. 1754–1762.

17. W. R. Adam, A. P. Koretsky, M. W. Weiner, *Biophysical Journal*, 1987, vol. 51, no. 2, pp. 265–271. [https://doi.org/10.1016/S0006-3495\(87\)83332-5](https://doi.org/10.1016/S0006-3495(87)83332-5)

References

1. Mohr P. J., Newell D. B., and Taylor B. N., CODATA Recommended Values of the Fundamental Physical Constants: 2014, *Reviews of Modern Physics*, 2016, 88, Article ID: 035009. <https://doi.org/10.1103/RevModPhys.88.035009>
2. Mooser A., Ulmer S., Blaum K., Franke K., Kracke H., Leiteritz C., Quint W., Rodegheri C. C., Smorra C., Walz J., *Nature*, 2014, vol. 509, pp. 596–599. <https://doi.org/10.1126/science.aan0207>

3. Neronov Yu. I., Seregin N. N., *Metrologia*, 2014, vol. 51, no. 1, pp. 54–60. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/51/1/54>
4. Neronov Yu. I., Seregin A. N., *Measurement Techniques*, 2010, vol. 53, no. 8, pp. 926–935 (2010). <https://doi.org/10.1007/s11018-010-9600-0>
5. Aleksandrov V. S., Neronov Yu. I., Study of the NMR Spectra of Hydrogen Isotopic Analogs and Estimation of the Magnetic Moment of the Triton, *JETP Letters*, 2011, vol. 93, no. 6, pp. 305–307.
6. Abragam A., *The principles of nuclear magnetism*, Oxford, Clarendon Press, 1961.
7. Neronov Yu. I., *Magnitnyy resonans v tomografii i v spektralnom issledovanii tkaney organizma*, St. Petersburg, State University ITMO Publ., 2007, 124 p. (In Russ.)
8. Neronov Yu. I., *Measurement Techniques*, 2020, vol. 63, no. 9, pp. 667–673. <https://doi.org/10.1007/s11018-021-01837-0>
9. Neronov Yu. I., *Measurement Techniques*, 2017, vol. 60, no. 1, pp. 96–102. <https://doi.org/10.1007/s11018-017-1156-9>
10. Antušek A., Kedziera D., Kaczmarek-Kedziera A., Jaszunski M., *Chem. Phys. Lett.*, 2012, vol. 532, pp. 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.cplett.2012.02.036>
11. Sundholm D., Gauss J., Schafer A., *J. Chem. Phys.*, 1996, vol. 105, pp. 11051–9. <https://doi.org/10.1063/1.472905>
12. Beckmann A., Boklen K., Elke D., Precision measurements of the nuclear magnetic dipole moments of ${}^6\text{Li}$, ${}^7\text{Li}$, ${}^{23}\text{Na}$, ${}^{39}\text{K}$ and ${}^{41}\text{K}$, *Zeitschrift für Physik*, 1974, vol. 270, pp. 173–186.
13. Stone N. J., Table of nuclear magnetic dipole and electric quadrupole moments, *Atomic Data and Nuclear Data Tables* 90, 2005, vol. 90, Iss. 1, pp. 75–176.
14. Stone N. J., Table of nuclear magnetic dipole and electric quadrupole moments, IAEA Technical Report INDC (NDS)-0658, 2014, available at: <https://www-nds.iaea.org/publications/indc/indc-nds-0658.pdf> (accessed: 10.01.2021).
15. CERN, ISOLDE-Collaboration, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A*, 1993, vol. A 325, pp. 465–474.
16. Sahm W., Schwenk A., ${}^{39}\text{K}$, ${}^{40}\text{K}$ and ${}^{41}\text{K}$ Nuclear Magnetic Resonance Studies, *Zeitschrift für Naturforschung*, 1974, vol. 29 a, pp. 1754–1762.
17. W. R. Adam, A. P. Koretsky, M. W. Weiner, *Biophysical Journal*, 1987, vol. 51, no. 2, pp. 265–271. [https://doi.org/10.1016/S0006-3495\(87\)83332-5](https://doi.org/10.1016/S0006-3495(87)83332-5)

Статья поступила в редакцию 19.02.2021; принята к публикации 01.03.2021.

Научная статья

УДК 519.25:53.08

<https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-4-9-15>

Измерительная задача калибровки средства измерений для заданных условий

Сергей Фёдорович Левин

Московский институт экспертизы и испытаний, Москва, Россия, AntoninaEL@rostest.ru

Аннотация. Рассмотрена задача калибровки средств измерений для заданных условий на основе функции поправок как измерительная задача структурно-параметрической идентификации диаграммы калибровки. Показано, что функция поправок позволяет на первом этапе получить соотношение для исправления показаний, а на втором этапе для нахождения исправленного результата измерения необходимо идентифицировать распределение вероятностей возможных отклонений от этого соотношения. Дан пример решения измерительной задачи калибровки для заданных условий. Отмечены такие негативные аспекты практики калибровки средств измерений, как проведение калибровки в нормальных условиях по методикам поверки средств измерений, представление результатов калибровки таблицами совместных показаний средств измерений и эталонов, а также существенные ограничения (при расчётах диаграммы калибровки) на математический аппарат «Руководства по выражению неопределённости измерения», указанные в ГОСТ Р 58771-2019 «Менеджмент риска. Технологии оценки риска».

Ключевые слова: средство измерений, калибровка, заданные условия, диаграмма калибровки, функция поправок, распределение вероятностей, структурно-параметрическая идентификация, погрешности измерений, погрешности неадекватности

Для цитирования: Левин С. Ф. Измерительная задача калибровки средства измерений для заданных условий // Измерительная техника. 2021. № 4. С. 9–15. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-4-9-15>

The measurement problem of calibration of measuring instrument under specified conditions

Sergey F. Levin

Moscow Institute for Expertise and Tests, Moscow, Russia, AntoninaEL@rostest.ru

Abstract. The problem of calibration of measuring instruments for given conditions based on the correction function is considered as a measurement problem of structural-parametric identification of the calibration diagram. It is shown, that the correction function allows at the first stage to obtain a ratio for correcting the readings, and at the second stage to obtain a corrected measurement result, it is necessary to identify the probability distribution of possible deviations from it. An example of solving the measurement problem of calibration for given conditions is given. Negative aspects of the practice of calibration of measuring instruments are noted: carrying out calibration under normal conditions according to the methods of verification of measuring instruments; presentation of calibration results by tables of joint readings of measuring instruments and standards; the presence in the calculations of the calibration diagram of significant restrictions on the mathematical apparatus of the «Guidelines for the expression of measurement uncertainty», specified by ISO/IEC 31010:2019 “Risk management – Risk assessment techniques”.

Keywords: measuring instrument, calibration, set conditions, calibration diagram, correction function, probability distribution, structural and parametric identification, measurement errors, inadequacy errors

Введение. Задача калибровки средств измерений на основе функции поправок как проблема возникла в отечественной метрологии с переводом Guide of Expression for Uncertainty in Measurement (GUM) на русский язык под названием «Руководство по выражению неопределённости измерения» [1] без комментариев научного редактора. Их отсутствие в некоторой степени восполнила статья [2] о концепции неопределённости измерения как методе косвенного измерения в рамках субъективной интерпретации вероятности и об «образцовом» примере калибровки термометра по функции поправок. В статье [2]

концепция неопределённости измерения рассматривалась как контрадикция погрешности в форме так называемой нормальной теории, замаскированной искажениями терминов математической статистики при отсутствии логики статистического вывода под новый этап развития метрологии, как условие вступления России в ВТО и, самое главное, как «драма неадекватности».

Проблеме калибровки посвящён ряд работ (например, [3–8]), но центральный вопрос о происхождении так называемого уравнения измерений, которое представляет собой уравнение метода косвенного измерения как метода решения

измерительной задачи, обходят стороной не только авторы указанных работ. В рамках собственно концепции неопределённости измерения этот вопрос тоже не детализирован.

Дело в том, что, хотя при ближайшем рассмотрении GUM оказывается претензией на единственно реалистические характеристики точности измерений, главная причина неопределённости «неопределённости измерения» названа в GUM правильно – неадекватность математического описания величин с помощью уравнений измерений. И «несмотря на общую рекомендацию определять измеряемую величину с такой степенью полноты, чтобы обусловленная неполнотой описания неопределённость была пренебрежимо мала по сравнению с требуемой точностью измерения, следует понимать, что это не всегда реализуется на практике» [1]. Но именно из-за этого «не всегда» на практике **условие применимости GUM не проверяемо**. И эта проблема пренебрежимо малой неопределённости [1] в GUM так и не решена.

Иное представление о поправках при калибровке сложилось в МИ 1747-87 «МУ ГСИ. Меры массы образцовые и общего назначения. Методика поверки» и ГОСТ 7328-2001 «Гири. Общие технические условия». В 2002 г. согласно Р 50.2.004-2000 «ГСИ. Определение характеристик математических моделей зависимостей между физическими величинами при решении измерительных задач. Основные положения» появился пример структурно-параметрической идентификации шкалы массы [9]. Физической моделью послужил набор мер массы ГО-1-1110 класса точности E_2 с рабочим эталоном килограмма, а математическими моделями мер – свёртки распределений вероятностей в схеме перекрёстного наблюдения погрешности неадекватности [10]:

$$f_{\Delta}(\Theta; \delta) = [F_*(\delta + \theta_0) - F_*(\delta - \theta_0)] / (2\theta_0),$$

где $F_*(\delta)$ – функция распределения вида «*» наблюдаемой составляющей погрешности неадекватности; θ_0 – параметр рассеяния её ненаблюдаемой составляющей. Учёт ненаблюдаемой составляющей погрешности привел к отклонению гипотезы о соответствии набора мер массы классу точности E_2 .

В 2007 г. в Международном словаре основных и базовых терминов метрологии (VIM3) было дано такое определение [11].

2.39 (6.11) калибровка – операция, в ходе которой при заданных условиях на первом этапе устанавливают соотношение между значениями величин с неопределённостями измерений, которые обеспечивают эталоны, и соответствующими показаниями с присущими им неопределённостями, а на втором этапе на основе этой информации устанавливают соотношение, позволяющее получать результат измерения исходя из показания.

Примечание 1. Калибровка может быть выражена как утверждение, функция калибровки, диаграмма калибровки, калибровочная кривая или таблица калибровки. В некоторых случаях она может включать аддитивную или мультипликативную поправку к показаниям с соответствующей неопределённостью. ... Примечание 3. Часто только первый этап в приведённом выше определении понимается как калибровка.

Примечание 3 к термину 2.39 VIM3 означает, что «часто» в международном масштабе за результат калибровки выдают таблицу совместных показаний эталона (калибратора) и средства измерений (СИ).

Однако на практике проблем «заданных условий» и «показаний с присущими им неопределённостями» не упоминают, часто не подозревая о главной проблеме концепции неопределённости измерения – «драме неадекватности» [2]. Но именно нерешённость проблемы пренебрежимо малой неадекватности привела к тому, что в международном стандарте ISO/IEC 31010:2009 “Risk management – Risk assessment techniques” впервые с момента появления GUM было прямо признано, что **подход Байеса и метод Монте-Карло для расчётов риска не применимы**. Правда, недостатки субъективной концепции вероятности и метода статистического моделирования были известны задолго до появления GUM.

Признание ISO/IEC 31010:2009 аутентично продублировал ГОСТ Р ИСО/МЭК 31010-2011 «Менеджмент риска. Методы оценки риска».

Вместе с тем следует заметить, что определение термина 2.39 VIM3 предлагает понимать под соотношением для 1-го этапа калибровки функцию преобразования СИ, а для 2-го этапа – градуировочную характеристику как функцию, обратную функции преобразования. А это уже другой подход к решению задачи калибровки СИ, в отношении которого в РМГ 29-2013 имеет место неоднозначность.

Калибровка с «соблюдением определённых условий» определена и в ГОСТ OIML R 111-1-2009 «ГСИ. Гири классов $E_1, E_2, F_1, F_2, M_1, M_{1-2}, M_2, M_{2-3}$ и M_3 . Часть 1. Метрологические и технические требования»:

2.3 калибровка (calibration): Совокупность операций, устанавливающих, при соблюдении определённых условий, соотношения между значениями величин, полученных с помощью данного средства измерений или измерительной системы, или значениями, представленными материальной мерой или образцовым материалом, и соответствующими значениями, воспроизводимыми эталонами.

Примечание 3. Результат калибровки может быть зафиксирован в документе, называемом сертификатом о калибровке или отчётом о калибровке.

Вместе с тем в VIM3 определено [11]:

2.9 (3.1) результат измерения – набор значений величины, приписываемых измеряемой величине вместе с любой другой доступной и существенной информацией.

Примечание 1. Обычно результат измерения содержит «существенную информацию» о наборе значений величины, такую, что некоторые из этих значений могут в большей степени представлять измеряемую величину, чем другие. Это может быть выражено плотностью распределения вероятностей (probability density function, PDF).

Калибровка определена и в РМГ 29-2013 «ГСИ. Метрология. Основные термины и определения», но без «заданных условий»:

9.6 калибровка (средств измерений): Совокупность операций, устанавливающих соотношение между значением величины, полученным с помощью данного средства измерений и соответствующим значением величины, определённым с помощью эталона с целью определения метрологических характеристик этого средства измерений.

9.7 диаграмма калибровки: Графическое выражение соотношения между показанием и соответствующим результатом измерения.

ГОСТ Р 8.879-2014 «ГСИ. Методики калибровки средств измерений. Общие требования к содержанию и изложению» вводит термины:

1.3 оценка пригодности: Подтверждение путём исследования и предоставления объективных доказательств того, что конкретные требования к специфическому целевому использованию выполняются.

1.4 сертификат калибровки: Документ, удостоверяющий факт и результаты калибровки средства измерений, который выдается организацией, осуществляющей калибровку.

2.5 целевая неопределённость измерений: Неопределённость измерений, заранее установленная как верхний предел и принятая исходя из предполагаемого использования результатов измерений.

Другими словами, ГОСТ Р 8.879-2014 предполагает принятие решения (как и при поверке) о соответствии результатов калибровки требованиям пригодности СИ, что должно подтверждаться сертификатом калибровки на основании объективных доказательств.

Но проблема не только в том, что СИ *часто* калибруют по методикам поверки в нормальных условиях, а протоколы калибровки *часто* отличаются от протоколов поверки только названием.

Во-первых, «в общем случае калибровка проводится с целью обеспечения возможности применения средства измерений в условиях, характеризуемых набором влияющих величин. И тогда в состав средств калибровки необходимо включать испытательное оборудование, воспроизводящее эти условия с требуемой точностью» [12].

Во-вторых, характеристика положения диаграммы калибровки должна быть решением задачи структурно-параметрической идентификации калибровочной функции одного или нескольких аргументов, связанной с различного рода *статистическими предположениями*. Характеристика же рассеяния диаграммы калибровки требует решения задачи *статистической проверки гипотез* о виде распределения вероятностей случайной составляющей отклонений от калибровочной функции и построения её свёртки (композиции) с ненаблюдаемыми составляющими погрешностей измерений и неадекватности. Причём погрешности неадекватности могут быть оценены при решении обеих задач методом совместных измерений с использованием схемы перекрёстного наблюдения.

В-третьих, измерения при калибровке СИ оказываются неравноточными из-за неаддитивного характера погрешностей

калибраторов, зависящих от значения воспроизводимых величин.

В-четвёртых, в ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий» требуется **объективно** оценивать риски статистических предположений, ложноположительных и ложноотрицательных решений. Поэтому для устранения казуса поспешно был принят ГОСТ Р 58771-2019 «Менеджмент риска. Технологии оценки риска», в котором недостатки концепции неопределённости измерения, указанные ГОСТ Р ИСО/МЭК 31010-2011 «Менеджмент риска. Методы оценки риска» переименованы в ограничения, а утверждения о неприменимости для расчётов риска подхода Байеса и метода Монте-Карло исключены.

Но это только подчеркнуло критичность ситуации, так как статистической проверки гипотез ни в Руководстве [1], ни в проектах ревизии GUM нет.

Более того, введение термина *дефинициальная* (дефинитная) *неопределённость* VIM3-2007 и РМГ 29-2013 завело решение проблемы неадекватности в тупик «при любом измерении данной величины»:

5.44 дефинициальная неопределённость: Составляющая неопределённости измерений, являющаяся результатом ограниченной детализации в определении измеряемой величины.

Примечание 1. Дефинициальная неопределённость есть практический минимум неопределённости измерений при любом измерении данной величины.

Примечание 2. Любое изменение детализации в определении величины ведет к другой дефинициальной неопределённости.

Ведь *детализация* и требует статистической проверки гипотез о структуре и параметрах так называемого уравнения измерений.

Проблема нормы доверительной вероятности. Согласно ГОСТ 8.061-80 «ГСИ. Поверочные схемы. Содержание и построение»:

2.9.2. Погрешности образцовых средств измерений следует характеризовать пределом допускаемой погрешности ... либо доверительной погрешностью ... при соответствующей доверительной вероятности. Для каждой поверочной схемы доверительную вероятность принимают единой и выбирают из ряда: 0,90; 0,95; 0,99.

2.9.3. Метрологические характеристики рабочих средств измерений должны соответствовать требованиям ГОСТ 8.009-84. Погрешности рабочих средств измерений следует характеризовать пределом допускаемой погрешности средств измерений.

Для симметричных границ этот предел обозначают символом Δ_p .

В ГОСТ 8.009-84 «ГСИ. Нормируемые метрологические характеристики средств измерений» словом «можно» опростетчиво определено:

3.17. Допускаемые пределы ... представляют собой границы интервала, в котором значение характеристики ... экземпляра средств измерений ... должно находиться с вероятностью P , равной единице. Вероятность $P=1$ является справочной характеристикой, которую при испытаниях и поверке средств измерений можно отдельно не контролировать.

Вот эту вероятность и не контролируют вообще.

В МИ 1317-2004 «ГСИ. Результаты и характеристики погрешности измерений. Формы представления. Способы использования при испытаниях образцов продукции и контроле их параметров» (Примечание 4 к табл. 1) указано:

Пределы допускаемых значений характеристик погрешности определяют интервал, в котором находится данная характеристика, т. е. они соответствуют вероятности нахождения характеристики в данном интервале, равной единице.

В то же время в РМГ 29-2013 приведены определения:

5.22 доверительные границы (погрешности измерения): Верхняя и нижняя границы интервала, внутри которого с заданной вероятностью находится значение погрешности измерений.

Примечание 1. Доверительные границы при вероятности, равной 1, называют *границами погрешности*.

Примечание 2. Доверительные границы погрешности иногда неправильно называют *доверительная погрешность*.

9.1 единство измерений; ЕИ: состояние измерений, при котором их результаты выражены в узаконенных единицах величин или в значениях по установленным шкалам измерений, а показатели точности измерений не выходят за установленные границы.

Если в п. 13.1 РМГ 29-99 «ГСИ. Метрология. Основные термины и определения» *пределы* заменить *границами*, станет заметным отсутствие в определении п. 9.1 РМГ 29-2013 неотъемлемого компонента требований единства измерений – доверительной вероятности:

13.1 Единство измерений (*en* traceability) – состояние измерений, характеризующееся тем, что их результаты выражают в узаконенных единицах физических величин, размеры которых в установленных *пределах* равны размерам единиц, воспроизводимых первичными эталонами, а погрешности результатов измерений известны и с заданной вероятностью не выходят за установленные *пределы*.

Эта заданная вероятность – норма, требование и к достоверности результатов поверки, и к ширине диаграммы калибровки СИ.

Но, с другой стороны, можно ли не выйти за установленные **пределы** с заданной вероятностью?

В итоге возникает вопрос о возможности распространения результатов поверки и калибровки СИ в нормальных условиях на рабочие условия измерений – «проблема 35 %»

ГОСТ 8.395-80 «ГСИ. Нормальные условия при поверке средств измерений». Ведь почему бы тогда не ввести коэффициент сужения границ контрольного допуска 0,35? С этой точки зрения калибровка СИ в нормальных условиях бессмысленна, необходимо воспроизводить рабочие условия. Однако этот вопрос – частный случай более широкой постановки задачи.

Калибровка СИ для заданных условий. Определяющей метрологической характеристикой любого СИ является функция погрешности $\Delta(x, x_1, x_2, \dots, x_W)$, описываемая в общем случае многомерным распределением вероятностей возможных значений его погрешности в диапазонах измерения величины X и изменений влияющих величин $X_1, X_2, \dots, X_W$. Почти зеркальной метрологической характеристикой СИ является функция поправок $\nabla(y, x_1, x_2, \dots, x_W)$ как многомерное распределение возможных значений поправок в диапазонах его показаний Y и изменений влияющих величин $X_1, X_2, \dots, X_W$. Обе функции имеют две характеристики – положения и рассеяния.

В нормальных условиях согласно ГОСТ 8.395-80 «ГСИ. Нормальные условия измерений при поверке» функции погрешности и поправок полагают функциями только измеряемой величины и показаний СИ соответственно. В ходе испытаний СИ обе эти функции подвергаются выборочному определению в точках плана измерений, причём их наблюдаемые составляющие – разности показаний эталона и СИ – отличаются в статистическом представлении только знаком и образуют случайную составляющую. В то же время систематическая составляющая этих функций, как правило, оцениваемая методами регрессионного анализа по случайной составляющей, играет ведущую роль при формировании плана измерений в методиках поверки и калибровки СИ.

План измерений в методиках поверки/калибровки устанавливает число M и размещение по шкале СИ поверочных/калибровочных точек, а также число n и порядок измерений в каждой из них.

В методиках поверки СИ качество плана измерений или дополнительную составляющую погрешности, возникающую за счёт дрейфа или смещения непрерывной нормализованной функции $\delta'(x) = \Delta_{OS}(x)$ систематической составляющей основной погрешности в диапазоне измерений СИ относительно фиксированных поверочных точек, характеризует параметр Ω_p . В МИ 187-86 «МУ ГСИ. Средства измерений. Критерии достоверности и параметры методик поверки» этот параметр определяется как допускаемая «при выборе числа M разность наибольшего модуля непрерывной нормализованной функции $\delta'(x)$ и его значения в соседствующей поверочной точке». Согласно МИ 188-86 «МУ ГСИ. Средства измерений. Установление значений параметров методик поверки» принято считать, что для многих СИ в диапазоне измерений систематическая составляющая функции погрешности $\Delta_S(x)$ (характеристика положения) делает не более одного или двух полных колебаний и описывается тригонометрическим или степенным полиномом не выше 3-й степени. Тогда разность Ω между максимумами функции $\Delta_S(x) = |\Delta_S(x)|/\Delta_p$ и её значениями в соседствующих поверочных точках должна удовлетворять условию $\Omega \leq \Omega_p \sim 0,05 \dots 0,10$.

При существующих в настоящее время способах выбора поверочных точек их число $M \leq 5 \dots 6$.

При $\Delta_S(x) = a_0 + a_1 x$ план измерений должен быть равномерным, в остальных случаях поверочные точки выбирают в экстремумах функции $\Delta_S(x)$ и в точках разрыва, «разладок». Минимально необходимое число поверочных точек в случае непрерывности нормализованной функции систематической составляющей основной погрешности $\Delta_S(x)$, указанной в МИ 187-86, равно числу параметров математической модели $\Delta_S(x)$ плюс единица, что соответствует условию схемы перекрёстного наблюдения погрешности неадекватности согласно Р 50.2.004-2000. При «разладках» $\Delta_S(x)$ число поверочных точек увеличивают.

Параметр Ω_p достаточно было бы учитывать при разработке методики поверки. Но нельзя исключить технологический разброс характеристик СИ одного типа, их дрейф в ходе эксплуатации и испытаний, погрешности неадекватности математической модели $\Delta_S(x)$ и распределения вероятностей отклонений от неё. Более того, практика показала, что дополнительные погрешности, связанные с параметром Ω_p , сопоставимы с погрешностями поверки и требуют статистического контроля [13], что характерно и для систематической составляющей функции поправок.

Таким образом, наиболее важными этапами решения задачи калибровки СИ для заданных условий являются формулировка измерительной задачи согласно Р 50.2.004-2000, МИ 1317-2004 и МИ 2916-2005 «ГСИ. Идентификация распределений вероятностей при решении измерительных задач» и выбор испытательного оборудования.

Формулировка задачи должна содержать математическую модель калибровочной кривой, структурированную двоичным кодом для перебора вариантов (детализации), и набор усечённых распределений для формирования границ диаграммы калибровки.

В этом отношении показательным примером является используемая для калибровки с 1998 г. программа «ММК-стат М»,

Таблица 1

Протокол испытаний СБКИ

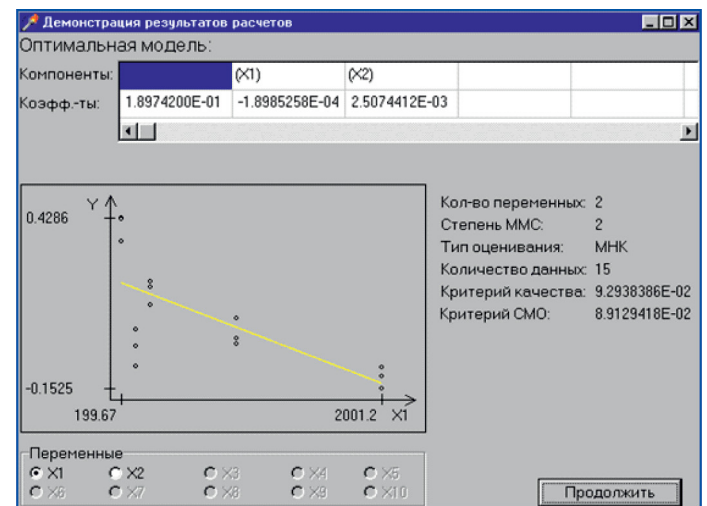
X_n , ПФ	X_a , ПФ	$\theta_C(X_n)$, ПФ	X_1 , ПФ	Δ , ПФ	$\Delta_p(X_n)$, ПФ	X_2 , °С	θ_T , °С
200	200,01	0,10	199,73	-0,28	0,8	5	0,2
300	299,95	0,15	300,04	0,09	1,2	5	0,2
400	399,91	0,20	399,71	-0,21	1,6	5	0,2
1000	999,50	0,50	999,5	0	4,0	5	0,2
2000	1999,98	0,100	2001,2	1,22	8,0	5	0,2
200	200,01	0,10	199,71	-0,30	0,7	22	0,2
300	299,95	0,15	299,94	-0,01	1,05	22	0,2
400	399,91	0,20	399,64	-0,27	1,4	22	0,2
1000	999,50	0,50	999,44	-0,06	3,5	22	0,2
2000	1999,98	0,100	2000,76	0,78	7,0	22	0,2
200	200,01	0,10	199,67	-0,34	0,8	40	0,2
300	299,95	0,15	299,89	-0,06	1,2	40	0,2
400	399,91	0,20	399,57	-0,34	1,6	40	0,2
1000	999,50	0,50	999,16	-0,34	4,0	40	0,2
2000	1999,98	0,100	2000,61	0,63	8,0	40	0,2

рекомендованная Р 50.2.004-2000. Программа обеспечивает идентификацию систематической составляющей функции поправок (характеристики положения) с двоичным кодом структуры $\vartheta = \vartheta_{000} \vartheta_{100} \vartheta_{010} \dots \vartheta_{mij} \dots \vartheta_{KKK}$:

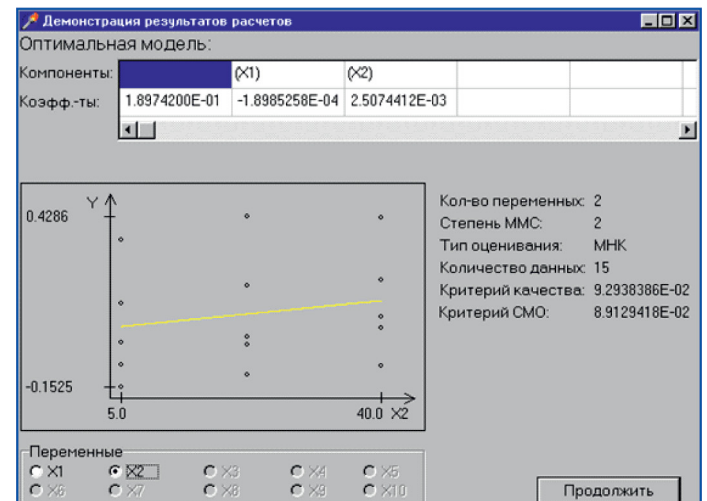
$$\tilde{\nabla}_{\vartheta}(x_1, x_1, \dots, x_M) = \sum_{i=0}^I \sum_{j=0}^J \dots \sum_{m=0}^M \vartheta_{ijm} \theta_{ijm} x_1^i x_1^j \dots x_M^m, \\ \max\{I, J, M\} \leq K,$$

где K задаёт модель максимальной сложности, а разность среднего модуля погрешности неадекватности (СМПН) и среднего абсолютного отклонения (САО) наблюдаемой составляющей поправок – её смещение Ω_p .

В принципе, модель может быть любой, необходимо только оценить погрешности её неадекватности для характеристики



а



б

Программа «ММК-стат М»: проекции $Y'(X_1, X_2)$ на плоскости $\{Y, X_1\}$ и $\{Y, X_2\}$ – соответственно а и б

The program "MMK-stat M": projection $Y'(X_1, X_2)$ in the plane $\{Y, X_1\}$ and $\{Y, X_2\}$ – respectively a and b

Таблица 2

Данные идентификации систематической составляющей функции поправок

X_1 , пФ	X_2 , °C	∇ , пФ	∇'	$Y'(\Theta; X_1, X_2)$	$\nabla' - Y'(\Theta; X_1, X_2)$
199,73	5	0,28	0,35	0,1643599502	0,1856400498
300,04	5	-0,09	-0,075	0,1453158379	-0,2203158379
399,71	5	0,21	0,13125	0,1263932312	-1,393231248·10 ⁻³
999,50	5	0	0	0,01252155229	-0,01252155229
2001,20	5	-1,22	-0,1525	-0,1776537771	0,0251537771
199,71	22	0,30	0,4285714286	0,2069902476	0,2215811809
299,94	22	0,01	0,009523809524	0,1879613236	-0,178437514
399,64	22	0,27	0,1928571429	0,1690330213	0,02382412153
999,44	22	0,06	0,01714285714	0,05515944384	-0,0380165867
2000,76	22	-0,78	-0,1114285714	-0,1349437416	0,02351517013
199,67	40	0,34	0,425	0,2521317834	0,1728682166
299,89	40	0,06	0,05	0,2331047578	-0,1831047578
399,57	40	0,34	0,2125	0,2141802526	-1,680252609·10 ⁻³
999,16	40	0,34	0,085	0,1003465442	-0,01534654417
2000,61	40	-0,63	-0,07875	-0,08978132207	0,01103132207

положения в схеме перекрёстного наблюдения, а для характеристики рассеяния – использовать контурные оценки, и согласно государственной поверочной схеме установить норму доверительной вероятности.

Наиболее простым способом формирования расширенного плана измерений для определительных испытаний в заданных условиях является введение промежуточных точек калибровки. Кроме того, в этих условиях появляется возможность при апробации методики поверки проконтролировать правильность выбора её параметров, для чего выполняется так называемая «расширенная поверка» [14]. Для калибровки СИ можно использовать и данные испытаний СИ в целях утверждения типа, поскольку при этих испытаниях определяется зависимость метрологических характеристик СИ от различных влияющих величин.

Для идентификации границ диаграммы калибровки по программам типа «ММИ-поверка» и «ММК-калибровка» на основе усечённых распределений вероятностей по данным определительных испытаний с учетом неравноточности измерений требуется их предварительная нормализация согласно МИ 187-86, МИ 1317-2004 и МИ 2916-2005. Тогда результат калибровки может быть получен по нормирующим значениям.

Пример калибровки для заданных условий. Запуск 5 декабря 2010 г. с космодрома Байконур ракеты-носителя «Протон-М» с разгонным блоком ДМ-03 и тремя навигационными спутниками «Глонасс-М» завершился аварией. Ракета, разгонный блок и спутники упали в Тихий океан. Все системы ракеты-носителя отработали штатно, а спутники были утрачены потому, что в разгонный блок из-за ошибки в формуле расчёта конструкторской документации залили 1,5 тонны лишнего топлива.

Запуск 20 февраля 2020 г. спутника связи «Меридиан-М» едва не закончился аварией из-за того, что двигатель третьей

ступени ракеты-носителя «Союз-2.1а», стартовавшей с космодрома Плесецк, недоработал несколько секунд. Аварии предотвратил разгонный блок «Фрегат», который благодаря интеллектуальной системе управления и запасам топлива компенсировал недовыведение. При заправке фиксировался сигнал о недоливе топлива, но специалисты пришли к выводу, что это является следствием сбоя в программном обеспечении.

Для иллюстрации методики калибровки выбраны субблоки контрольно-измерительные (СБКИ), предназначенные для измерения электрической ёмкости датчиков уровня заправки. В табл. 1 приведены данные испытаний СБКИ в 2016 г. в климатической камере МНУ-СНСА при измерении ёмкости образцовых мер Р597 согласно «Субблоки контрольно-измерительные. Описание типа № 64452-16», РТ-ПИ-3173-551-2016 «Субблоки контрольно-измерительные. Программа испытаний в целях утверждения типа» и «Меры ёмкости образцовые Р597. Описание типа № 2684-70». В табл. 1 использованы следующие обозначения:

X_H , X_a – номинальное и аттестованное значения мер ёмкости; X_1 – показания СБКИ; X_2 – температура в климатической камере; $\Delta = X_1 - X_a$; θ_C , θ_T – границы погрешностей аттестации мер ёмкости C и измерений температуры T ; $\Delta_p(X_H)$ – предел допустимых значений погрешности СБКИ.

Согласно Р 50.2.004-2000 для структурно-параметрической идентификации систематической составляющей нормализованной функции поправок $Y'(\Theta; X_1, X_2)$ по критерию минимума СМПН с помощью алгоритма ММКМНК (ММКМНК – стандартизованное Р 50.2.004-2000 обозначение алгоритма структурно-параметрической идентификации в методе максимума компактности (ММК), объединяющего схему перекрёстного наблюдения погрешности неадекватности и метод наименьших квадратов) была получена следующая оценка (рисунок):

$$Y'(\Theta; X_1, X_2) = \theta_{00} + \theta_{10} X_1 + \theta_{01} X_2 \pm \Omega_p,$$

где $\theta_{00} = 1,8974200 \cdot 10^{-1}$; $\theta_{10} = -1,8985258 \cdot 10^{-4}$; $\theta_{01} = 2,5074412 \cdot 10^{-4}$ (оценки параметров даны в протокольной форме); средний модуль невязки (СМН), смещение характеристики положения как аналог понятия «неисключённая систематическая погрешность» равен

$$\Omega_p = 9,2938386 \cdot 10^{-2} - 8,9129418 \cdot 10^{-2} = 3,808968 \cdot 10^{-3}.$$

В ГОСТ 8.317-80 «ГСИ. Государственный первичный эталон и государственная поверочная схема для средств измерений электрической ёмкости» нормирован предел допускаемых значений погрешности, в ГОСТ 8.061-80 «ГСИ. Поверочные схемы. Содержание и построение» и МИ 1317-2004 ему соответствует доверительная вероятность $P = 1$.

Данные табл. 1 использованы для идентификации диаграммы калибровки СБКИ по свёртке распределений

составляющих погрешности по программе «ММИ-поверка» (табл. 2).

Для наблюдаемой составляющей погрешности калибровки наиболее правдоподобным оказалось равномерное распределение, а контурной нормализованной оценке погрешности неадекватности соответствовал интервал неопределённости $\pm 0,198594$. В целом же трапециевидная свёртка составляющих погрешности калибровки вписалась в интервал нормализованных значений $[-0,331011; +0,318053]$.

Заключение. Проблема калибровки СИ для заданных условий является частью более широкой проблемы разработки, аттестации и апробации методик калибровки. Её решение непосредственно связано с аттестацией испытательного оборудования. Ведь, руководствуясь только ГОСТ Р 8.879-2014, невозможно разработать даже простейшую методику калибровки с использованием вспомогательного оборудования для воспроизведения влияющих величин, которая будет удовлетворять требованиям обеспечения единства измерений, чьим неотъемлемым компонентом является норма доверительной вероятности, установленная государственными поверочными схемами. Решение измерительной задачи калибровки в целом определяет логика статистического вывода для математической модели диаграммы. В противном случае учёт рисков согласно ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 не имеет смысла.

Список литературы

1. Руководство по выражению неопределённости измерения: Пер. с англ. / Науч. ред. проф. В. А. Слаев. СПб.: ВНИИМ им. Д. И. Менделеева, 1999. 134 с.
2. Левин С. Ф. Метрология. Математическая статистика. Легенды и мифы XX-го века: Легенда о неопределённости // Партнеры и конкуренты. 2001. № 1. С. 13–25.
3. Sommer K.-D., Chappell S. E., Kochsiek M. Калибровка и поверка. Две процедуры с сопоставимыми целями и результатами // Главный метролог. 2015. № 5. С. 9–19.
4. Грибов В. В., Иванова Л. Е. Особенности трактовки понятия «калибровка» в нормативно-правовых документах // Молодой ученый. 2016. № 12.3 (116.3). С. 43–45. URL: <https://moluch.ru/archive/116/31840/> (дата обращения: 20.02.2021).
5. Развитие деятельности по калибровке средств измерений. Доклад рабочей группы. М.: РСПП, 2016.
6. Николаева Е. А., Николаев А. В. Способы расчета неопределённости при проведении калибровки средств измерений различными методами // Вестник КузГТУ. 2018. № 2. С. 113–119.
7. Сорокин С. Е. Экспериментальная оценка методик калибровки // Главный метролог. 2019. № 2 (107). С. 52–57.
8. Богданова В. И., Горшков В. Б., Каменских Ю. И., Милокумов В. С., Снегов В. С., Степанов А. А., Халлер Дж. Калибровка весов: проблемы и перспективы // Главный метролог. 2020. № 5. С. 38–47.
9. Левин С. Ф. Математическая теория измерительных задач. Часть 7: Метод прямого измерения // Контрольно-измерительные приборы и системы. 2002, № 6. С. 30–34.

10. Левин С. Ф. Математическая теория измерительных задач. Часть 5. Измерительные задачи статистической идентификации распределений вероятностей значений величин // Контрольно-измерительные приборы и системы. 2001. № 6. С. 29–32.

11. Международный словарь по метрологии. Основные и общие понятия и соответствующие термины, 3-е изд.: Пер. с англ. ВНИИМ им. Д. И. Менделеева, БелГИМ, СПб.: НПО «Профессионал», 2010. 82 с.

12. Левин С. Ф. Измерительная задача калибровки средства измерений // Измерительная техника. 2018. № 6. С. 7–16. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2018-6-7-16>

13. Левин С. Ф. Статистические процедуры контроля при высокоточных измерениях // Контрольно-измерительные приборы и системы. 2018. № 3. С. 8–11.

14. Левин С. Ф. Основная измерительная задача испытаний средств измерений в целях утверждения типа // Контрольно-измерительные приборы и системы. 2018. № 5. С. 32–38.

References

1. Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM), 2nd ed., Geneva, BIMP, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML, 1995.
2. Levin S. F., *Partnery i konkurenty*, 2001, no. 1, pp. 13–25. (In Russ.)
3. Sommer K.-D., Chappell S. E., Kochsiek M., *Glavnyj metrolog*, 2015, no. 5, pp. 9–19. (In Russ.)
4. Gribov V. V., Ivanova L. E., *Molodoj uchenyj*. 2016. № 12.3 (116.3), pp. 43–45 (in Russ.), available at: <https://moluch.ru/archive/116/31840/> (accessed: 20.02.2021).
5. *Razvitie deyatel'nosti po kalibrovke sredstv izmerenij. Doklad rabochej gruppy*, Moscow, RSP Publ., 2016 (in Russ.).
6. Nikolaeva E. A., Nikolaev A. V., *Vestnik KuzGTU*, 2018, no. 2, pp. 113–119. (In Russ.)
7. Sorokin S. E., *Glavnyj metrolog*, 2019, no. 2 (107), pp. 52–57. (In Russ.)
8. Bogdanova V. I., Gorshkov V. B., Kamenskih Yu. I., Mилокумов V. S., Snegov V. S., Stepanov A. A., Haller G., *Glavnyj metrolog*, 2020, no. 5, pp. 38–47. (In Russ.)
9. Levin S. F., *Kontrol'no-izmeritel'nye pribory i sistemy*, 2002, no. 6, pp. 30–34. (In Russ.)
10. Levin S. F., *Kontrol'no-izmeritel'nye pribory i sistemy*, 2001, no. 6, pp. 29–32. (In Russ.)
11. International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM) 3rd edition, available at: https://www.bipm.org/utls/common/documents/jcgm/JCGM_200_2012.pdf (accessed: 10/01/2020).
12. Levin S. F., *Measurement Techniques*, 2018, vol. 61, no. 6, pp. 528–539. <https://doi.org/10.1007/s11018-018-1462-x>
13. Levin S. F., *Kontrol'no-izmeritel'nye pribory i sistemy*, 2018, no. 3, pp. 8–11. (In Russ.)
14. Levin S. F., *Kontrol'no-izmeritel'nye pribory i sistemy*, 2018, no. 5, pp. 32–38. (In Russ.)

Статья поступила в редакцию 11.01.2021; принята к публикации 28.01.2021.

Научная статья

УДК: 621.317

<https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-4-16-21>

Двумерный метод половинного деления для точного измерения параметров синусоидальных или периодических электрических величин

Кирилл Юрьевич Соломенцев^{1✉}, Вячеслав Иванович Лачин², Александр Эдуардович Пасенчук³

^{1, 2, 3} Южно-Российский государственный политехнический университет (НПИ) им. М. И. Платова, г. Новочеркасск, Ростовская обл., Россия

¹sol_kir@mail.ru✉, <http://orcid.org/0000-0001-6844-4490>

²lachinv@mail.ru, <http://orcid.org/0000-0002-7337-229X>

³pasenchuk@mail.ru, <http://orcid.org/0000-0002-3939-1593>

Аннотация. Для построения средств измерений синусоидальных или периодических электрических величин предложено использовать двумерный метод половинного деления. Данные средства измерений применяются при диагностике электроэнергетических объектов. Предложено несколько вариантов двумерного метода половинного деления. Рассмотрен наиболее универсальный вариант, названный методом средних точек. Метод средних точек позволяет измерять гораздо меньшие (порядка сотен микроампер) переменные токи или напряжения, чем с использованием широко распространенных методов, особенно при изменении амплитуды измеряемого сигнала в очень широких пределах (на один-два порядка). Показано, что с помощью метода средних точек можно подавлять синусоидальную или периодическую помеху в измерительном тракте, в частности, измерять малый переменный ток, когда синусоидальная или периодическая помеха на один-два порядка превышает полезный сигнал. По результатам сравнительных испытаний установлено, что устройство измерения тока, реализующее метод средних точек, на порядок чувствительнее используемых в настоящее время высокоточных средств измерений.

Ключевые слова: измерение электрических величин, метод половинного деления, синусоидальный сигнал, комплексная переменная

Для цитирования: Соломенцев К. Ю., Лачин В. И., Пасенчук А. Э. Двумерный метод половинного деления для точного измерения параметров синусоидальных или периодических электрических величин // Измерительная техника. 2021. № 4. С. 16–21. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-4-16-21>

Half division two-dimensional method for simple sinusoidal quantities parameters accurate measurement

Kirill Yu. Solomentsev^{1✉}, Vyacheslav I. Lachin², Aleksandr E. Pasenchuk³

^{1, 2, 3} Platov South-Russian State Polytechnic University (NPI), Novocherkassk, Rostov region, Russia

¹sol_kir@mail.ru✉, <http://orcid.org/0000-0001-6844-4490>

²lachinv@mail.ru, <http://orcid.org/0000-0002-7337-229X>

³pasenchuk@mail.ru, <http://orcid.org/0000-0002-3939-1593>

Abstract. Several variants of half division two-dimensional method are proposed, which is the basis of a fundamentally new approach for constructing measuring instruments for sinusoidal or periodic electrical quantities. These measuring instruments are used in the diagnosis of electric power facilities. The most general variant, called midpoint method, is considered. The proposed midpoint method allows you to measure much smaller than using widespread methods, alternating currents or voltages, especially when changing the amplitude of the measured signal in very wide ranges, by 1–2 orders of magnitude. It is shown that using the midpoint method it is possible to suppress sinusoidal or periodic interference in the measuring path, in particular, to measure small alternating current when sinusoidal or periodic interference is 1–2 orders of magnitude higher than the useful signal. Based on the results of comparative tests, it was found that the current measuring device implementing the midpoint method is an order of magnitude more sensitive than the currently used high-precision measuring instruments.

Keywords: electrical quantities measurement, half division method, sinusoidal signal, complex variable

Введение. Существует большое число методов и средств измерений (СИ) синусоидальных или периодических электрических величин, в частности ряд высокоточных СИ

компенсационного действия [1]. Особое место занимают СИ, используемые для диагностики электроэнергетических объектов [2–5]. Одна из важных задач для таких СИ – измерение

опротivления изоляции, причём как для обесточенных объектов, так и для объектов под напряжением [6, 7]. Во многих случаях контролируемая сеть имеет большую ёмкость относительно земли [8]. Это приводит не только к увеличению длительности переходных процессов, но и к увеличению помех в измерительных цепях [9].

Цель работы – разработка метода половинного деления, который позволяет не только производить необходимые измерения, но и эффективно подавлять синусоидальную или периодическую помеху.

Постановка задачи. При измерении переменного тока или переменного напряжения, а также при подавлении синусоидальной помехи часто применяется компенсационный метод. Для повышения эффективности этого метода разность входного z_0 и компенсирующего z сигналов приходится усиливать с большим коэффициентом (рис. 1).

Предположим, что в процессе измерения $z_0 = \text{const}$. Для упрощения рассмотрения синусоидальных сигналов представим их в виде комплексных чисел. При этом необходимо решить уравнения вида

$$\begin{cases} F(z) = 0; \\ F(z) = K(z - z_0), \end{cases}$$

где K – коэффициент усиления усилителя; z – компенсирующий сигнал в комплексном виде; $z_0 = z_{0m} e^{j\varphi_1}$ – измеряемый сигнал в комплексном виде; z_{0m} – амплитуда измеряемого сигнала; φ_1 – фазовый сдвиг измеряемого сигнала относительно некоторого эталонного или синхронизирующего сигнала.

Требуется определить амплитуду и фазу сигнала z таким образом, чтобы скомпенсировать сигнал z_0 .

В большинстве практических задач в измерительном канале возникают фазовые искажения, т. е. сумматор и усилитель сдвигают фазу сигнала на некоторый угол φ_2 . Зачастую этот угол значителен и заранее неизвестен. Тогда задача сводится к решению уравнения вида

$$\begin{cases} F(z) = 0; \\ F(z) = e^{j\varphi_2} K(z - z_0). \end{cases} \quad (1)$$

Для повышения чувствительности и точности измерения входного сигнала (или для повышения эффективности подавления синусоидальной помехи) необходимо увеличивать коэффициент усиления K усилителя. Если значение K стремится к бесконечности, то усилитель превращается в компаратор. При этом выходной сигнал компаратора будет иметь форму прямоугольных импульсов. Такой сигнал не содержит информацию об амплитуде разностного сигнала $z - z_0$. Но из этого сигнала можно выделить основную гармонику, амплитуда которой будет всегда одной и той же, даже при очень малой разности $z - z_0$. Фазу основной гармоники определить можно, также можно выделить вещественную и мнимую составляющие основной гармоники и определить их знаки.

Требуется подобрать компенсирующий сигнал z , максимально приближённый к измеряемому сигналу z_0 , причём судить о степени их близости можно только анализируя знаки вещественной и мнимой составляющих основной гармоники

выходного сигнала компаратора. Эта задача является двумерной: подбираются амплитуда и фаза компенсирующего сигнала z , а с точки зрения представления в комплексном виде подбираются вещественная $\text{Re}(z)$ и мнимая $\text{Im}(z)$ составляющие z .

Существуют методы оптимизации, которые позволяют найти минимум функции (1), варьируя значения $\text{Re}(z)$, $\text{Im}(z)$, например, методы покоординатного спуска или наискорейшего спуска. Однако данные методы применимы только в случае, если значение функции изменяется от шага к шагу, т. е. необходимо получать разные значения отклика при разных факторах [10, 11]. В рассматриваемом случае информация об амплитуде разностного сигнала $z - z_0$ полностью теряется.

Авторами настоящей статьи предложен метод средних точек, свободный от указанных ограничений.

Метод средних точек. Данный метод предназначен для решения уравнений вида (1).

Введём следующие обозначения четырёх множеств на комплексной плоскости C :

$$C^{++} = \{z \in C : \text{Re}f(z) > 0, \text{Im}f(z) > 0\};$$

$$C^{-+} = \{z \in C : \text{Re}f(z) < 0, \text{Im}f(z) > 0\};$$

$$C^{--} = \{z \in C : \text{Re}f(z) < 0, \text{Im}f(z) < 0\};$$

$$C^{+-} = \{z \in C : \text{Re}f(z) > 0, \text{Im}f(z) < 0\}.$$

Один из возможных вариантов расположения этих множеств приведён на рис. 2, хотя для реализации предложенного метода заранее неизвестно как проходят границы множеств.



Рис. 1. Усилитель У для разностного сигнала

Fig. 1. Difference signal amplifier A

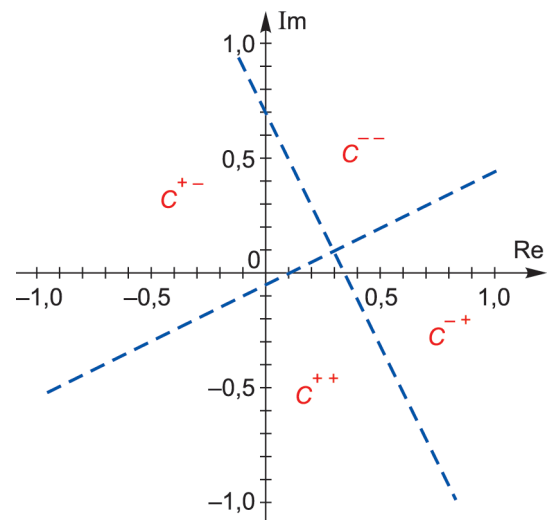


Рис. 2. Один из возможных вариантов расположения множеств

Fig. 2. One possible arrangement of sets

Предположим, что известны четыре точки, каждая из которых принадлежит одному из этих множеств, например, $a^0 \in C^{++}$; $b^0 \in C^{-+}$; $c^0 \in C^{--}$; $d^0 \in C^{+-}$. Другими словами, если значение a^0 подставить в функцию $f(z)$, то вещественная и мнимая составляющие функции будут положительными:

$$\operatorname{Ref}(z) > 0; \operatorname{Imf}(z) > 0.$$

Введём ещё одну точку s^0 , вычисляемую по формуле

$$s^0 = \left(\frac{\operatorname{Re} a^0 + \operatorname{Re} b^0 + \operatorname{Re} c^0 + \operatorname{Re} d^0}{4} \right) + j \left(\frac{\operatorname{Im} a^0 + \operatorname{Im} b^0 + \operatorname{Im} c^0 + \operatorname{Im} d^0}{4} \right).$$

Из пяти точек s^0, a^0, b^0, c^0, d^0 выберем четыре: оставим точку s^0 и отбросим из точек a^0, b^0, c^0, d^0 ту, для которой знаки вещественной и мнимой части $f(z)$ совпадают

со знаками $\operatorname{Ref}(s^0), \operatorname{Imf}(s^0)$ соответственно. Точку s^0 переобозначим как точку, которую отбросили. Случаи, когда $\operatorname{Ref}(s^0) = 0$ и (или) $\operatorname{Imf}(s^0) = 0$ назовём вырожденными и обсудим отдельно. Полученные четыре точки переобозначим как a^1, b^1, c^1, d^1 , что соответствует началу шага 1. Продолжим аналогичным образом. На шаге с номером n определим точку s^n по формуле

$$s^n = \left(\frac{\operatorname{Re} a^n + \operatorname{Re} b^n + \operatorname{Re} c^n + \operatorname{Re} d^n}{4} \right) + j \left(\frac{\operatorname{Im} a^n + \operatorname{Im} b^n + \operatorname{Im} c^n + \operatorname{Im} d^n}{4} \right). \quad (2)$$

Затем из пяти точек s^n, a^n, b^n, c^n, d^n выберем четыре, при этом оставим точку s^n и отбросим из точек a^n, b^n, c^n, d^n ту, для которой знаки вещественной и мнимой частей значения функции $f(z)$ совпадают со знаками $\operatorname{Ref}(s^n), \operatorname{Imf}(s^n)$ соответственно. Точку s^n обозначим так же, как отброшенную точку. Таким образом, на каждом шаге остаются четыре точки, каждая из них принадлежит одному из множеств $C^{++}, C^{-+}, C^{--}, C^{+-}$. В результате получим последовательность $s^0, s^1, \dots, s^n$, которая стягивается к точке z_0 .

Приведённый способ вычисления точки s^n может привести к тому, что четырёхугольник a^n, b^n, c^n, d^n перестанет уменьшаться, т. е. может наступить так называемый «тупик». Выполненные исследования показали, что это может произойти, если один из внутренних углов указанного четырёхугольника станет больше 180° и четырёхугольник перестанет быть выпуклым. Этот недостаток легко устраняется определёнными алгоритмическими приёмами, которые будут рассмотрены при описании алгоритма.

При измерениях синусоидальной величины конечное значение s^n является результатом. При подавлении синусоидальной помехи создаётся компенсирующий синусоидальный сигнал, который подавляет помеху.

Покажем на численном примере как работает предложенный вариант метода половинного деления – метод средних точек, а также покажем схождение метода при решении уравнений вида (1).

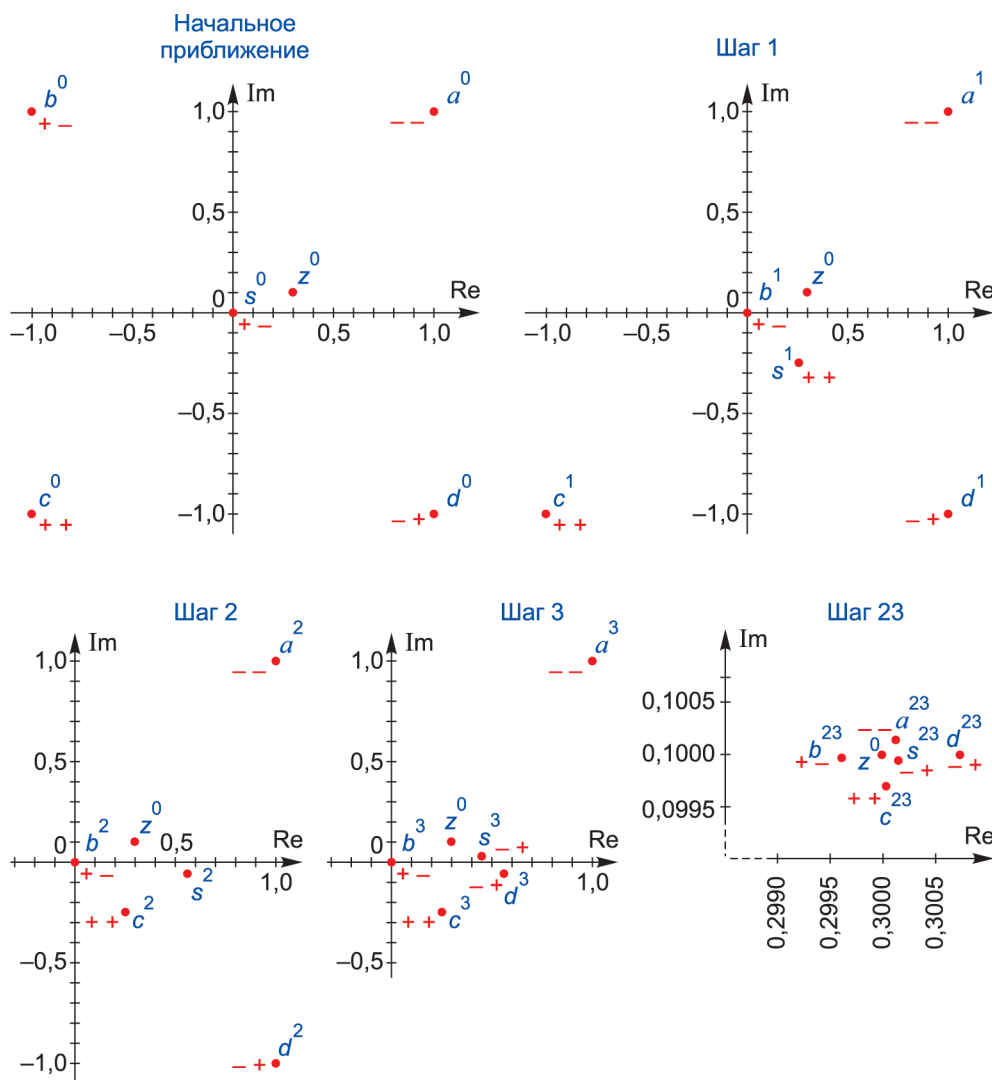


Рис. 3. Несколько шагов метода средних точек

Fig. 3. Several spacings

Численный пример. Пусть измеряемая синусоидальная величина частотой 50 Гц имеет комплексный вид

$$z_0 = 0,3 + j \cdot 0,1$$

и описывается выражением $A \sin(\omega t + \varphi)$, где $A = 0,316$; $\omega = 2\pi \cdot 50$ рад/с; $\varphi = 0,322$ рад. Например, амплитуда измеряемого в какой-либо цепи тока $A = 316$ мА, если ток опережает напряжение на $\varphi = 0,322$ рад. Пусть в измерительном канале имеется фазовый сдвиг $\varphi_2 = 2,6$ рад (другими словами, фаза φ_2 близка к 180°), при этом рассматриваемая функция имеет вид

$$f(z) = [z - (0,3 + j \cdot 0,1)] e^{j \cdot 2,6}.$$

Пусть задано начальное приближение:

$$a^0 = 1 + j \cdot 1; b^0 = -1 + j \cdot 1; c^0 = -1 + j \cdot (-1); d^0 = 1 + j \cdot (-1).$$

Очевидно, что $s^0 = 0 + j \cdot 0$. Определим знаки функции в точке a^0 , для этого подставим a^0 в функцию $f(z)$:

$$f(a^0) = [(1 + j \cdot 1) - (0,3 + j \cdot 0,1)] e^{j \cdot 2,6};$$

$$f(a^0) = -1,064 - j \cdot 0,069.$$

Таким образом, знаками функции, соответствующими a^0 , являются «—». Аналогично определим знаки функции для точек b^0, c^0, d^0, s^0 и получим соответственно «+ —»; «+ +»; «— +»; «+ —». На рис. 3 приведено начальное приближение — точки a^0, b^0, c^0, d^0, s^0 с соответствующими знаками, а также точка z_0 и несколько шагов предложенного метода. Рассмотрим шаг 1. Так как знаки в точке b совпали со знаками в точке s , перенесём точку b на место точки s . Теперь $b^1 = 0 + j \cdot 0$, точки a, c, d остались на своих местах. Определим новое значение точки s :

$$s^1 = \left(\frac{\text{Re} a^1 + \text{Re} b^1 + \text{Re} c^1 + \text{Re} d^1}{4} \right) + j \left(\frac{\text{Im} a^1 + \text{Im} b^1 + \text{Im} c^1 + \text{Im} d^1}{4} \right);$$

$$s^1 = 0,25 + j \cdot (-0,25).$$

Подставим s^1 в функцию $f(z)$ и получим знаки «+ +». Далее выполним некоторое количество шагов до тех пор, пока не будет достигнута заданная точность, то есть размеры четырёхугольника станут меньше заданной погрешности. Из рис. 3 следует, что точки стягиваются к точке решения — точке $z_0 = 0,3 + j \cdot 0,1$. В качестве примера показаны начальное приближение, первые три шага, а также шаг 23, на котором в данном примере итерации заканчиваются.

Измерение переменного тока методом средних точек. Рассмотрим измерения переменного тока с помощью трансформатора тока. В [1] приведена схема такого устройства с трансформатором тока, содержащим входную,

компенсирующую и выходную обмотки. Компенсирующий ток формируется аналоговым способом с применением усилителя, ко входу которого подключена выходная обмотка. Чем выше коэффициент усиления усилителя, тем меньше его входной сигнал, т. е. сигнал на выходной обмотке. Но каким бы большим ни был коэффициент усиления, для работы усилителя требуется некоторое входное переменное напряжение. Это означает, что теоретически не может быть полной компенсации данной схемы, происходит некоторая неполная компенсация, в результате чего на выходной обмотке трансформатора появляется напряжение.

Указанного недостатка лишены способы, в которых анализируется выходное напряжение усилителя и формируется компенсирующий сигнал. Задача сводится к нахождению минимума выходного сигнала усилителя путём варьирования значений $\text{Re}(z), \text{Im}(z)$ компенсирующего тока. При этом можно найти такие значения $\text{Re}(z), \text{Im}(z)$, при которых напряжение на выходе усилителя будет нулевым.

У всех физически реализуемых усилителей ограничен выходной сигнал. Как правило, это связано с ограничением по напряжению питания. Например, не может выйти за пределы ± 12 В выходное напряжение операционного усилителя с напряжением питания ± 15 В. Поэтому при реализации конкретных устройств необходимо искать компромисс: с одной стороны, коэффициент усиления усилителя необходимо повышать для увеличения чувствительности, а с другой стороны, он не должен быть слишком большим, так как усилитель может войти в режим ограничения.

При реализации предложенного метода средних точек компромисс решён в пользу увеличения коэффициента усиления. Более того, усилитель заменён на компаратор K , теоретически имеющий бесконечный коэффициент усиления (рис. 4). Выходные сигналы компаратора имеют вид прямоугольных импульсов. Очевидно, что с точки зрения чувствительности это предельный вариант. В микроконтроллере $МК$ программно реализован блок выделения основной гармоники $БВОГ$, амплитуда которой всегда одинакова. Затем в микроконтроллере анализируются знаки вещественной и мнимой составляющих основной

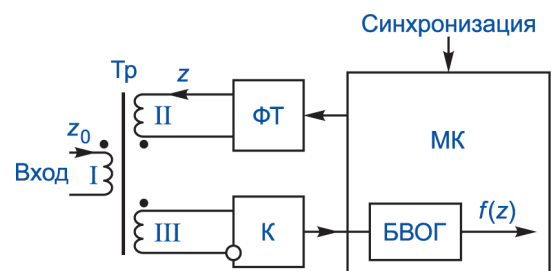


Рис. 4. Схема устройства, реализующего метод средних точек: Tr — трансформатор; ΦT — формирователь тока; $МК$ — микроконтроллер; K — компаратор; $БВОГ$ — блок выделения основной гармоники

Fig. 4. Structure diagram, implementing midpoint method: Tr — transformer; CD — current driver; MC — microcontroller; C — comparator; FHE — fundamental harmonic extractor

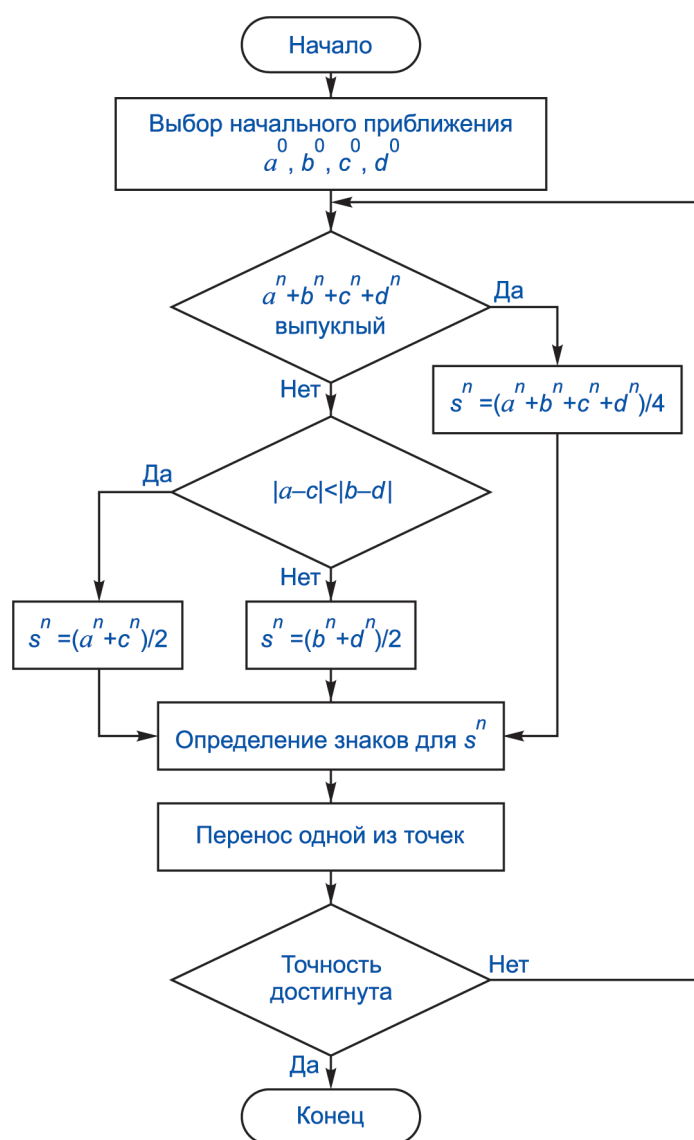


Рис. 5. Алгоритм реализации метода средних точек

Fig. 5. Method implementation algorithm

гармоники, на основе этого анализа осуществляются шаги метода средних точек.

С математической точки зрения количество шагов (или итераций) не ограничено, с каждым шагом погрешность измерения уменьшается. В отличие от одномерного, в двумерном методе половинного деления погрешность уменьшается в два раза не каждый шаг, а каждые два шага. Как показали исследования, может происходить как небольшое (два-три шага) отставание, так и опережение этой зависимости. На каждый шаг требуется не менее одного периода частоты измеряемого сигнала, при частоте 50 Гц это 0,02 с. Так, для погрешности 0,01 % от конца шкалы необходимо 26–28 шагов метода средних точек. При частоте 50 Гц необходимое минимальное время измерений составит $0,02 \cdot 28 = 0,56$ с. При увеличении числа шагов погрешность будет уменьшаться, но до некоторого предела. Погрешность данного устройства

обусловлена, прежде всего, шумами в обмотках трансформатора и на входе компаратора.

Алгоритм метода средних точек. Алгоритм заключается в нахождении новых точек s^n с переносом одной из точек a^n, b^n, c^n, d^n на место точки s^n . Однако существуют возможные комбинации расположения этих точек, при которых четырехугольник a^n, b^n, c^n, d^n перестает уменьшаться. Например, если $d^n = (a^n + b^n + c^n) / 3$, то новая точка s^n будет равна d^n , т. е. четырехугольник остается неизменным. Для обеспечения сходимости предлагается следующий алгоритм. Если четырехугольник a^n, b^n, c^n, d^n выпуклый, то очередная точка s^n вычисляется по формуле (2). Если не выпуклый (один из внутренних углов больше 180°), то очередная точка s^n вычисляется как среднее арифметическое точек a, c или b, d . Алгоритм приведен на рис. 5.

Погрешность, за которую можно принять максимальный размер четырехугольника a^n, b^n, c^n, d^n по горизонтали или по вертикали, уменьшается с каждым шагом. За каждые два шага размеры четырехугольника уменьшаются приблизительно в два раза. Итерационный процесс заканчивается, когда размеры станут меньше заданной погрешности.

Заключение. Как показали практические исследования, двумерный метод половинного деления (по сравнению с известными методами при прочих равных условиях) позволяет измерять очень малые переменные токи или напряжения, а также подавлять синусоидальные или периодические помехи.

По результатам сравнительных испытаний устройства измерения тока, описанного в [1], с устройством, реализующим метод средних точек, установлено, что последнее устройство имеет предел чувствительности около 100 мкА, а устройство [1] – около 1 мА, т. е. предложенное устройство на порядок чувствительнее. Материал сердечника и конструктивные параметры обоих устройств были идентичными, диаметр «окна» 50 мм. Погрешность полученного результата связана с числом шагов метода половинного деления. Каждые два шага уменьшают размеры четырехугольника a^n, b^n, c^n, d^n приблизительно в два раза. Так, для получения погрешности 0,1 % потребуется 22–24 шага, для погрешности 0,01 % – 26–28 шагов.

Список литературы

1. Лейтман В. Б., Шахназаров А. М. Компенсационные измерительные преобразователи электрических величин. М.: Энергия, 1978. 224 с.
2. Clark D., Dongsheng G., Lathi D., Harid N., et. al., *IEEE Transactions on Power Delivery*, 2014, vol. 29, no. 3, pp. 1240–1248.
3. Shafieipour M., Chen Z., Menshov A., De Silva J., Okhmatovski V., *Electric Power Systems Research*, 2018, vol. 162, pp. 37–49. <https://doi.org/10.1016/j.epsr.2018.04.013>
4. Meng J., Wang W., Tang X., Xu X., *Electric Power Systems Research*, 2018, vol. 161, pp. 17–25. <https://doi.org/10.1016/j.epsr.2018.03.024>
5. Yea G., Nijhuis M., Cuka V., Cobben J.F.G., *Electrical Power and Energy Systems*, 2019, vol. 113, pp. 888–896.

6. Lachin V. I., Solomentsev K. Yu., Nguen K. U., Yuphanova A. L., *International Siberian Conference on Control and Communications SIBCON-2015*, Omsk, May 21–23 2015, Omsk, 2015. <https://doi.org/10.1109/SIBCON.2015.7147120>

7. Milioudis A., Andreou G., Labridis D., *International Journal of Electrical Power & Energy Systems*, 2019, vol. 109, pp. 395–402. <https://doi.org/10.1016/j.ijepes.2019.02.018>

8. Jia X., Zhao C., Li B., *Proceedings International Conference on Power System Technology POWERCON'98*, 18–21 August, 1998, China, Beijing, pp. 1168–1172. <https://doi.org/10.1109/ICPST.1998.729269>

9. Lachin V. I., Solomentsev K. Yu., Demidov O. Yu., Microprocessor instrumentation and control systems for power generating objects' parameters, *2nd International Conference on Industrial Engineering, Applications and Manufacturing (ICIEAM)*, Chelyabinsk, Russia, 19–20 May 2016, pp. 1–3. <https://doi.org/10.1109/ICIEAM.2016.7911539>

10. Бахвалов Ю. А., Горбатенко Н. И., Гречихин В. В. Математическое и компьютерное моделирование сложных технических систем: монография. Новочеркасск: Издательство журнала Известия ВУЗов. Электромеханика, 2014. 172 с.

11. Ерусалимский Я. М. Дискретная математика: теория, задачи, приложения. 3-е изд. М.: Вузовская книга, 2000. 280 с.

References

1. Leitman V. B., Shakhnazarov A. M., *Kompensatsionnye izmeritel'nye preobrazovateli elektricheskikh velichin*, Moscow, Energiya Publ., 1978, 224 p. (In Russ.)

2. Clark D., Dongsheng G., Lathi D., Harid N., et. al., *IEEE Transactions on Power Delivery*, 2014, vol. 29, no. 3, pp. 1240–1248.

3. Shafieipour M., Chen Z., Menshov A., De Silva J., Okhmatovski V., *Electric Power Systems Research*, 2018, vol. 162, pp. 37–49. <https://doi.org/10.1016/j.epsr.2018.04.013>

4. Meng J., Wang W., Tang X., Xu X., *Electric Power Systems Research*, 2018, vol. 161, pp. 17–25. <https://doi.org/10.1016/j.epsr.2018.03.024>

5. Yea G., Nijhuisb M., Cuka V., Cobben J.F.G., *Electrical Power and Energy Systems*, 2019, vol. 113, pp. 888–896.

6. Lachin V. I., Solomentsev K. Yu., Nguen K. U., Yuphanova A. L., *International Siberian Conference on Control and Communications SIBCON-2015*, Omsk, May 21–23 2015, Omsk, 2015. <https://doi.org/10.1109/SIBCON.2015.7147120>

7. Milioudis A., Andreou G., Labridis D., *International Journal of Electrical Power & Energy Systems*, 2019, vol. 109, pp. 395–402. <https://doi.org/10.1016/j.ijepes.2019.02.018>

8. Jia X., Zhao C., Li B., *Proceedings International Conference on Power System Technology POWERCON'98*, 18–21 August, 1998, China, Beijing, pp. 1168–1172. <https://doi.org/10.1109/ICPST.1998.729269>

9. Lachin V. I., Solomentsev K. Yu., Demidov O. Yu., Microprocessor instrumentation and control systems for power generating objects' parameters, *2nd International Conference on Industrial Engineering, Applications and Manufacturing (ICIEAM)*, Chelyabinsk, Russia, 19–20 May 2016, pp. 1–3. <https://doi.org/10.1109/ICIEAM.2016.7911539>

10. Bakhvalov Yu. A., Gorbatenko N. I., Grechikhin V. V., *Matematicheskoe i komp'yuternoe modelirovanie slozhnykh tekhnicheskikh system*, Novocherkassk, Izvestiya VUZov. Elektromekhanika Publ., 2014, 172 p. (In Russ.)

11. Erusalimskiy Ya. M., *Diskretnaya matematika: teoriya, zadachi, prilozheniya*, 3rd ed., Moscow, Vuzovskaya kniga Publ., 2000, 280 p. (In Russ.)

Статья поступила в редакцию 03.12.2020; принята к публикации 24.12.2020.

Научная статья

УДК 681.586

<https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-4-22-27>

Полумарковская модель функционирования резервируемых средств измерений с учётом периодичности поверки

Владимир Ильич Мищенко^{1✉}, Александр Николаевич Кравцов², Тимур Фанильевич Мамлеев³

^{1, 2} Военно-космическая академия им. А. Ф. Можайского, Санкт-Петербург, Россия

¹mishtchenko@mail.ru, ²kan1970@bk.ru

³ Главный научный метрологический центр Минобороны России, г. Мытищи, Московская обл., Россия, mamleevtimur@mail.ru

Аннотация. Рассмотрена проблема моделирования процесса функционирования резервируемых средств измерений. На основе полумарковской модели процесса функционирования сложных дублируемых средств измерений обосновано определение периодичности их поверки. Показана актуальность применения теории полумарковских процессов для моделирования функционирования резервируемых технических систем, в том числе средств измерений. Разработана полумарковская модель процесса функционирования средств измерений, позволяющая учесть влияние на надёжность средств измерений следующих факторов: периодичности поверки; обеспеченности средств измерений запасными элементами; уровня безотказности и ремонтпригодности. Найден способ задания полумарковского процесса, корректно и адекватно аппроксимирующего реальный процесс. Показателем эффективности функционирования средств измерений и соответствующей модели выбран коэффициент готовности средств измерений.

Ключевые слова: периодичность поверки, средства измерений, полумарковский процесс, граф состояний, процесс функционирования, вероятность перехода, вероятность отказа

Для цитирования: Мищенко В. И., Кравцов А. Н., Мамлеев Т. Ф. Полумарковская модель функционирования резервируемых средств измерений с учётом периодичности поверки // Измерительная техника. 2021. № 4. С. 22–27. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-4-22-27>

Semi-Markov model of the functioning of redundant measuring instruments, taking into account the frequency of verification

Vladimir I. Mishchenko^{1✉}, Alexander N. Kravtsov², Timur F. Mamleev³

^{1, 2} Mozhaisky Military Space Academy, St. Petersburg, Russia

¹mishtchenko@mail.ru, ²kan1970@bk.ru

³ Main Scientific Metrology Center of the Ministry of Defense of Russia, Mytishchi, Moscow Region, Russia, mamleevtimur@mail.ru

Abstract. The problem of modeling the process of functioning of redundant measuring instruments is considered. On the basis of the developed model, the determination of the frequency of verification of complex duplicated measuring instruments based on the semi-Markov model of the process of their functioning is justified. The relevance of the application of the theory of semi-Markov processes for modeling the functioning of redundant technical systems, including measuring instruments, is shown. A semi-Markov model of the process of functioning of measuring instruments has been developed, which allows us to take into account the influence of the frequency of verification, the provision of measuring instruments with spare elements, as well as the level of reliability and maintainability on the reliability of measuring instruments. A method is found for defining a semi-Markov process that correctly and adequately approximates the real process. The indicator of the effectiveness of the functioning of the measuring instruments and the corresponding model is the availability factor of the measuring instruments.

Keywords: verification periodicity, measuring instruments, semi-Markov process, state graph, operation process, transition probability, failure probability

Введение. Существенную основу метрологического обеспечения работы современных технических систем составляет надёжное функционирование средств измерений (СИ). Надёжное функционирование СИ регламентируют соответствующие стандарты, с помощью которых назначаются основные параметры жизненного цикла СИ и процесса их функционирования при эксплуатации (ГОСТ Р 53791-2010 «Ресурсосбережение. Стадии жизненного цикла изделий производственно-технического

назначения. Общие положения»; ГОСТ 27002-2015 «Надёжность в технике. Термины и определения»). Одна из важнейших задач, возникающих на стадии эксплуатации СИ, – оценка их технического состояния при поверке СИ. Основные характеристики поверки – межповерочный интервал и достоверность поверки, определяемая ошибками 1-го и 2-го рода [1].

Цель статьи – комплексное определение периодичности поверки двукратно резервируемых СИ на основе моделирования

процесса функционирования данных СИ. В соответствии с положениями системного подхода для оценки эффективности сложной технической системы по какой-либо отдельной характеристике (в данном случае по межповерочному интервалу) всегда применяется критерий надсистемы (в данном случае коэффициент готовности системы).

Анализ подходов к моделированию процесса функционирования резервируемых СИ. ГОСТ Р 53791-2010 и ГОСТ Р 27002-2015 ориентированы на модели процесса функционирования СИ, разработанные в конце прошлого века. Данные модели позволяли обосновывать параметры системы функционирования: периодичность поверки; продолжительность поверки; номенклатуру, состав и структуру системы обеспечения комплектов запасных частей, инструментов и принадлежностей (ЗИП); интенсивность функционирования и т. п. Вместе с тем названные модели были ориентированы на функционирование СИ, спроектированных на элементной базе первого, второго и третьего поколений [2].

Современные СИ создаются на основе элементной базы четвертого и пятого поколений. Такие элементные базы характеризуются не только большой степенью микроминиатюризации, но и другими особенностями [3]. Применение современных технологий влияет на возможности резервирования, в том числе кратного, основных подсистем или узлов СИ. Данное резервирование позволяет обеспечивать требуемый уровень безотказности, но одновременно требует по-другому организовывать использование резервируемых СИ. Кроме того, резервирование СИ и их поверка обуславливают необходимость разработки нового методического аппарата обеспечения вышеперечисленных характеристик процесса функционирования в рамках разработанных моделей.

Традиционно [3] моделирование процесса функционирования резервируемых технических систем основывалось на использовании теории марковских случайных процессов. Марковские модели дают возможность обосновать кратность резервирования для обеспечения требуемого уровня безотказности и среднюю продолжительность восстановления. Последний показатель позволяет обосновать требования к системам ЗИП и диагностирования, а также к квалификации обслуживающего персонала.

Одним из путей комплексного обоснования требований к вышеперечисленным параметрам является использование теории полумарковских процессов [1, 2, 4]. Полумарковские модели в отличие от марковских позволяют учесть большее многообразие факторов и, таким образом, обосновать требования к большему числу характеристик процесса функционирования СИ [5–7].

В фундаментальных исследованиях [4, 5] обоснована разработка общих закономерностей теории полумарковских процессов. Кроме того, в прикладных задачах, направленных на решение практических вопросов строительства государства и экономики, отраженных в работах [6–10], также были представлены не только практические, но и фундаментальные элементы теории полумарковских процессов. На базе данных исследований и работ классиков авторы [11–14] обосновали параметры эксплуатации ряда

классов технических систем. Каждый из этих классов имел ряд отличительных особенностей. В то же время и для СИ характерны особенности функционирования, связанные с метрологическими моментами их использования. Это обусловлено и обеспечением единства измерений, и особенностями обеспечения метрологической надёжности, и особенностями эксплуатации СИ. Возможности микроминиатюризации, сокращения потребления энергии, а также кратного резервирования узлов и подсистем современных СИ привели к изменению требований к их эксплуатационным характеристикам.

Анализ уровня метрологической надёжности современных СИ показывает, что даже простое дублирование основных систем уже накладывает необходимость комплексного учёта эксплуатационных факторов, так как результирующее свойство «безотказность» обуславливается своевременностью выполнения поверки, обеспеченностью ЗИП и остальными вышеперечисленными факторами.

Полумарковская модель резервируемых СИ. Предложена модель процесса функционирования резервируемого СИ на базе теории полумарковских случайных процессов.

Разработаем модель процесса функционирования СИ, все элементы которого дублированы, для каждого элемента в ЗИП есть аналогичный элемент. В рассматриваемом СИ два канала функционируют параллельно.

Обнаружение отказов СИ происходит только во время поверки. Ошибки в определении технического состояния СИ отсутствуют. Элементы, находящиеся на хранении в ЗИП, не отказывают.

В процессе функционирования СИ могут возникнуть следующие ситуации.

1. До начала поверки с вероятностью $(1-R)^2$ (где R – вероятность отказа одного канала СИ) ни основной, ни резервный каналы не отказали. После выполнения поверки со средней продолжительностью T_k и с периодом $T_{пов}$ СИ продолжили использовать по назначению.

2. До начала поверки с вероятностью $2R(1-R)$ либо основной, либо резервный каналы отказали. Если с вероятностью $(1-P_{ЗИП})$ предположили, что в ЗИП есть запасной элемент, то в результате поверки отказавший канал (точнее его отказавший элемент) обнаружили и восстановили с помощью запасного элемента в ЗИП. Если с вероятностью $P_{ЗИП}$ предположили, что запасной элемент в ЗИП отсутствует (израсходован ранее), то соответствующий канал восстановили за счёт экстренной доставки элемента с завода-изготовителя, либо из ЗИП соседнего подразделения в течение среднего времени восстановления $T_{в}$. После этого СИ продолжили использовать по назначению.

3. В течение периода поверки $T_{пов}$ с вероятностью R^2 отказали и основной, и резервный каналы. После выполнения поверки один из каналов восстановлен либо в предположении, что соответствующий элемент в ЗИП не был израсходован с вероятностью $(1-P_{ЗИП})$, либо через экстренную доставку при отсутствии элемента в ЗИП с вероятностью $P_{ЗИП}$. Далее СИ функционирует по назначению до следующей поверки, если не происходило с вероятностью $(1-R)$ его отказа.

Если до начала поверки с вероятностью R отказ восстановленного канала всё же происходил, то его восстанавливали за счёт экстренной доставки запасного элемента.

Представленный выше процесс опишем с помощью теории полумарковских случайных процессов [8, 9].

Для задания полумарковского процесса достаточно иметь конечное множество возможных состояний объекта исследования ($E = \{1, 2, \dots, r\}$, где r – действительное число); множество функций распределения $F_{ij}(t) = P(0 \leq \varepsilon_{ij} < t)$ случайного времени пребывания ε_{ij} (где $\{i, j\} \in E$) в каждом из состояний на очередном интервале между поверками $T_{\text{пов}}$ (где $t \in [0, T_{\text{пов}}]$); стохастическую матрицу $W = \{w_{ij}\}$ (где $\{i, j\} \in E$) вероятностей переходов вложенной в полумарковский процесс марковской цепи за один шаг.

Множество возможных состояний процесса включает:

E_1 – СИ исправно (исходное состояние полумарковских процессов);

E_2 – отказали основной и резервный каналы СИ, и оно находится в этом состоянии до начала поверки;

E_3 – СИ поверяется при условии, что оно к началу проведения проверки работоспособно;

E_4 – СИ используется по назначению, когда после отказа основного и резервного каналов один из них был восстановлен с помощью ЗИП;

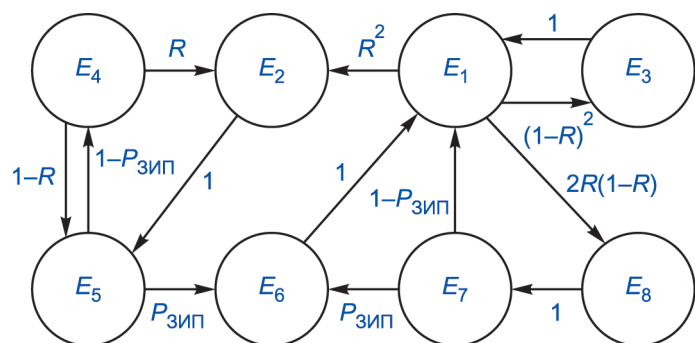
E_5 – СИ поверяется в случае отказа и основного, и резервного каналов;

E_6 – СИ восстанавливается за счёт экстренной доставки отказавшего элемента с завода-изготовителя или из ЗИП соседнего подразделения;

E_7 – СИ поверяется, когда отказал один из каналов (или основной, или резервный);

E_8 – СИ находится в состоянии, когда до начала поверки отказал один из каналов (или основной, или резервный).

Граф описанного выше процесса представлен на рисунке.



Граф полумарковской модели процесса функционирования СИ: $E_1 - E_8$ – состояния СИ в процессе функционирования; R – вероятность отказа одного канала (основного или резервного); $P_{\text{ЗИП}}$ – вероятность отказа ЗИП

Graph of the semi-Markov model of the functioning process of the measuring instruments: $E_1 - E_8$ – states of measuring instruments in the process of functioning; R – the probability of failure of one channel (main or backup); $P_{\text{ЗИП}}$ – probability of failure of spare parts

Матрица W вероятностей перехода марковской цепи, вложенной в полумарковский процесс, имеет вид

$$W = \begin{pmatrix} 0 & R^2(1-R)^2 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2R(1-R) \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1 & 0 & 0 \\ 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & R & 0 & 0 & 1-R & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1-P_{\text{ЗИП}} & 0 & P_{\text{ЗИП}} & 0 \\ 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 1-P_{\text{ЗИП}} & 0 & 0 & 0 & 0 & P_{\text{ЗИП}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}.$$

Для нормального этапа процесса эксплуатации [2, 10, 12] интенсивность отказов совпадает с интенсивностью неисправностей и является константой, и тогда интенсивности возникновения неисправностей СИ и вероятности переходов процесса функционирования СИ из одного состояния в другое также являются константами. Тогда вероятность R отказа СИ в течение периода между поверками определяется по традиционной формуле [9]:

$$R = R(T_{\text{пов}}) = 1 - \exp(-\lambda T_{\text{пов}}),$$

где λ – интенсивность отказов одного из каналов измерений.

В матрице W указана также вероятность $P_{\text{ЗИП}}$, которая соответствует вероятности отказа ЗИП, то есть вероятности того, что после обнаружения отказа при обращении к ЗИП требуемый элемент в ЗИП будет отсутствовать. Вероятность отказа ЗИП рассчитывается по традиционным методикам, приведенным, например, в [10].

Ненулевые компоненты матрицы $F(t)$ имеют вид

$$F_{12}(t) = \begin{cases} 0 & \text{при } t \leq 0, \\ \frac{(1-e^{-\lambda t})^2}{(1-e^{-\lambda T_{\text{пов}}})^2} & \text{при } 0 < t < T_{\text{пов}}, \\ 1 & \text{при } t \geq T_{\text{пов}}; \end{cases}$$

$$F_{18}(t) = \begin{cases} 0 & \text{при } t \leq 0, \\ \frac{e^{-\lambda t}(1-e^{-\lambda t})}{e^{-\lambda T_{\text{пов}}}(1-e^{-\lambda T_{\text{пов}}})} & \text{при } 0 < t < T_{\text{пов}}, \\ 1 & \text{при } t \geq T_{\text{пов}}; \end{cases}$$

$$F_{13}(t) = F_{45}(t) = \begin{cases} 0 & \text{при } t < T_{\text{пов}}, \\ 1 & \text{при } t \geq T_{\text{пов}}; \end{cases}$$

$$F_{25}(t) = \begin{cases} 0 & \text{при } t \leq 0, \\ 1 - \frac{(1-e^{-\lambda t})^2}{(1-e^{-\lambda T_{\text{пов}}})^2} & \text{при } 0 < t < T_{\text{пов}}, \\ 1 & \text{при } t \geq T_{\text{пов}}; \end{cases}$$

$$F_{31}(t) = \begin{cases} 0 & \text{при } t < T_K, \\ 1 & \text{при } t \geq T_K; \end{cases}$$

$$F_{42}(t) = \begin{cases} 0 & \text{при } t \leq 0, \\ \frac{1-e^{-\lambda t}}{1-e^{-\lambda T_{\text{пов}}}} & \text{при } 0 < t \leq T_{\text{пов}}, \\ 1 & \text{при } t > T_{\text{пов}}; \end{cases}$$

$$F_{54}(t) = F_{61}(t) = F_{71}(t) = \begin{cases} 0 & \text{при } t < T_B + T_K, \\ 1 & \text{при } t \geq T_B + T_K; \end{cases}$$

$$F_{56}(t) = F_{76}(t) = \begin{cases} 0 & \text{при } t < T_{\text{Эд}}, \\ 1 & \text{при } t \geq T_{\text{Эд}}; \end{cases}$$

$$F_{87}(t) = \begin{cases} 0 & \text{при } t \leq 0, \\ 1 - \frac{e^{-\lambda t}(1-e^{-\lambda t})}{e^{-\lambda T_{\text{пов}}}(1-e^{-\lambda T_{\text{пов}}})} & \text{при } 0 < t < T_{\text{пов}}, \\ 1 & \text{при } t \geq T_{\text{пов}}, \end{cases}$$

где $T_{\text{Эд}}$ – средняя продолжительность экстренной доставки элемента, требуемого для восстановления работоспособности СИ, когда этот элемент отсутствует в ЗИП.

Необходимо также учитывать, что безотказность СИ зависит от интенсивности его использования. Интенсивность использования СИ зависит от многих факторов. Если ограничиться учётом только двух факторов (времени использования по назначению и времени нахождения в состоянии простоя), то интенсивность отказов можно представить в виде линейной комбинации двух составляющих – использования и хранения [11]:

$$\lambda(t) = K\lambda^m(t) + (1-K)\lambda^{xp}(t);$$

$$K = T_{\text{вкл}}/T_{\text{п}},$$

где λ^m – интенсивность отказов работы под током (под нагрузкой); λ^{xp} – интенсивность отказов при обесточенном состоянии (без нагрузки); K – коэффициент интенсивности использования СИ; $T_{\text{вкл}}$ – наработка СИ по назначению (например, по счётчику моточасов) в течение выбранного периода функционирования $T_{\text{п}}$ (обычно $T_{\text{п}} = 1$ г.) [11].

Стационарное распределение π_j полумарковских процессов определяется соотношением [5, 6]:

$$\pi_j = P_j m_j / \sum_{i=1}^r P_i m_i \quad \text{при } j = \overline{1, r},$$

где P_j – стационарная вероятность пребывания марковской цепи, вложенной в полумарковский процесс, в j -м состоянии; m_j – математическое ожидание продолжительности пребывания СИ в j -м состоянии.

Составляющие вектора-строки $\mathbf{P} = (P_1, P_2, \dots, P_r)$, который является собственным вектором матрицы W , удовлетворяющим

условию нормировки, определяются в результате решения системы линейных уравнений

$$\mathbf{P} = \mathbf{P}W \quad \text{при } \sum_{j=1}^8 P_j = 1, \quad 0 \leq P_j \leq 1, \quad j = \overline{1, 8}.$$

Решения уравнений имеют вид

$$P_1 = \left[\frac{R^2(1-P_{\text{ЗИП}})(2+R)}{2P_{\text{ЗИП}} + R(1-P_{\text{ЗИП}}) - 1} + 2 \left\{ 1 - R \left[1 + R + P_{\text{ЗИП}}(1-R) \right] \right\}^{-1} \right] / U;$$

$$P_2 = \{ R^2 + R^3(1-P_{\text{ЗИП}}) / [2P_{\text{ЗИП}} + R(1-P_{\text{ЗИП}}) - 1] \} / U;$$

$$P_3 = (1-R)^2 / U;$$

$$P_4 = R^2(1-P_{\text{ЗИП}})^2 / \{ [2P_{\text{ЗИП}} + R(1-P_{\text{ЗИП}}) - 1] U \};$$

$$P_5 = R^2(1-P_{\text{ЗИП}}) / \{ [2P_{\text{ЗИП}} + R(1-P_{\text{ЗИП}}) - 1] U \};$$

$$P_6 = \frac{R^2(1-P_{\text{ЗИП}})P_{\text{ЗИП}}}{[2P_{\text{ЗИП}} + R(1-P_{\text{ЗИП}}) - 1]U} + 2R(1-R)P_{\text{ЗИП}}/U;$$

$$P_7 = P_8 = 2R(1-R)/U,$$

где

$$U = \frac{R^2(1-P_{\text{ЗИП}})(2+R)}{2P_{\text{ЗИП}} + R(1-P_{\text{ЗИП}}) - 1} + 2 \{ 1 - R[1 + R + P_{\text{ЗИП}}(1-R)] \}.$$

Математические ожидания продолжительности пребывания СИ в соответствующих состояниях определяются по традиционным формулам [9]:

$$m_j = \int_0^{\infty} [1 - F_j(t)] dt \quad \text{при } j = \overline{1, 8},$$

где $F_j(t)$ – вероятность выхода процесса из состояния j в любое другое состояние процесса, которая в соответствии с теоремами о сложении и умножении вероятностей рассчитывается по формуле

$$F_j(t) = \sum_{i=1}^8 w_{ij} F_{ij}(t) \quad \text{при } j = \overline{1, 8}.$$

После подстановки и преобразований вышеуказанные математические ожидания продолжительности пребывания полумарковского процесса определяются по формулам

$$m_1 = R(2-R)/2\lambda; \quad m_2 = T_{\text{пов}}/R^2 - 1/\lambda;$$

$$m_3 = T_K; \quad m_4 = R/\lambda;$$

$$m_5 = m_7 = T_B + T_K + P_{ЗИП}(T_{ЭД} - T_B - T_K);$$

$$m_6 = T_B + T_K; \quad m_8 = R/[2\lambda(1-R)].$$

При этом коэффициент готовности K_r СИ – вероятность застать объект в работоспособном состоянии в произвольный момент времени – соответствует сумме стационарных вероятностей пребывания полумарковского процесса π_1, π_4, π_8 :

$$K_r = (P_1 m_1 + P_4 m_4 + P_8 m_8) / \sum_{i=1}^8 P_i m_i.$$

Тогда коэффициент готовности выражается как

$$K_r = \frac{4RP_{ЗИП} + 2R^3P_{ЗИП}^2 - 7R^3P_{ЗИП} + 3R^3 + R^2 - 2R}{2\lambda U[2P_{ЗИП} + R(1 - P_{ЗИП}) - 1] \sum_{i=1}^8 m_i P_i}.$$

Таким образом, приведённое соотношение для коэффициента готовности СИ является искомой моделью процесса функционирования дублированной СИ.

Заключение. Разработанная в данном исследовании модель позволяет учесть, как на надёжность двукратно резервируемых СИ влияют периодичность поверки, уровень безотказности и ремонтпригодности, а также обеспеченность ЗИП. С помощью представленной модели можно определить оптимальные значения межповерочных интервалов двукратно резервируемых СИ.

Список литературы

1. Сычев Е. И. Метрологическое обеспечение радиоэлектронной аппаратуры. М.: Татьяна день, 1993. 274 с.
2. Мищенко В. И., Храмов М. Ю. Проблематика эксплуатации сложных технических систем. Санкт-Петербург: Политехника сервис, 2016. 172 с.
3. Раскин Л. Г. Анализ сложных систем и элементы оптимального управления. М.: Сов. радио, 1976. 344 с.
4. Афанасьевский Л. Б., Горин А. Н., Чурсин М. А. Имитационное моделирование полумарковских процессов в системах с дискретными состояниями и непрерывным временем // Вестник ВГУ, сер.: системный анализ и информационные технологии. 2019. № 3. С. 42–52.
5. Каштанов В. А. О структуре функционала накопления, построенного на траекториях полумарковского процесса с конечным множеством состояний. // Теория вероятностей и её применения. 2015. Т. 60. № 2. С. 272–289. <https://doi.org/10.4213/tvp4619>
6. Ларкин Е. В., Привалов А. Н. Параллельные полумарковские процессы в задачах группового управления объектами. // Чебышевский сборник. 2018. Т. 19. № 2 (66). С. 248–258. <https://doi.org/10.22405/2226-8383-2018-19-2-248-258>
7. Каштанов В. А. Стратегия технического обслуживания на основе полумарковских процессов с конечным множеством

состояний. // Надёжность и качество сложных систем. 2013. № 1 (1). С. 41–46.

8. Кравченко В. Ф., Луценко В. И., Масалов С. А., Пустовойт В. И. Анализ нестационарных сигналов и полей с использованием вложенных полумарковских процессов. // Доклады академии наук. 2013. Т. 453. № 2. С. 151–154. <https://doi.org/10.7868/S0869565213320108>

9. Мешалкин В. П., Бояринов Ю. Г. Полумарковские модели процессов функционирования сложных химико-технологических систем. // Теоретические основы химической технологии. 2010. Т. 44. № 2. С. 198–204. <https://doi.org/10.1134/S0040579510020090>

10. Глушко С. И., Бояринов Ю. Г. Полумарковские модели систем с нечеткими параметрами // Программные продукты и системы. 2012. № 2. С. 146–148. <https://doi.org/10.15827/0236-235X>

11. Кузнецов С. В. Математические модели процессов и систем технической эксплуатации авионики как марковские и полумарковские процессы // Научный вестник МГТУ ГА. 2015. № 213 (3). С. 28–33.

12. Козлов А. Ю. Модель полумарковского процесса функционирования мобильной системы видеонаблюдения (с реализацией в Matlab) // Известия высших учебных заведений. Поволжский регион. Технические науки. 2016. № 1 (37). С. 40–55.

13. Колп В. Я., Карташов А. Л., Заморёнов М. В., Ключкин В. Ю. Полумарковская модель структуры технологической ячейки – накопитель // Научно-технические ведомости СПбГПУ. Физико-математические науки. 2016. № 1 (237). С. 16–28. <https://doi.org/10.5862/JPM.237.2>

14. Пашковский А. И. Алгоритмы диагностирования дефектов на основе скрытых полумарковских моделей // Современные проблемы науки и образования: электронный журнал. 2014. № 6. URL: <http://science-education.ru/ru/article/view?id=16495> (дата обращения: 17.03.2021).

15. Тихонов В. И., Миронов М. А. Марковские процессы. М.: Сов. радио, 1977. 488 с.

16. Харламов Б. П. Непрерывные полумарковские процессы. Санкт-Петербург: Наука, 2001. 431 с.

17. Беляев Ю. К., Богатырев В. А., Болотин В. В. и др. Надёжность технических систем. Справочник. / Под ред. И. А. Ушакова. М.: Радио и связь, 1985. 608 с.

18. Быкадоров А. К., Кульбак Л. И., Лавриненко В. Ю. и др. Основы функционирования радиоэлектронной аппаратуры. / Под ред. Лавриненко В. Ю. М.: Высш. шк., 1978. 320 с.

19. Барлоу Р., Прошан Ф. Статистическая теория надёжности и испытания на безотказность: Пер. с англ. М.: Наука, 1984. 327 с.

References

1. Sychev E. I., *Metrologicheskoe obespechenie radioelektronnoy apparatury* [Metrological support of electronic equipment], Moscow, Tatyannin Den Publ., 1993, 274 p. (In Russ.)
2. Mishchenko V. I., Khramov M. Yu., *Problematika ekspluatcii slozhnih tekhnicheskikh system* [Problems of operation of

complex technical systems], St. Petersburg, Polytechnic Service Publ., 2016, 218 p. (In Russ.)

3. Raskin L. G., *Analiz slozhnykh sistem i elementi optimal'nogo upravleniya* [Analysis of complex systems and elements of optimal control], Moscow, Soviet Radio Publ., 1976, 344 p. (In Russ.)

4. Afanasievsky L. B., Gorin A. N., Chursin M. A., *Proceedings of Voronezh State University. Series: Systems analysis and information technologies*, 2019, no. 3. pp. 42–51. (In Russ.)

5. Kashtanov V. A., *Theory Probab. Appl.*, 2015, vol. 60, no. 2, pp. 281–294.

<https://doi.org/10.1137/S0040585X97T987600>

6. Larkin E. V., Privalov A. N., *Chebyshevskii Sbornik*, 2018, vol. 19, no. 2 (66), pp. 248–258. (In Russ.)

<https://doi.org/10.22405/2226-8383-2018-19-2-248-258>

7. Kashtanov V. A., Strategiya tekhnicheskogo obsluzhivaniya na osnove polumarkovskikh processov s konechnym mnozhestvom sostojanij [Maintenance strategy based on semi-Markov processes with a finite set of states], *Reliability and Quality of Complex Systems*, 2013, № 1, pp. 41–46. (In Russ.)

8. Kravchenko V. F., Lutsenko V. I., Masalov S. A., Pustovoit V. I., *Doklady Physics*, 2013, vol. 58, no. 11, pp. 465–468.

<https://doi.org/10.1134/S1028335813110074>

9. Meshalkin V. P., Bojarinov Ju. G., *Theoretical foundations of chemical engineering*, 2010, vol. 44, no. 2, pp. 186–191.

<https://doi.org/10.1134/S0040579510020090>

10. Glushko S. I., Bojarinov Ju. G., *Software and Systems*, 2012, no. 2. pp. 146–148. (In Russ.) <https://doi.org/10.15827/0236-235X>

11. Kuznecov S. V., Mathematical models of processes and systems of technical operation of avionics as Markov and

semi-Markov processes, *Civil Aviation High Technologies*, 2015, no. 213 (3), pp. 28–33. (In Russ.)

12. Kozlov A. Ju., Model of the semi-Markov process of functioning of a mobile video surveillance system (with implementation in Matlab), *University proceedings. Volga region. Technical sciences*, 2016, no. 1 (37), pp. 40–55. (In Russ.)

13. Kopp V. Ya., Kartashov A. L., Zamoryonov M. V., Klyukin V. Yu., *St. Petersburg Polytechnic University Journal. Physics and Mathematics*, 2016, no. 1 (237), pp. 16–26. (In Russ.)

<https://doi.org/10.5862/JPM.237.2>

14. Pashkovskij A. I., *Sovremennye problemy nauki i obrazovaniya*, 2014, no. 6, available at: <http://science-education.ru/ru/article/view?id=16495> (accessed: 17.03.2021).

15. Tikhonov V. I., Mironov M. A., *Markovskie processy* [Markov processes], Moscow, Soviet Radio Publ., 1977, 488 p. (In Russ.)

16. Kharlamov B. P., *Neprevyaynye polumarkovskie processy* [Continuous semi-Markov processes], St. Petersburg, Science Publ., 2001, 431 p. (In Russ.)

17. Belyaev Yu. K., Bogatyrev V. A., Bolotin V. V., et al., *Nadyozhnost' tekhnicheskikh sistem. [Reliability of technical systems]*, ed. I. A. Ushakov, Moscow, Radio and communications Publ., 1985, 608 p. (In Russ.)

18. Bykadorov A. K., Kul'bak L. I., Lavrinenko V. Yu. et al., *Osnovy funkcionirovaniya radioelektronnoy apparatury* [Fundamentals of the functioning of electronic equipment], ed. V. Ju. Lavrinenko, Moscow, Hight School Publ., 1978, 320 p. (In Russ.)

19. Richard E. Barlow, Frank Proschan, *Statistical theory of reliability and life testing: probability models*, Holt, Rinehart and Winston, 1975.

Статья поступила в редакцию 03.12.2020; принята к публикации 04.12.2020.

Оценка эффективности измерений шумов фотосенсоров цифровых камер методами автоматической сегментации неоднородной сцены и стандартным методом EMVA 1288

Николай Николаевич Евтихийев¹, Александр Валерьевич Козлов², Виталий Вячеславович Краснов³, Владислав Геннадьевич Родин⁴, Ростислав Сергеевич Стариков⁵, Павел Аркадьевич Черёмхин⁶✉

^{1, 2, 3, 4, 5, 6} Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, Россия

¹k1121@mail.ru, <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=25927827700>

²vitaly.krasnov@mail.ru, <http://orcid.org/0000-0001-6985-9663>

³AlexKozloVW@yandex.ru

⁴holo_mephi@mail.ru, <http://orcid.org/0000-0003-3667-8262>

⁵rstarikov@mail.ru, <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=6602213431>

⁶cheremhinpavel@mail.ru✉, <http://orcid.org/0000-0003-3556-2663>

Аннотация. Рассмотрена актуальная для современной фототехники задача характеристики используемых цифровых камер – определение их шумовых характеристик. Освещены вопросы ограничения точности данных, получаемых с помощью цифровых камер, связанные с шумом фотосенсоров. Дан сравнительный анализ двух методов характеристики: стандартного метода на основе стандарта Европейской ассоциации машинного зрения EMVA 1288 и оперативного метода на базе автоматической сегментации неоднородной сцены. Исследованы шумовые характеристики фотосенсоров цифровых камер различного назначения: камеры технического зрения PixeLink PL-B781F, камеры для научных исследований Retiga R6 и бытовая камера Canon EOS M100. Проанализированы полученные значения точности, скорости расчётов и реализации методов. Показано, что при оценке временных шумов метод автоматической сегментации неоднородной сцены не уступает по точности стандартному методу и может быть реализован за существенно меньший промежуток времени даже с учётом дополнительных снимков для повышения точности.

Ключевые слова: временной шум, пространственный шум, цифровые камеры, фотосенсоры, дробовый шум, цифровая обработка изображений

Для цитирования: Евтихийев Н. Н., Козлов А. В., Краснов В. В., Родин В. Г., Стариков Р. С., Черёмхин П. А. Оценка эффективности измерений шумов фотосенсоров цифровых камер методами автоматической сегментации неоднородной сцены и стандартным методом EMVA 1288 // Измерительная техника. 2021. № 4. С. 28–35. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-4-28-35>

Estimation of efficiency of measurement of digital camera photosensor noise by automatic segmentation of non-uniform target method and the standard EMVA 1288

Nickolay N. Evtikhiev¹, Alexander V. Kozlov², Vitaly V. Krasnov³, Vladislav G. Rodin⁴, Rostislav S. Starikov⁵, Pavel A. Cheremkhin⁶✉

^{1, 2, 3, 4, 5, 6} National Research Nuclear University "MEPhI" (Moscow Engineering Physics Institute), Moscow, Russia

¹k1121@mail.ru, <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=25927827700>

²vitaly.krasnov@mail.ru, <http://orcid.org/0000-0001-6985-9663>

³AlexKozloVW@yandex.ru

⁴holo_mephi@mail.ru, <http://orcid.org/0000-0003-3667-8262>

⁵rstarikov@mail.ru, <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=6602213431>

⁶cheremhinpavel@mail.ru✉, <http://orcid.org/0000-0003-3556-2663>

Abstract. In this paper important task of estimation of digital camera's noise parameters is considered. Relation of accuracy of data obtained with digital camera and photosensor noise is discussed. Both standard European machine vision association EMVA 1288 and fast automatic segmentation of non-uniform target (ASNT) noise estimation methods are compared. Noise characteristics of machine vision PixeLink PL-B781F, scientific Retiga R6 and amateur mirrorless Canon EOS M100 cameras have been investigated. Accuracy of measurements, speed of calculation and experimental realization has been analyzed. Accuracy of temporal noise estimation by modified ASNT method is no less than that one for standard EMVA 1288. But the ASNT method can be implemented much faster than the standard EMVA 1288 even with additional frames for accuracy improvement.

Keywords: noise, temporal noise, spatial noise, digital cameras, photosensors, shot noise, digital image processing

Введение. В настоящее время цифровые фото- и видеокамеры являются неотъемлемыми и важными элементами измерительной техники и систем контроля и используются в самых различных областях науки и техники: в физике и астрономии [1], биологии [2], медицине [3]. Также камеры находят применение в различных приложениях при изучении рельефа других планет [4], анализе озонового слоя [5], в микроскопии [6], при анализе масел [7], восстановлении 3D-сцен [8], видеограмметрии [9], кодировании [10], измерении микрорельефов [11], распределений полей скоростей воздушных вихрей [12] и др. К актуальным задачам современной фототехники относится характеристика камер. Под характеристикой понимается определение шумовых характеристик камеры: темновой составляющей временного шума, нахождение показателей неоднородности световой (photo response non-uniformity, PRNU) и темновой (dark signal non-uniformity, DSNU) пространственных составляющих шумов, световых временных шумов с построением кривой зависимости временного шума от уровня сигнала и коэффициента пересчёта электронов в цифровые единицы [13]. Большинство производителей не указывает значения некоторых из перечисленных характеристик даже для камер, используемых при научных исследованиях. Однако подбирая камеру для той или иной научной задачи, необходимо знать шумовые характеристики, чтобы уменьшить их влияние на качество изображения путём компьютерной обработки [14].

Применение стандартных и наиболее точных методов характеристики камеры (например метода, указанного в стандарте Европейской ассоциации машинного зрения EMVA 1288 [13]) подразумевает получение серий световых снимков при разных уровнях освещённости и серии темновых кадров. В зависимости от требуемой точности серии снимков могут содержать разное количество кадров (минимально возможное число кадров – 2), при этом кривая зависимости временных шумов по стандарту должна содержать не менее пятидесяти точек, распределённых по всем возможным уровням сигнала фотосенсора. Таким образом, для удовлетворения минимальных требований стандартного метода необходимо выполнить не менее сотни снимков различных равномерных сцен, по которым рассчитать характеристики камеры. Также нельзя исключать необходимость подавления возможных дефектов шейдинга (shading) [15] и виньетирования [16], при игнорировании которых точность результатов заметно падает.

Таким образом, стандартный метод измерения шумовых параметров камер имеет заметный недостаток: большое время реализации. С целью ускорения процессов нахождения шумовых характеристик в работах [17, 18] предложено несколько методов быстрой характеристики камер на основе сегментации регистрируемых сцен (мишеней). Указанные методы позволяют за значительно меньшие временные интервалы (по сравнению со стандартным методом) оценить шумы камер [19]. В зависимости от необходимых времени и точности оценки шума погрешность полученных результатов может соответствовать погрешности стандартного метода или оставаться на приемлемом уровне.

Цель настоящей статьи – сравнительный анализ полученной точности измерения основной составляющей шумов (временных шумов и времени реализации) фотосенсоров камер различного назначения при использовании стандартного метода (EMVA 1288) и метода автоматической сегментации неоднородной сцены (ACHC).

Описание модели шумов. В стандарте EMVA 1288 предложена простая модель классификации и описания шумов фотосенсоров цифровых камер. Все шумы подразделяют на темновые и световые составляющие, подразумевая, что темновые шумы проявляются по большей части при малых уровнях сигнала и описывают случайное рождение электронов и темновые токи. Также шумы подразделяют на временные σ и пространственные. К временным шумам относят флуктуации сигналов в пикселях, вызванные случайными процессами, к пространственным шумам – неоднородности системы регистрации, появляющиеся в результате малых различий элементов системы. Для световой составляющей пространственные шумы – это неоднородность фоточувствительности пикселей (photo response non-uniformity, PRNU), а для темновой составляющей – неоднородность темнового сигнала (dark signal non-uniformity, DSNU). Полный шум на данном уровне сигнала представляют как среднее квадратическое отклонение (СКО) – сумму СКО каждой составляющей шума:

$$\sigma_n = \sqrt{\frac{S}{K} + S^2 PRNU^2 + DSNU^2 + \sigma_{T0}^2 + \mu_{I_{on}} 2^{\frac{T-T_{on}}{T_T}} t_3}, \quad (1)$$

где σ_n – полный шум; S – сигнал в цифровых единицах; K – коэффициент пересчёта генерируемых электронов в цифровые единицы; $PRNU$, $DSNU$ – неоднородности соответственно фоточувствительности пикселей и темнового сигнала; σ_{T0} – темновой временной шум; T_{on} – опорная температура, при которой оценивали шумовые параметры; $\mu_{I_{on}}$ – темновой ток при опорной температуре; T_T – температура, соответствующая удвоению темнового тока; T – действующее значение температуры; t_3 – время экспозиции.

Поскольку световая составляющая временного шума фактически является дробовым фотонным шумом, она аппроксимируется распределением Пуассона [15]. Следовательно, СКО является корнем из сигнала в пикселях, выраженных в числе генерируемых электронов, который связан с сигналом в цифровых единицах через коэффициент пересчёта K , зависящий от динамического диапазона и разрядности аналого-цифрового преобразователя (АЦП). Последний член в формуле (1) описывает зависимость темнового временного шума от температуры и времени экспозиции.

Описание стандартного метода. Стандартный метод характеристики камер подразумевает получение как временных σ , так и пространственных составляющих шумов фотосенсора [13]. Он заключается в регистрации как минимум пятидесяти серий снимков при различных уровнях освещённости, включая минимальный уровень (с закрытой крышкой цифровой камеры). Каждая серия должна состоять из двух или более кадров. После регистрации серий следует процедура определения шумов.

Для расчётов временных шумов на каждом уровне освещённости применяются следующие формулы:

$$\sigma_d^E = \sqrt{\frac{\sum_{m,n} (D_1[m,n] - D_2[m,n])^2}{2MN}}; \quad (2)$$

$$\sigma_l^E = \sqrt{\frac{\sum_{m,n} (L_1[m,n] - L_2[m,n])^2}{2MN}} - (\sigma_d^E)^2, \quad (3)$$

где σ_d^E , σ_l^E – темновой и световой временные шумы соответственно; $D_1[m, n]$, $D_2[m, n]$ – значения сигналов в матрицах двух темновых снимков; $L_1[m, n]$, $L_2[m, n]$ – значения сигналов в матрицах двух световых снимков с одинаковой яркостью; M , N – горизонтальный и вертикальный размеры матрицы сигналов; m , n – номера строк и столбцов соответственно.

Затем строят зависимости временного шума σ от уровня сигнала S , по их аппроксимации находят коэффициент пересчёта K .

Пространственные шумы оценивают на минимальном уровне сигнала для темновой составляющей и на среднем уровне сигнала для световой составляющей по формулам соответственно:

$$DSNU^E = \sqrt{\frac{\sum_{m,n} (D[m,n] - \bar{D})^2}{(MN-1)}} - (\sigma_d^E)^2; \quad (4)$$

$$PRNU^E = \frac{\sqrt{\sum_{m,n} (L[m,n] - \bar{L})^2 / (MN-1) - (\sigma_l^E)^2}}{\bar{L} - \bar{D}}, \quad (5)$$

где $\bar{L}$ – среднее значение сигнала равномерно освещённого светового снимка $L[m, n]$; $\bar{D}$ – среднее значение сигнала темнового снимка $D[m, n]$; σ^E – временные и темновые пространственные шумы.

Стандартный метод обеспечивает высокую точность оценки как временных, так и пространственных шумов, которая может быть существенно увеличена за счёт повышения количества кадров в серии.

Основными недостатками стандартного метода, помимо длительности реализации, являются необходимые дополнительные шаги для получения снимков достаточной однородности, что обычно осложняется эффектами виньетирования [16] и шейдинга (shading) [15], а также неоднородностью используемого светового потока.

Виньетированием называют уменьшение яркости изображения по краям поля зрения вследствие ограничения падения наклонных пучков света оптической системой. Под шейдингом понимают затенение снимка вследствие неравномерности освещения и пыли или грязи на поверхностях линз или самого сенсора. Как виньетирование, так и шейдинг фактически приводят к появлению тёмных участков на изображениях равномерных сцен, что вносит существенную погрешность при проведении экспериментов.

Существует множество [16, 20] различных методов борьбы с подобными дефектами как для цветных, так и для полутоновых снимков, например, метод коррекции изображений. В этом методе с целью компенсации виньетирования и шейдинга корректируется только одна фотография. Суть метода состоит в том, чтобы создать так называемое сглаженное изображение и найти его разность с начальным изображением. Для сглаживания определяют фурье-образ исходного изображения и применяют к нему низкочастотный фильтр с последующим обратным фурье-преобразованием. Таким образом, сглаженное изображение будет содержать гладкие (равномерно меняющиеся по яркости) участки исходного изображения, в которых не будет дефектов после вычитания сглаженного изображения из начального. Для получения скорректированного изображения к разности исходного и сглаженного изображения прибавляют постоянную, при этом затенённые участки высветляются:

$$\hat{A}[m, n] = C[m, n] - \text{LowPass}\{C[m, n]\} + \text{const}, \quad (6)$$

где $\hat{A}[m, n]$ – матрица сигналов скорректированного изображения; $C[m, n]$ – матрица сигналов исходного изображения; $\text{LowPass}\{C[m, n]\}$ – матрица сигналов сглаженного изображения; const – произвольная постоянная.

Постоянная выбирается с учётом желаемого динамического диапазона. Существуют различные виды низкочастотных фильтров, выбор фильтра в каждом конкретном случае индивидуален и зависит от пространственных частот в фурье-области, где условия затенения доминируют.

Описание метода АСНС. Применение этого метода требует всего лишь двух снимков градиентной сцены и позволяет получить всю информацию о временных шумах системы [17]. При этом динамический диапазон сцены должен превышать динамический диапазон камер – так можно получить все возможные уровни сигнала камеры. Процесс реализации метода можно разбить на несколько шагов.

1. Регистрация двух снимков градиентной сцены, удовлетворяющей условию по ширине динамического диапазона $G_1[m, n]$, $G_2[m, n]$.

2. Нахождение матриц средних значений $\bar{G}[m, n]$ и дисперсий $\sigma_G[m, n]$ на основе несмещённой оценки двух кадров:

$$\bar{G}[m, n] = (G_1[m, n] + G_2[m, n]) / 2; \quad (7)$$

$$\sigma_G[m, n] = \sqrt{\frac{2}{i=1} \sum (G_i[m, n] - \bar{G}[m, n])^2}. \quad (8)$$

3. Проведение процедуры сегментации изображения $\bar{G}[m, n]$ на группы пикселей в зависимости от сигнала в них. При этом из матрицы дисперсий $\sigma_G[m, n]$ выбираются соответствующие пиксели для определения средней дисперсии выбранного сигнала.

4. Построение зависимости временного шума от уровня сигнала с использованием всех сегментированных по уровню сигнала групп.

5. Определение коэффициента пересчёта K путём аппроксимации экспериментальной зависимости выражением

$$\sigma^{ASNT}(S) = \sqrt{(\sigma_d^{ASNT})^2 + S/K}, \quad (9)$$

где $\sigma^{ASNT}(S)$ – СКО временного шума; σ_d^{ASNT} – СКО темнового временного шума.

Этот метод обеспечивает быстрое и точное определение временных шумов фотосенсора. Если увеличивать число снимков, то можно повысить точность оценки шумов, а изменяя шаг сегментации можно варьировать время получения оценок. Недостатком данного метода является сложность оценки пространственных шумов вследствие высокой неоднородности сцены. Однако обычно временные шумы фотосенсоров камер в несколько раз больше пространственных [13], поэтому в первом приближении можно использовать для оценок качества снимков и для шумоподавления только временные шумы [17].

Описание экспериментальной установки для измерения временных шумов фотосенсоров камер. В качестве источника равномерного излучения использовался лазер. Для создания однородного лазерного пучка применялись линза (микрообъектив) и диафрагма, а для уменьшения пространственной когерентности излучения – вращающийся матовый рассеиватель. Роль тестового изображения играл градиентный транспарант. Процессом съёмки управлял компьютер. На установке измеряли шумовые характеристики камер различного типа: камеры технического зрения PixeLink PL-B781F, камеры для научных исследований Retiga R6 и бытовой камеры Canon EOS M100. Эффекты шейдинга и виньетирования подавляли в соответствии со стандартом EMVA 1288. Основные технические характеристики исследуемых камер представлены в табл. 1.

Камера PixeLink PL-B781F. Данная камера является КМОП (комплементарная структура металл-оксид-полупроводник) устройством, при съёмке в формате «сырых данных» (RAW-формат) умножает сигнал в каждом пикселе на 64, таким образом формат снимка 16 бит вместо реально существующих 10 бит, а максимальный сигнал увеличивается с 1024 до 65536 цифр. ед. (цифровых единиц). Поэтому для обработки достаточно разделить полученный двумерный массив сигналов (снимок в формате 16 бит) на 64.

Камера Canon EOS M100. Формально разрядность аналого-цифрового преобразователя КМОП камеры

Canon EOS M100 составляет 16 бит. Однако значительная часть сигналов отсутствует в пределах этого динамического диапазона. Так, после сигнала 33 цифр. ед. следует сигнал 36 цифр. ед., а после сигнала 886 цифр. ед. – 894 цифр. ед. Минимальная и максимальная разницы последовательных сигналов составляют 1 и 8 цифр. ед. соответственно; наиболее часто встречается разница 7 цифр. ед. Поэтому для продолжения работы с изображением массив снимка нормировали на число, рассчитанное с учётом разницы между уникальными сигналами и частотой их использования производителями при обработке снимков. Таким образом разрядность изображения в RAW-формате стала 13,5 бит вместо 16 бит, а максимальный сигнал стал равняться

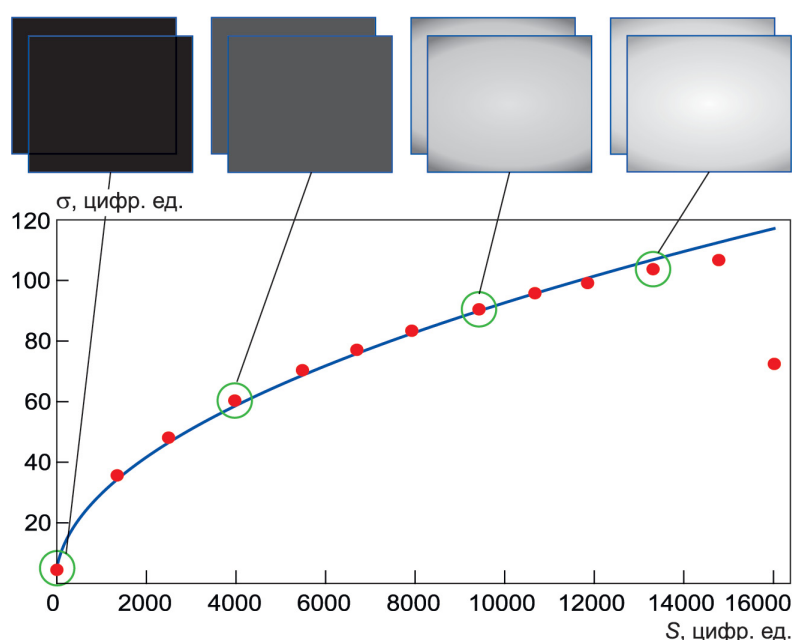


Рис. 1. Результат измерения шумов фотосенсоров камер на основе стандарта EMVA 1288

Fig. 1. Results of measurement of camera photosensor noise by the EMVA Standard 1288

Таблица 1

Технические характеристики исследуемых цифровых камер

Характеристика	PixeLink PL-B781F	Retiga R6	Canon EOS M100
Разрядность АЦП, бит	10	14	13,5
Количество пикселей, млн	6,62	5,91	24,2
Минимальная экспозиция, мс	0,063	0,0006	0,25
Размер пиксела, мкм	3,5×3,5	4,6×4,6	3,7×3,7
Тип сенсора	КМОП*	ПЗС**	КМОП*
Цветность	Монохромная	Монохромная	Цветная
Назначение	Машинное зрение	Научные задачи	Бытовые задачи

* Комплементарная структура металл-оксид-полупроводник.

** Прибор с зарядовой связью.

11732 цифр. ед. вместо 65535 цифр. ед. Так как камера Canon EOS M100 – цветная, то использовались только пиксели, соответствующие одному цветовому каналу.

Камера Retiga R6. Данная ПЗС-камера (ПЗС – прибор с зарядовой связью) является монохромной и предназначена для решения научных задач.

Сравнение результатов измерений методом АСНС и стандартным методом по точности, времени измерений и возможности повышения точности. Для реализации стандартного метода было снято несколько световых и одна темновая серия кадров для каждого из исследуемых

устройств, примеры световых и темновых снимков приведены на рис. 1. С помощью серий снимков, аналогичных показанным на рис. 1, получены значения временного шума. Эти значения и аппроксимированные зависимости временного шума от уровня сигнала представлены на рис. 1 для камеры Retiga R6 и на рис. 2 для камер Pixelink PL-B781F и Canon EOS M100. Зависимости временного шума от уровня сигнала, полученные методом АСНС для двух снимков одной сцены, представлены на рис. 2 для камер Pixelink PL-B781F и Canon EOS M100 и на рис. 3 для камеры Retiga R6.

Результаты измерения временных шумов, а также паспортные данные приведены в табл. 2. Для сравнения точности измерения шумов рассматриваемыми методами рассчитаны погрешности шумовых параметров как СКО по различным сериям измерений для каждой камеры.

Из табл. 2 следует, что данные производителя камер о временных шумах либо полностью отсутствуют, либо представлены не в полной мере, а также, что подавляющее число результатов измерений шумов обоими методами совпадают в пределах погрешности, что свидетельствует о достоверности получаемых результатов. Для обоих методов погрешности коэффициента пересчёта K совпадают по порядку величины, а погрешности измерения темнового временного шума отличаются, что объясняется малым числом пикселей с темновым уровнем сигнала при съёмке

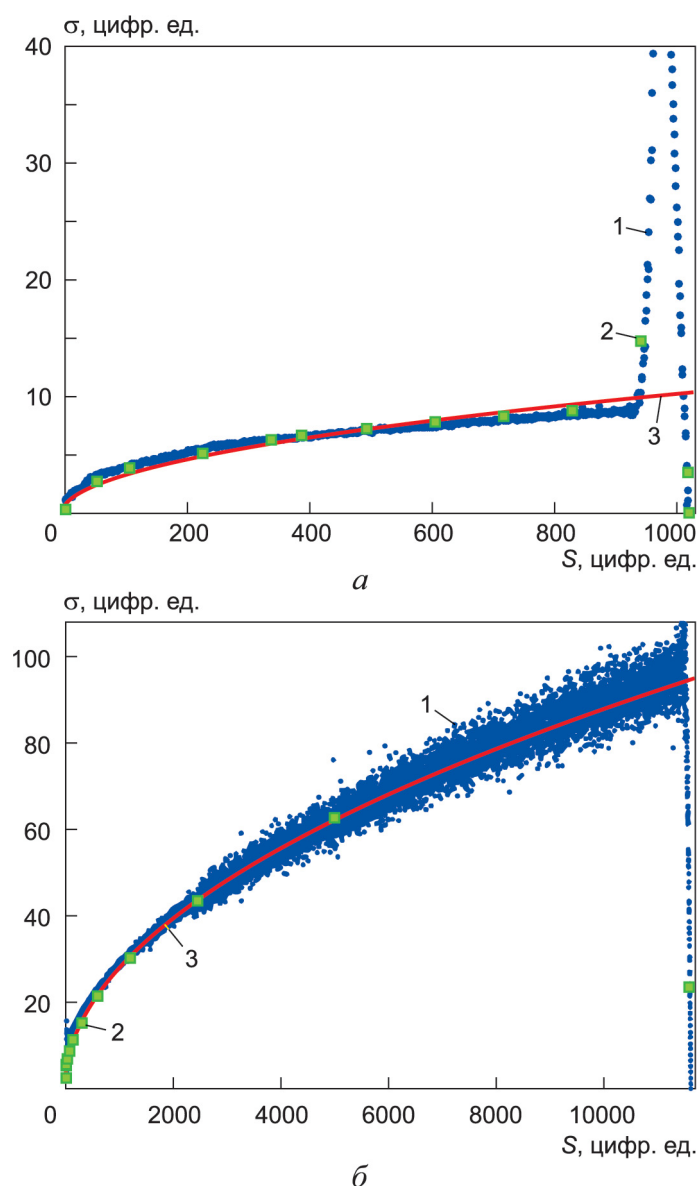


Рис. 2. Зависимости временного шума σ от уровня сигнала S для камер Pixelink PL-B781F (а) и Canon EOS M100 (б): 1 – метод АСНС; 2, 3 – стандартный метод и его аппроксимация

Fig. 2. Obtained dependencies of temporal noise σ on signal S value for cameras: Pixelink PL-B781F (a) and Canon EOS M100 (b) 1 – ASNT method; 2, 3 – EMVA Standard 1288 and approximated curve

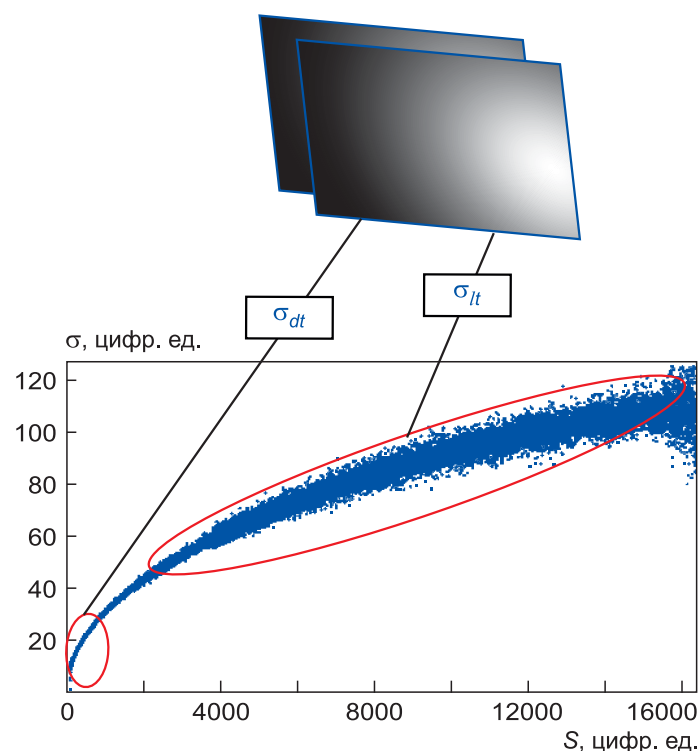


Рис. 3. Результат измерения временных шумов фотосенсора камеры Retiga R6 от уровня сигнала методом АСНС

Fig. 3. Results of measurement of camera Retiga R6 photosensor temporal noise on signal value using automatic segmentation of non-uniform target method

Таблица 2

Результаты измерения временных шумов исследуемых камер методом АСНС и стандартным методом EMVA

Источник данных	K , эл./цифр. ед.	σ_{dt} , цифр. ед.
PixeLink PL-B781F		
Паспорт	—	менее 1
EMVA	$10,7 \pm 0,6$	$0,35 \pm 0,01$
АСНС	$10,7 \pm 0,8$	$0,87 \pm 0,05$
Canon EOS M100		
Паспорт	—	—
EMVA	$1,28 \pm 0,01$	$2,479 \pm 0,004$
АСНС	$1,33 \pm 0,04$	$2,6 \pm 0,3$
Retiga R6		
Паспорт	более 1,22	—
EMVA	$1,19 \pm 0,04$	$4,46 \pm 0,01$
АСНС	$1,2 \pm 0,1$	$4,4 \pm 0,7$

Таблица 3

Время (в секундах) нахождения шумовых характеристик цифровых камер двумя методами

Метод	PixeLink PL-B781F	Canon EOS M100	Retiga R6
EMVA	3900	16950	6000
АСНС	57	401	427

градиентной сцены методом АСНС (в стандарте EMVA 1288 эти данные получают по снимкам с закрытой крышкой цифровой камеры). Поэтому стандартный метод позволяет с более высокой точностью определить темновой временной шум. Однако при измерении шумов методом АСНС использовалось всего лишь два кадра одной сцены. При большем числе кадров погрешность измерений уменьшается в разы или даже на порядок [17].

Для сравнения скорости получения оценок рассматриваемыми методами измеряли время компьютерной обработки снимков, зарегистрированных камерами. Результаты приведены в табл. 3. Оценки временных затрат проводились в среде MATLAB на устройстве LENOVO (Процессор: Intel(R) Core(TM), I7-4510U CPU 2.00 GHz 2.6 GHz, ОЗУ: 6 ГБ).

Стандартный метод требует значительно больших временных затрат. При этом учитывалось только время расчётов, хотя ещё следует учитывать время подбора экспозиции для каждой серии снимков, чтобы обеспечить эквидистантность точек при построении зависимости временного шума от уровня сигнала. Разница времён расчёта методом АСНС для различных камер в основном связана с разной разрядностью АЦП камер (длительность сегментации прямо пропорциональна количеству разрядов), а также с различным разрешением камер (чем больше пикселей фотосенсора камеры, тем дольше проводится оценка). Второе обстоятельство также обуславливает разницу времён расчёта стандартным методом.

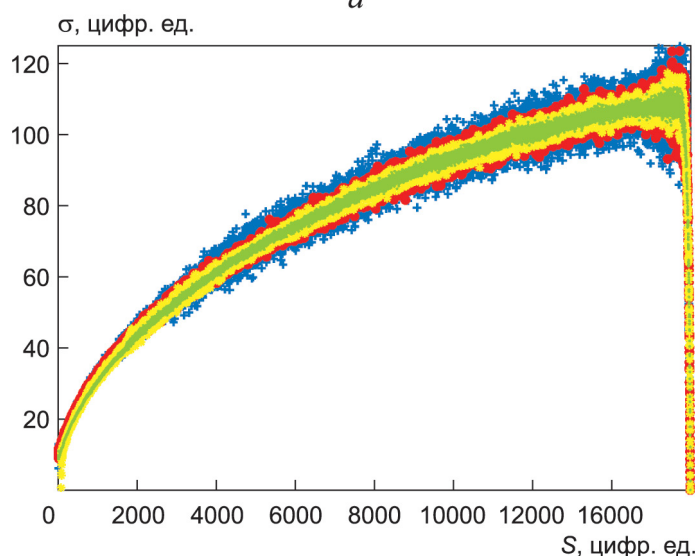
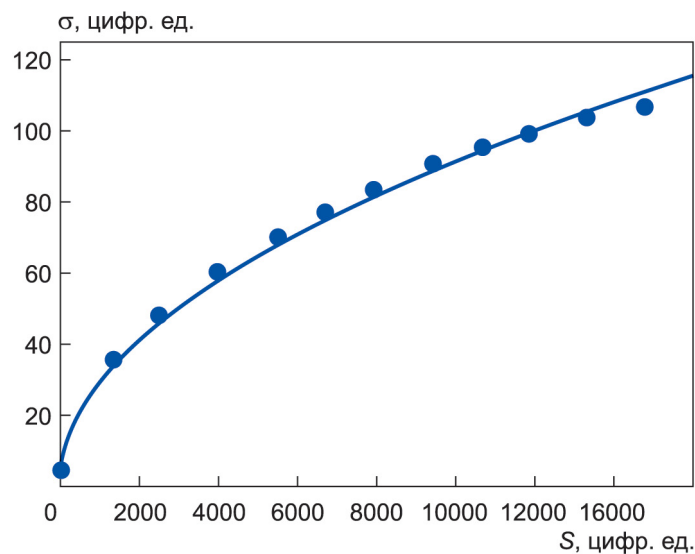


Рис. 4. Зависимости временного шума σ от уровня сигнала S для камеры Retiga R6, полученные стандартным методом (а) (точки и аппроксимационная кривая) и методом АСНС (б) для 2 (+), 4 (o), 8 (*) и 16 (x) снимков в серии; при стандартном методе экспериментальные точки совпадают для любого рассмотренного количества снимков

Fig. 4. Obtained dependencies of temporal noise σ on signal S value for Retiga R6 camera using the EMVA Standard 1288 (a) (dots and approximated curve) and the ASNT method (b) for 2 (+), 4 (o), 8 (*) and 16 (x) images in each series; experimental dots for the EMVA Standard 1288 are equal each other for all images quantity

В силу того, что камера Canon EOS M100 является цветной, время расчёта увеличивается за счёт времени выделения одного из цветовых каналов, проводимого для каждого зарегистрированного снимка (в табл. 3 это не отражено).

С учётом всех факторов измерение временных шумов, начиная со сборки установки и заканчивая построением зависимости временного шума от уровня сигнала, может

Таблица 4

Коэффициенты пересчёта электронов в цифровые единицы в зависимости от количества снимков в серии

Метод	2 снимка	4 снимка	8 снимков	16 снимков
EMVA	1,19±0,04	1,18±0,04	1,19±0,04	1,18±0,04
АЧНС	1,21±0,1	1,22±0,06	1,23±0,03	1,22±0,02

составить не более 3 и 9 ч методом АЧНС и стандартным методом соответственно. Таким образом, быстродействие метода существенно выше (в 3 раза) быстродействия стандартного метода.

Чтобы рассмотреть возможность увеличения точности рассматриваемых методов, были измерены коэффициенты пересчёта K для различного числа снимков в сериях: одна серия съёмки градиентной сцены методом АЧНС и множество серий съёмки квазиоднородных сцен стандартным методом. Графики зависимостей временного шума от уровня сигнала приведены на рис. 4 для 2, 4, 8 и 16 снимков в сериях, снятых камерой Retiga R6. Полученные коэффициенты пересчёта K приведены в табл. 4.

Из рис. 4 и табл. 4 следует, что при использовании стандарта EMVA 1288 точность измерения коэффициента пересчёта не повышается с увеличением числа снимков в серии. При этом точки на графике практически совпадают. Это можно объяснить большим количеством пикселей используемых снимков: даже в серии из двух кадров получается большой статистический массив, поскольку сигнал квазиравномерный, и добавление к такому массиву дополнительных данных уже не приводит к существенным изменениям статистических величин. Для метода АЧНС разброс шума на каждом уровне сигнала с увеличением числа кадров в серии уменьшается, что уменьшает погрешность определения коэффициента пересчёта. Данный факт объясняется тем, что каждый уровень сигнала в градиентном снимке представлен малым количеством пикселей, и дополнительные кадры существенно увеличивают статистику. Это приводит к значительным изменениям зависимости временного шума от уровня сигнала и к уменьшению погрешности определения коэффициента пересчёта.

Таким образом, увеличение числа снимков в каждой серии не всегда приводит к увеличению точности определения временного шума. Однако стандарт EMVA 1288 позволяет оценивать также и пространственные шумы, на погрешность измерения которых число кадров в серии оказывает существенное влияние, поскольку с увеличением числа снимков при усреднении временные шумы уменьшаются по корневому закону от числа снимков и точность оценки пространственных шумов возрастает.

С практической точки зрения при измерении шумов желательно регистрировать в каждой серии снимков больше требуемого минимума для метода. Это связано с тем, что гистограмма яркости градиентного снимка может быть сильно неравномерной. При этом максимальная точность измерений обеспечивается при равномерной гистограмме.

Поэтому увеличение числа кадров позволяет существенно уменьшить погрешность определения временного шума для каждого уровня сигнала.

Заключение. В результате сравнительного анализа скорости реализации и точности двух методов (стандартного и метода АЧНС) характеристики световых и темновых временных шумов фотосенсоров трёх камер различного назначения установили, что полученные результаты измерения временных шумов совпадают для обоих методов в пределах погрешности измерений. Также сравнили потенциальную возможность повышения точности методов путём увеличения количества кадров в серии снимков. Хотя для двух кадров точность метода АЧНС ниже точности стандартного метода, однако увеличение числа кадров позволяет уменьшить погрешность АЧНС-измерений до значений, сравнимых с погрешностью стандартного метода и даже меньше. Так, с увеличением числа кадров в серии снимков до 16 погрешность метода АЧНС уменьшается в пять раз, а погрешность стандартного метода при этом остаётся неизменной, что объясняется особенностями работы методов. Быстродействие двух методов для всех исследуемых камер различается: программная обработка методом АЧНС требует в десятки раз меньше времени, чем при стандартном методе.

Таким образом, для оперативного нахождения временных шумов различных камер целесообразно использовать метод АЧНС, существенно менее времязатратный, чем стандартный метод, что может быть полезно при повышении качества изображений и для оценок достижимого отношения сигнал/шум в конкретных оптико-цифровых системах.

Работа выполнена при частичной поддержке «Фонда содействия развитию малых форм предприятий в научно-технической сфере» (договор № 15084ГУ/2020).

Список литературы

1. *Handbook of Practical Astronomy*, ed. G. Roth, Springer, 2009, 736 p. <https://doi.org/10.1007/978-3-540-76379-6>
2. Stuurman N., Ronald D., *Biol. Bull.*, 2016, vol. 231, no. 1, pp. 5–13. <https://doi.org/10.1086/689587>
3. *Digital Imaging and Communications in Medicine (DICOM)*, ed. O. Panykh, Springer, 2012, 602 p. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-10850-1>
4. Thaker A., Patel S., Solanki P., *Planetary and Space Science*, 2020, vol. 184, pp. 104856. <https://doi.org/10.1016/j.pss.2020.104856>
5. Cerrato-Alvarez M., Frutos-Puerto S., Miró-Rodríguez C., Pinilla-Gil E., *Microchem. J.*, 2020, vol. 154, pp. 104535. <https://doi.org/10.1016/j.pss.2020.104856>
6. Cai F., Wang T., Lu W., Zhang X., *Optik*, 2020, vol. 207, pp. 164449. <https://doi.org/10.1016/j.ijleo.2020.164449>
7. Mai H., Le T., *Computer Optics*, 2020, vol. 44, no. 2, pp. 189–194. <https://doi.org/10.18287/2412-6179-CO-604>
8. Cheremkhin P., Evtikhiev N., Krasnov V., Kulakov M., Kurbatova E., Molodtsov D., Rodin V., *Proceedings of SPIE*, 2016, vol. 9889, pp. 98891M. <https://doi.org/10.1117/12.2227767>

9. Кулеш В. П. Особенности применения видеограмметрии в экспериментальной аэродинамике // Измерительная техника. 2018. № 11. С. 40–45.
https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2018-11-40-45

10. Евтихийев Н. Н., Краснов В. В., Кузьмин И. Д., Молодцов Д. Ю., Родин В. Г., Стариков Р. С., Черёмхин П. А. Оптическое кодирование QR-кодов в схеме с пространственно-некогерентным освещением на базе двух микрзеркальных модуляторов света // Квантовая электроника. 2020. Т. 50, № 2. С. 195–196. https://doi.org/10.1070/QEL17139

11. Абрамов А. Д., Никонов А. И. Измерение параметров микрорельефа на основе корреляционного метода обработки изображений исследуемых поверхностей // Измерительная техника. 2018. № 11. С. 36–39.
https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2018-11-36-39

12. Мочалов А. А., Вараксин А. Ю., Арбеков А. Н. Измерения полей скорости нестационарных воздушных вихрей методом анемометрии по изображениям частиц // Измерительная техника. 2019. № 3. С. 37–41.
https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2019-3-37-41

13. European Machine Vision Association, EMVA Standard 1288 Standard for Characterization of Image Sensors and Cameras, Release 3.1, 2016. URL: <http://www.emva.org/cms/upload/Standards/> (дата обращения: 12.12.2020).

14. Rakhshanfar M., Amer M., *IEEE Trans. Image Process.*, 2016, vol. 25, no. 9, pp. 4175–4184.
https://doi.org/10.1109/TIP.2016.2588320

15. *Fundamentals of Image Processing*, ed. I. T. Young, J. J. Gerbrands, L. J. van Vliet, Delft, Delft University of Technology, 2007, 113 p.

16. Varuna De Silva, Viacheslav Chesnokov, Daniel Larkin, *Proceedings of Electronic Imaging, Digital Photography and Mobile Imaging XII*, San-Francisco, USA, February 14–18, 2016, Society for Imaging Science and Technology, 2016, pp. 1–5.
https://doi.org/10.2352/ISSN.2470-1173.2016.18.DPMI-249

17. Cheremkhin P., Evtikhiev N., Starikov S., Krasnov V., Rodin V., *Optical Engineering*, 2014, vol. 53, no. 10, pp. 102107.
https://doi.org/10.1117/1.OE.53.10.102107

18. Foi A., Alenius S., Katkovnik V., Egiazarian K., *IEEE Sensors Journal*, 2007, vol. 7, pp. 1456–1461.
https://doi.org/10.1109/JSEN.2007.904864

19. Cheremkhin P., Evtikhiev N., Krasnov V., Rodin V., Starikov R., Starikov S., *Proceedings of SPIE*, 2015, vol. 9648, pp. 96480R. https://doi.org/10.1117/12.2194979

20. Grunwald M., Laube P., Schall M., Umlauf G., Franz M., *Proceedings of SPIE*, 2017, vol. 10395, pp. 103950.
https://doi.org/10.1117/12.2272559

References

1. *Handbook of Practical Astronomy*, ed. G. Roth, Springer, 2009, 736 p. https://doi.org/10.1007/978-3-540-76379-6

2. Stuurman N., Ronald D., *Biol. Bull.*, 2016, vol. 231, no. 1, pp. 5–13. https://doi.org/10.1086/689587

3. *Digital Imaging and Communications in Medicine (DICOM)*, ed. O. Pianykh, Springer, 2012, 602 p.
https://doi.org/10.1007/978-3-642-10850-1

4. Thaker A., Patel S., Solanki P., *Planetary and Space Science*, 2020, vol. 184, pp. 104856. https://doi.org/10.1016/j.pss.2020.104856

5. Cerrato-Alvarez M., Frutos-Puerto S., Miró-Rodríguez C., Pinilla-Gil E., *Microchem. J.*, 2020, vol. 154, pp. 104535.
https://doi.org/10.1016/j.pss.2020.104856

6. Cai F., Wang T., Lu W., Zhang X., *Optik*, 2020, vol. 207, pp. 164449. https://doi.org/10.1016/j.ijleo.2020.164449

7. Mai H., Le T., *Computer Optics*, 2020, vol. 44, no. 2, pp. 189–194. https://doi.org/10.18287/2412-6179-CO-604

8. Cheremkhin P., Evtikhiev N., Krasnov V., Kulakov M., Kurbatova E., Molodtsov D., Rodin V., *Proceedings of SPIE*, 2016, vol. 9889, pp. 98891M. https://doi.org/10.1117/12.2227767

9. Kulesh V. P., *Measurement Techniques*, 2019, vol. 61, no. 11, pp. 1091–1097. https://doi.org/10.1007/s11018-019-01554-9

10. Evtikhiev N. N., Krasnov V. V., Kuzmin I. D., Molodtsov D. Yu., Rodin V. G., Starikov R. S., Cheremkhin P. A., *Quantum Electronics*, 2020, vol. 50, no. 2, pp. 195–196.
https://doi.org/10.1070/QEL17139

11. Abramov A. D., Nikonov A. I., *Measurement Techniques*, 2019, vol. 61, no. 11, pp. 1086–1090.
https://doi.org/10.1007/s11018-019-01553-w

12. Mochalov A. A., Varaksin A. Yu., Arbekov A. N., *Measurement Techniques*, 2019, vol. 62, no. 3, pp. 242–248.
https://doi.org/10.1007/s11018-019-01611-3

13. European Machine Vision Association, EMVA Standard 1288 Standard for Characterization of Image Sensors and Cameras, Release 3.1, 2016, available at: <http://www.emva.org/cms/upload/Standards/> (accessed: 12.12.2020).

14. Rakhshanfar M., Amer M., *IEEE Trans. Image Process.*, 2016, vol. 25, no. 9, pp. 4175–4184.
https://doi.org/10.1109/TIP.2016.2588320

15. *Fundamentals of Image Processing*, ed. I. T. Young, J. J. Gerbrands, L. J. van Vliet, Delft, Delft University of Technology, 2007, 113 p.

16. Varuna De Silva, Viacheslav Chesnokov, Daniel Larkin, *Proceedings of Electronic Imaging, Digital Photography and Mobile Imaging XII*, San-Francisco, USA, February 14–18, 2016, Society for Imaging Science and Technology, 2016, pp. 1–5.
https://doi.org/10.2352/ISSN.2470-1173.2016.18.DPMI-249

17. Cheremkhin P., Evtikhiev N., Starikov S., Krasnov V., Rodin V., *Optical Engineering*, 2014, vol. 53, no. 10, pp. 102107.
https://doi.org/10.1117/1.OE.53.10.102107

18. Foi A., Alenius S., Katkovnik V., Egiazarian K., *IEEE Sensors Journal*, 2007, vol. 7, pp. 1456–1461.
https://doi.org/10.1109/JSEN.2007.904864

19. Cheremkhin P., Evtikhiev N., Krasnov V., Rodin V., Starikov R., Starikov S., *Proceedings of SPIE*, 2015, vol. 9648, pp. 96480R. https://doi.org/10.1117/12.2194979

20. Grunwald M., Laube P., Schall M., Umlauf G., Franz M., *Proceedings of SPIE*, 2017, vol. 10395, pp. 103950.
https://doi.org/10.1117/12.2272559

Статья поступила в редакцию 01.01.2021; принята к публикации 01.03.2021.

Научная статья

УДК 535.417

<https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-4-36-43>

Конструкция проточного рефрактометра для контроля состояния прозрачных сред с цилиндрической вставкой в виде вертикального участка трубопровода

Вадим Владимирович Давыдов¹✉, Денис Игоревич Николаев², Ангелина Валентиновна Мороз³

^{1, 2, 3} Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, Санкт-Петербург, Россия

¹davydov_vadim66@mail.ru✉, ²den55nik@yandex.ru, ³moroz.com3844@gmail.com

¹ Всероссийский научно-исследовательский институт фитопатологии, р. п. Большие Вязёмы, Московская область, Россия

Аннотация. Рассмотрены проблемы контроля состояния текущих сред при одновременном изменении температуры и расхода среды более чем на два порядка. Предложена конструкция проточного рефрактометра для контроля состояния прозрачных сред при ламинарном и турбулентном режимах течения, а также при больших скоростях потока и изменениях температуры среды более чем на 200 °С. В разработанном проточном рефрактометре реализован метод измерения показателя преломления, основанный на принципе параллельности двух лучей: падающего и прошедшего через трубопровод с преломлением на границах нескольких сред. Трубопровод в виде цилиндрической вставки из оргстекла является частью конструкции рефрактометра. Конструкция оптической части рефрактометра с вертикальным участком трубопровода позволяет исключить влияние на результат измерения показателя преломления погрешностей, обусловленных многократными отражениями лазерного излучения от оптических элементов, образованием пустот или вихревых потоков в трубопроводе. Для предложенного рефрактометра отсутствуют ограничения по значению измеряемого показателя преломления текущей жидкости в отличие от ранее используемых промышленных проточных рефрактометров, принцип работы которых основан на явлении полного внутреннего отражения лазерного излучения на границе двух сред. Представлены результаты экспериментальных исследований различных сред предложенным рефрактометром.

Ключевые слова: проточный рефрактометр, текущая жидкость, лазерное излучение, показатель преломления, фотодиодная линейка, погрешность измерения, оптическая плотность

Для цитирования: Давыдов В. В., Николаев Д. И., Мороз А. В. Конструкция проточного рефрактометра для контроля состояния прозрачных сред с цилиндрической вставкой в виде вертикального участка трубопровода // Измерительная техника. 2021. № 4. С. 36–43. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-4-36-43>

Design of flowing refractometer with cylindrical insert in the form a vertical pipeline section for control to clear media state

Vadim V. Davydov¹✉, Denis I. Nikolaev², Angelina V. Moroz³

^{1, 2, 3} Peter the Great Saint Petersburg Polytechnic University, St. Petersburg, Russia

¹davydov_vadim66@mail.ru✉, ²den55nik@yandex.ru, ³moroz.com3844@gmail.com

¹ All-Russian Research Institute of Fitopatology, B. Vyazyomy, Moscow Region, Russia

Abstract. The article a the new design of flowing refractometer of differential type for media condition control both in laminar and turbulent flow regimes is considered. Given the peculiarities of the location of the flow and closed cuvette and the angles of incidence of laser radiation on their walls we have implemented a new method of measuring the refractive index n in new developed design of refractometer. This allowed us to make the influence of a number of errors related with unbalance voltage on the photoelectric converter, with an increase in the number of reflections between optical elements of laser radiation, with the presence of a transport link for the selection of flowing fluid and temperature fluctuations on the result of measuring the refractive index. The technique allowing to reduce the influence of change of the optical density of the flowing liquid on the measurement error of refractive index is proposed. The results of experimental investigations for different media are presented.

Keywords: differential refractometer, laser light, refractive index, optical density, condition control of flowing liquid

Введение. В настоящее время в различных технологических процессах на производстве, сложных экспериментах, особенно с использованием мощного лазерного излучения, а также в атомной энергетике (в системах охлаждения) всё чаще используют быстрые (турбулентные)

потоки жидких сред [1–4]. В большинстве случаев это однофазные среды с высокой прозрачностью (дистиллированная, питательная или тяжёлая вода, спирт и т. д.) [1, 2, 5, 6].

Состояние и расход q таких сред необходимо контролировать в диапазоне изменения скорости потока более

чем на два порядка [6–8]. При этом температура T текущей среды, например в энергетических установках и системах охлаждения, может изменяться более чем на 200 °С. Необходимо также отметить, что измерения параметров текущей среды (показателя преломления n , констант релаксации T_1 , T_2 и др.), проводимые с целью контроля её состояния, не должны вносить необратимые изменения в физическую структуру и химический состав среды [6, 9–11]. Наиболее целесообразно использовать бесконтактные измерители, в частности, ядерно-магнитные расходомеры-релаксометры [2, 4, 5, 8, 11–13]. Эти приборы позволяют одновременно контролировать расход q жидкости и состояние среды по изменению времён продольной T_1 и поперечной T_2 релаксации [11, 13]. Однако при одновременном изменении температуры T и расхода q текущей среды в большом диапазоне (более чем на порядок) работа ядерно-магнитных расходомеров-релаксометров сопровождается сложно решаемыми проблемами [11, 13, 14]. По этой причине для контроля расхода q и состояния жидкости используют два измерительных прибора: один – для контроля расхода q , например электромагнитный расходомер; другой – для контроля состояния среды, например проточный рефрактометр. Принцип работы проточного рефрактометра основан на явлении полного внутреннего отражения (ПВО) на границе двух сред [6, 15–17]. В последние десятилетия в мире для контроля состояния различных сред и решения других задач используются рефрактометры, описанные в работах [18–20]. При исследовании стационарных сред достигнута высокая точность измерения показателя преломления этими приборами (ГОСТ 8.583-2011 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений показателя преломления») [19, 20–22]. Однако выпускаемые в настоящее время модели промышленных проточных рефрактометров при изменении расхода текущей среды более чем на два порядка с одновременным изменением температуры среды имеют ряд недостатков. Вызывает трудности одновременное изменение показателей преломления призмы в рефрактометре и текущей жидкости при большом изменении её температуры, особенно при автоматической настройке оптической системы регистрации отражённого лазерного излучения, что ограничивает диапазон измерения показателя преломления. Кроме того, при больших скоростях потока жидкости явление сдвига Гуса-Хэнхена отражённого лазерного излучения приводит к увеличению погрешности измерения показателя преломления. Технические решения по уменьшению скорости потока в зоне контроля состояния среды, например, за счёт расширения трубопровода или использования дополнительных клапанов не всегда реализуемы на практике.

Таким образом, в ряде случаев невозможно измерять показатель преломления текущей жидкости с погрешностью менее 10^{-4} , необходимой для достоверного контроля состояния жидкости, особенно при проведении научных исследований.

Цель настоящей работы – разработка проточного рефрактометра для контроля состояния текущих сред при больших скоростях потока и изменениях температуры среды более чем на 200 °С.

Конструкция проточного рефрактометра и реализуемый в нём метод измерения показателя преломления.

С учётом результатов ранее проведённых исследований состояния текущих сред с использованием проточных рефрактометров [6, 9, 15–24] разработана конструкция проточного рефрактометра с вертикальным участком трубопровода. Структурная схема рефрактометра представлена на рис. 1.

Лазерное излучение полупроводникового лазера 1 поступает в оптическую систему 2 (призмный коллиматор), на выходе которого преобразуется в узкую полосу размером 24×1 мм. Коллиматор представляет собой анаморфотную систему, состоящую из двух призм. В этой системе, в отличие от линзовых систем, нет осевой симметрии при преобразовании лазерного пучка. Далее лазерное излучение попадает на поворотную призму 3, которая изменяет угол α его падения на стенку трубопровода. Изменение угла α необходимо для измерения показателя преломления жидкости $n_{\text{ж}}$ в широком диапазоне, поскольку при определённых значениях α , $n_{\text{ж}}$ на границе двух сред может произойти явление ПВО. Кроме того, температура текущей среды должна

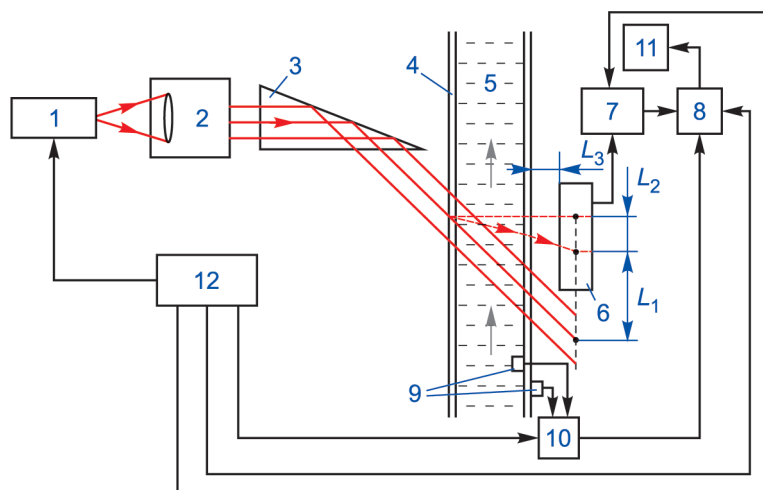


Рис. 1. Структурная схема лабораторного макета проточного рефрактометра:

1 – полупроводниковый лазер; 2 – оптическая система; 3 – поворотная (треугольная) призма; 4 – вертикальный участок трубопровода (вставка из оргстекла); 5 – текущая жидкость; 6 – фотодиодная линейка; 7 – АЦП; 8 – устройство обработки и управления; 9 – датчик температуры; 10 – устройство для обработки информации с датчика температуры; 11 – ноутбук; 12 – многофункциональный источник питания

Fig. 1. The Block diagram of a laboratory model of a flowing refractometer:

1 – semiconductor laser; 2 – optical system; 3 – rotary (triangular) prism; 4 – vertical part of pipeline 5 – flowing liquid; 6 - photodiode array; 7 – ADC; 8 – processing and control device; 9 – temperature sensor; 10 – device for processing information with a temperature sensor; 11 – laptop; 12 – multifunctional power source

изменяться в широком диапазоне. В разработанной конструкции рефрактометра для измерения $n_{ж}$ используется вставка 4 в форме цилиндра (внешний диаметр $D_{ц}=(314,00\pm 0,08)$ мм) из специализированного оргстекла марки ARCUMA 3M (показатель преломления стекла $n_c=1,49532\pm 0,00002$, толщина стенок $d_c=(2,000\pm 0,025)$ мм) с повышенной устойчивостью к нагреву. В качестве погрешностей $\delta D_{ц}$, δd_c взяты допуски для технологического оборудования, применяемого при изготовлении трубопровода. Температура размягчения оргстекла ARCUMA 3M $T_p=296$ °C, для стандартного оргстекла ARCUMA $T_p=160$ °C, что является ограничением при использовании разработанной конструкции рефрактометра. Использование вставок из кварцевого стекла ($T_p>4000$ °C) требует дополнительных усложнений в конструкции рефрактометра по причине хрупкости кварца по сравнению с оргстеклом, которые в ряде случаев реализовать крайне сложно.

Для исключения образования застойных зон и пустот при течении жидкости (малые значения расходов q) авторами настоящей статьи предложен способ размещения разработанной вставки (на вертикальном участке трубопровода).

Использование вставок в виде цилиндрического трубопровода с плоскими иллюминаторами [9, 15, 16] нецелесообразно по следующим причинам. При изменении $n_{ж}$ в больших пределах, например, при смене жидкости или изменении температуры, значение L_2 (смещение максимума

интенсивности лазерного излучения по оси OY относительно точки его падения A на внешнюю стенку трубопровода) изменяется более чем на 10 см (рис. 2). Это означает, что длина иллюминатора должна быть не менее 20 см. При быстрых потоках жидкости это приводит к образованию вихревых зон, в которых изменяется оптическая плотность текущей жидкости и, как следствие, появляется дополнительная погрешность измерения показателя преломления $n_{ж}$ [25, 26]. Кроме того, на стыках иллюминатора со стенками трубопровода могут образовываться инородные частицы, попадание которых в текущую жидкость может привести к непредсказуемым последствиям, особенно при контроле лекарственных препаратов, например, корвалола.

Для трубопроводов больших диаметров (в разработанном рефрактометре внутренний диаметр трубопровода составляет $(310,00\pm 0,08)$ мм) и ширины пучка лазерного излучения 1 мм можно считать, что плоскость падения лазерного излучения перпендикулярна стенке трубопровода. В этом случае преломление лазерного излучения на цилиндрических стенках трубопровода несущественно. На рис. 2 приведена схема прохождения лазерного излучения 1 (рассматривается луч, соответствующий максимуму интенсивности в лазерном излучении) через стенки трубопровода 2, текущую жидкость 3 и воздушный зазор шириной L_3 между внешней стенкой трубопровода и фотодиодной линейкой 4. Авторами настоящей статьи разработан новый метод измерения показателя преломления текущей жидкости $n_{ж}$. С помощью фотодиодной линейки 4 определяется положение максимума интенсивности лазерного излучения (точка B_4 на оси OY) – расстояние L_2 . Для регистрации лазерного излучения используются фотодиодные линейки TSL1406RS, состоящие из 512 фоточувствительных сенсоров (AMS-TAOS, США), длина фоточувствительного слоя 40,16 мм. Размер фоточувствительного сенсора по оси OY составляет 0,74 мм, по оси OX – 1,2 мм. Этого достаточно для регистрации максимума интенсивности лазерного излучения на одном сенсоре. В случае попадания максимума интенсивности лазерного излучения в зазор между фоточувствительными сенсорами погрешность измерения расстояния L_2 после автоматической подстройки оптической системы будет не более 0,01 мм. В конструкции фотодиодной линейки TSL1406RS перед фоточувствительным слоем нет фокусирующих оптических элементов, как в линейках других моделей. Поэтому влияние эффектов, связанных с неоднократным отражением лазерного излучения между фоточувствительным слоем и стенками трубопровода, на отношение сигнал/шум на фоточувствительных сенсорах линейки несущественно. Для удобства обработки информации выходной сигнал A фотодиодной линейки (см. рис. 1) нормируется:

$$A = \sum_{i=1}^{512} A_i / A_{\max}, \quad (1)$$

где A_i – амплитуда сигнала элемента фотодиодной ячейки; i – номер элемента; $A_{\max}$ – максимальное значение сигнала освещенности, поступающего с элемента фотодиодной линейки.

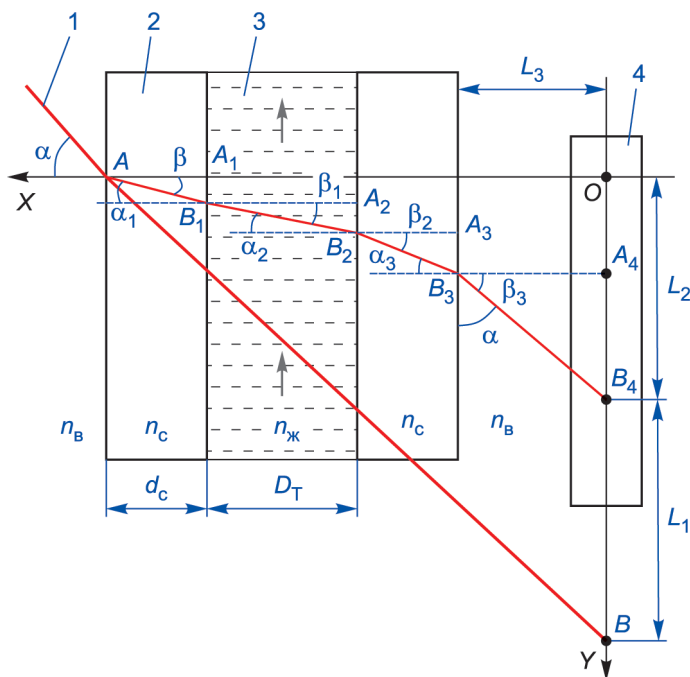


Рис. 2. Схема прохождения лазерного луча через стенки трубопровода, текущую жидкость и воздушное пространство до фотодиодной линейки:

1 – лазерный луч; 2 – стенка трубопровода; 3 – текущая жидкость; 4 – фотодиодная линейка

Fig. 2. The diagram of the laser beam passing through the pipeline walls, flowing liquid and air space to the photodiode ruler:

1 – laser beam; 2 – pipeline wall; 3 – flowing liquid; 4 – photodiode array

Сигналы фотодиодной линейки 6 через аналогово-цифровой преобразователь (АЦП) 7 поступают в устройство обработки информации и управления 8, разработанное на основе микроконтроллера STM32 (ARM Cortex M3 core – STM32F100RBT6B). Далее информация поступает в ноутбук 11, где определяется значение L_2 . Затем вычисляется $n_{ж}$.

Температура текущей жидкости в трубопроводе и воздуха около стенки трубопровода контролируется датчиками температуры 9. Информация от них через специальные устройства 10 поступает на устройство обработки информации 8.

Расстояние L_2 можно вычислить, рассмотрев преломление излучения на границах различных сред (воздух/оргстекло, оргстекло/текущая жидкость и текущая жидкость/оргстекло) (см. рис. 2). Для каждого случая преломления на границе двух сред вычисляется смещение луча относительно точки его падения на границу двух сред. Рассмотрим для примера преломление на границе двух сред воздух/оргстекло (материал стенки трубопровода) с показателями преломления n_b и n_c соответственно:

$$|A_1B_1| = d_c \operatorname{tg} \beta; \quad (2)$$

$$\sin \alpha / \sin \beta = n_c / n_b; \quad (3)$$

$$\beta = \arcsin(n_b \sin \alpha / n_c); \quad (4)$$

$$|A_1B_1| = d_c \operatorname{tg}[\arcsin(n_b \sin \alpha / n_c)]. \quad (5)$$

Подставляя в формулы (3)–(5) $n_b = 1,000295 \pm 0,000001$ (данное значение получено для атмосферного давления 101325 Па, влажности 50 %, температуры 20 °С) нецелесообразно, так как трубопровод может эксплуатироваться в различной воздушной среде, например, насыщенной водяными парами, при более высоком давлении и другой температуре. В этом случае в значении n_b произойдут изменения в шестом или пятом знаке, а при больших изменениях влажности, давления и температуры – в четвёртом.

Далее рассмотрим преломление на границе двух сред оргстекло/текущая жидкость, а также оргстекло/воздух. Для этих случаев определим углы падения лазерного излучения на границы двух сред α_1 , α_2 и α_3 в точках B_1 , B_2 и B_3 , а также угол β_3 :

$$\left. \begin{aligned} \beta_3 &= 90 - \alpha_1; \\ \alpha_1 &= \beta; \\ \alpha_2 &= \beta_1; \\ \alpha_3 &= \beta_2. \end{aligned} \right\} \quad (6)$$

По аналогии с первым случаем вычислим следующие параметры:

$$|A_2B_2| = D_{\text{ц}} \operatorname{tg} \beta_1; \quad (7)$$

$$|A_3B_3| = d_c \operatorname{tg} \beta_2; \quad (8)$$

$$|A_4B_4| = L_3 \operatorname{tg} \beta_3; \quad (9)$$

$$\beta_1 = \arcsin(n_c \sin \alpha_1 / n_{ж}); \quad (10)$$

$$\beta_2 = \beta = \arcsin(n_b \sin \alpha / n_c). \quad (11)$$

Расстояние L_2 определим как

$$L_2 = |A_1B_1| + |A_2B_2| + |A_3B_3| + |A_4B_4|. \quad (12)$$

Подставим в сумму (12) соотношения (2)–(11) и получим равенство

$$L_2 = 2d_c \operatorname{tg}[\arcsin(n_b \sin \alpha / n_c)] + D_{\text{ц}} \operatorname{tg}[\arcsin(n_c \sin \alpha_1 / n_{ж})] + L_3 \operatorname{ctg} \alpha. \quad (13)$$

Анализ выражения (13) показывает, что смещение максимума лазерного излучения L_2 по оси ОУ зависит как от показателя преломления текущей жидкости $n_{ж}$, так и от угла α и расстояния L_3 . Варьирование последних двух параметров можно учесть в автоматической системе настройки оптической части проточного рефрактометра для обеспечения погрешности измерения $n_{ж}$ менее 10^{-4} при изменении температуры текущей жидкости.

С целью получения соотношения для $n_{ж}$ в явном виде преобразуем выражение (13):

$$\begin{aligned} D_{\text{ц}} \operatorname{tg}[\arcsin(n_c \sin \alpha_1 / n_{ж})] &= \\ &= L_2 - 2d_c \operatorname{tg}[\arcsin(n_b \sin \alpha / n_c)] - L_3 \operatorname{ctg} \alpha. \end{aligned} \quad (14)$$

Из равенства (14) найдём показатель преломления текущей жидкости

$$n_{ж} = \frac{n_b \sin \alpha}{\sin(\arctg\{L_2 - 2d_c \operatorname{tg}[\arcsin(n_b \sin \alpha / n_c)] - L_3 \operatorname{ctg} \alpha / D_{\text{ц}}\})}. \quad (15)$$

Значение L_2 определено по положению максимума интенсивности лазерного излучения на сенсоре фотодиодной линейки 4 (см. рис. 2). Значение n_b выбирается из таблицы для показателей преломления, определённых при измеренных значениях давления, влажности и температуры воздуха вблизи внешней стенки трубопровода. Поэтому погрешность n_b не оказывает существенного влияния на погрешность определения $n_{ж}$. Призма 3 (см. рис. 1) в лабораторном макете рефрактометра размещена на поворотном оптическом столике (STANDA, Литва), который расположен на оптической плите того же производителя. Погрешность определения угла поворота на этом оборудовании составляет 0,1". Поэтому погрешность определения угла α также не оказывает существенного влияния на погрешность определения показателя $n_{ж}$. В комплект оптической плиты входит оборудование для определения расстояния L_3 . Дополнительно для определения расстояния L_3 использован микроскоп, аналогичный микроскопу, входящему в государственную поверочную схему оптических измерителей расстояния. Для обеспечения параллельности расположения стенки трубопровода 4 и фотодиодной линейки 6 в макете рефрактометра (см. рис. 1) погрешность

измерения $\delta L_3 = 0,04$ мм. Для промышленного прибора, например, рефрактометра PRM-100 alpha (ATAGO, Japan), данная погрешность составляет менее 0,015 мм и не будет оказывать существенного влияния на погрешность определения показателя $n_{ж}$.

Отметим, что изменение скорости течения жидкости в трубопроводе не оказывает влияния на определение значения $n_{ж}$ по соотношению (15).

Результаты экспериментальных исследований и их обсуждение. Надёжность и достоверность измерений показателя преломления текущей жидкости с использованием

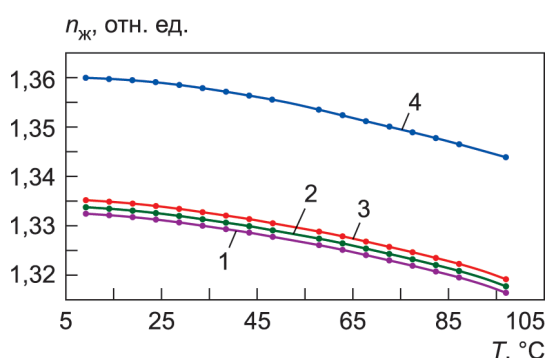


Рис. 3. Зависимость изменения показателя преломления $n_{ж}$ жидких сред от температуры T :

1–4 – соответственно дистиллированная вода, тяжёлая вода, водопроводная вода, этиловый спирт

Fig. 3. The dependence of the change of the refractive index n_l of liquid media from the temperature T :

1–4 – distilled water, heavy water, tap water, ethyl alcohol

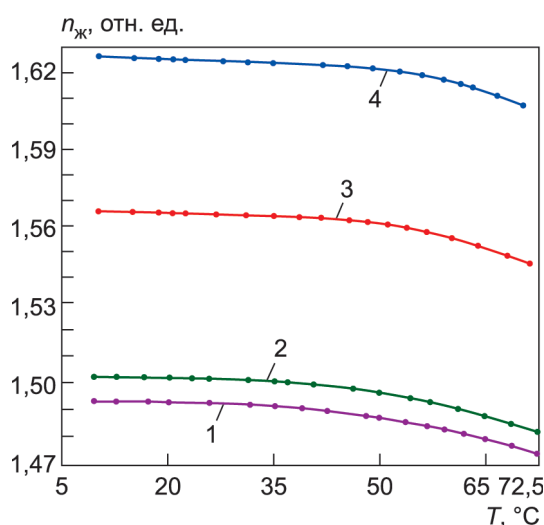


Рис. 4. Зависимость изменения показателя преломления $n_{ж}$ сред с различной мутностью от изменения температуры T :

1–4 – соответственно керосин, бензин Аи-95, моторное масло, нефть

Fig. 4. The dependence of the change of the refractive index n_l of liquid media (having different turbidity) from the temperature T :

1–4 – kerosene, gasoline of AI-95, motor oil and oil

проточного рефрактометра, конструкция которого разработана авторами настоящей статьи, проверены при различных температурах T на нескольких жидких средах (дистиллированная, тяжёлая и водопроводная вода, этиловый спирт). Дистиллированная вода и этиловый спирт – это стандартные среды для поверки работы проточных рефрактометров [6, 9, 15, 16, 21]. На рис. 3 представлены температурные зависимости показателя преломления $n_{ж}$ указанных жидких сред.

Показатели преломления этих сред также были измерены с помощью промышленного проточного рефрактометра PRM-100 alpha с погрешностью измерения 10^{-4} . Полученные значения показателей преломления с использованием разработанного и промышленного прибора совпали в пределах погрешности измерений. Кроме того, значения показателей преломления этих сред, измеренные на разработанном проточном рефрактометре, совпали со значениями показателей преломления, полученными на рефрактометрах других конструкций (ГОСТ 8.583-2011) [9, 15–19, 27, 28]. При измерениях в ряде случаев жидкости находились в стационарном состоянии, поэтому погрешность измерения их показателей преломления была меньше, чем при измерениях показателя преломления текущей жидкости.

Кроме того, разработанная конструкция прибора позволяет проверить достоверность измерения показателя преломления по «реперной» метке. В трубопроводе вместо жидкости присутствует воздух ($n_{ж} = n_{в}$), лазерное излучение преломляется на границах воздух/оргстекло, его максимум смещается по фотодиодной линейке 4 (см. рис. 2) измеренное расстояние L_2 . Далее значение L_2 вычислили по формуле (13) с учётом равенства $n_{ж} = n_{в}$. Полученные результаты определения L_2 двумя способами совпали до третьего знака после запятой, что показывает высокую степень надёжности разработанного прибора. Проверку проводили несколько раз для различных значений углов α (см. рис. 2).

В проточных рефрактометрах в случае использования при измерениях прошедшего через текущую среду лазерного излучения важным параметром является прозрачность среды. Большое влияние на погрешность измерения показателя преломления $n_{ж}$ оказывают нерастворённые в среде частицы различных размеров. В большинстве случаев нерастворённые частицы, а также высокая мутность среды являются ограничениями в применении рефрактометра данного типа. На рис. 4 представлены температурные зависимости показателя преломления $n_{ж}$ сред (бензина, керосина, моторного масла и нефти) с различной мутностью.

Показатели преломления этих сред измерили с помощью промышленного проточного рефрактометра PRM-100 alpha (погрешность измерения 10^{-4}) и разработанного рефрактометра. Полученные двумя приборами значения показателей преломления бензина, керосина и моторного масла совпали в пределах погрешности измерений. Результаты измерения показателя преломления нефти указанными приборами различаются между собой и с данными, приведёнными в работах [29, 30]. Кроме того, погрешность измерения показателя преломления нефти разработанным рефрактометром больше 10^{-4} .

Измеренные на стационарных пробах с применением настольного инфракрасного мутномера HI88713-02 (HANNA Instruments, USA) значения мутности нефти и бензина составили 385,67 и 7,85 FNU соответственно.

Для определения функциональных возможностей использования разработанного проточного рефрактометра изучали изменение погрешности измерения показателя преломления $\delta n_{\text{ж}}$ текущей жидкости от её мутности $T_{\text{ур}}$. Исследовали смесь дистиллированной воды ($T_{\text{ур}}=0,73$ FNU) и чернил ($T_{\text{ур}}=168,82$ FNU), мутность которой изменяли, варьируя соотношение концентраций воды и чернил. На рис. 5 представлены результаты исследования изменения погрешности измерения $\delta n_{\text{ж}}$ текущей жидкости от её мутности $T_{\text{ур}}$. Установленное предельное значение мутности среды, при котором погрешность измерения разработанного прибора не превышает 10^{-4} , составило 102,44 FNU.

Закключение. Результаты исследований показали, что применение разработанной конструкции проточного рефрактометра с вертикальным участком трубопровода в совокупности с реализованным методом измерения показателя преломления жидкости позволяет контролировать состояние как текущей, так и стационарной среды мутностью менее 102,44 FNU с погрешностью менее 10^{-4} . Установлено, что погрешность измерения показателя преломления $\delta n_{\text{ж}}$ текущей среды в разработанной конструкции проточного рефрактометра не зависит от скорости течения жидкости в трубопроводе. Основной вклад в погрешность рефрактометра вносят погрешности определения диаметра трубопровода $\delta D_{\text{ц}}$ и расстояния δL_3 от внешней стенки трубопровода до фоточувствительного слоя фотодиодной линейки. При увеличении толщины стенок трубопровода (что может потребоваться для обеспечения безопасности технологических процессов) увеличится также вклад соответствующей погрешности.

Использование разработанного рефрактометра в отличие других моделей проточных рефрактометров, особенно работающих на явлении ПВО, позволяет измерять показатель преломления текущей жидкости в широком диапазоне её изменения, так как все ограничения связаны только с двумя факторами.

Первый фактор – перемещение фотодиодной линейки по вертикали в пределах не более 20 см вдоль оси трубопровода. Проведённые эксперименты показали, что этого расстояния достаточно для обеспечения измерения показателей преломления жидкостей и их смесей с мутностью менее 102,44 FNU, используемых в настоящее время как в промышленности, фармацевтике, энергетике, так и в научных исследованиях. Например, разработанным рефрактометром можно контролировать состояние текущего потока финилгидразина с показателем преломления 1,6105, который используется в медицинской промышленности при производстве лекарственных препаратов (например, антипирин или амидопирин). В настоящее время контроль состояния этого вещества в текущем потоке вызывает большие сложности.

Второй фактор – температура плавления прозрачного материала, из которого изготовлена цилиндрическая

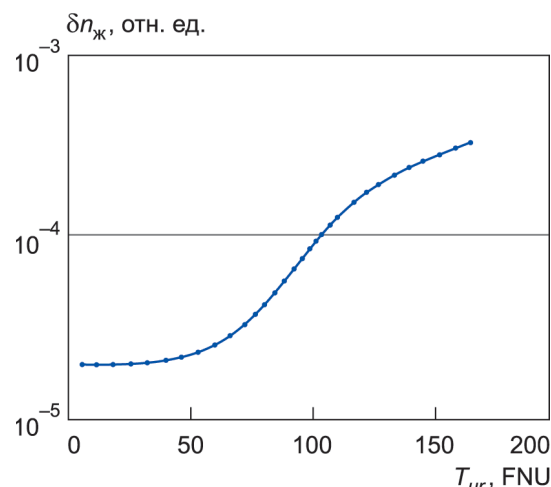


Рис. 5. Зависимость изменения погрешности $\delta n_{\text{ж}}$ измерения показателя преломления текущей жидкости от её мутности $T_{\text{ур}}$ при температуре $T=20,3$ °C

Fig. 5. The dependence of the change of the measuring error δn_l to flowing liquid from its turbidity T_{ur} for $T=20.3$ °C

вставка в трубопровод. Разработка новых термоустойчивых оргстекло с температурой размягчения более 400 °C существенно расширит возможности применения разработанного рефрактометра.

Список литературы

1. Davydov R. V., Antonov V. I., Yushkova V. V., Grebenikova N. M., *Journal of Physics: Conference Series*, 2019, vol. 1236 (1), pp. 012079. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1236/1/012079>
2. Давыдов В. В., Величко Е. Н., Дудкин В. И., Карсеев А. Ю. Ядерно-магнитный релаксометр для экспресс-контроля состояния конденсированных сред // Приборы и техника эксперимента. 2015. № 2. С. 72–76. <https://doi.org/10.7868/S0032816215020068>
3. Grebenikova N. M., Davydov R. V., Rud V. Y., *Journal of Physics: Conference Series*, 2019, vol. 1326(1), pp. 012012. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1326/1/012012>
4. Марусина М. Я., Базаров Б. А., Силаев А. А., Марусин Н. П., Закемовская Е. Ю., Гилев А. Г., Алексеев А. В. Магнитная система на основе постоянных магнитов для расходомера многофазных текучих сред // Измерительная техника. 2014. № 4. С. 62–65.
5. Давыдов В. В., Мязин Н. С., Кирюхин А. В. Ядерно-магнитные расходомеры-релаксометры для контроля расхода и состояния теплоносителя и питательной воды на АЭС // Атомная энергия. 2019. Т. 127, № 5. С. 250–255.
6. Карабегов М. А. Автоматические рефрактометры разностной призмы для контроля технологических процессов // Измерительная техника. 2007. № 6. С. 31–36.
7. Davydov R. V., Mazing M. S., Yushkova V. V., Stimanov A. V., Rud V. Yu., *Journal of Physics: Conference Series*, 2019, vol. 1410 (1), p. 012067. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1410/1/012067>

8. Давыдов В. В., Дудкин В. И., Карсеев А. Ю. Управление контуром линии нутации в ядерно – магнитных расходомерах // Известия высших учебных заведений. Физика. 2015. Т. 58. № 2. С. 8–13.

9. Gryznova E., Grebenikova N., Ivanov D., Bykov V., *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 2019, vol. 390 (1), pp. 012044. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/390/1/012044>

10. Дьяченко С. В., Кондрашкова И. С., Жерновой А. И. Исследование сидемментации ферромагнитных наночастиц в магнитной жидкости методом ЯМР // Журнал технической физики. 2017. Т. 87. Вып. 10. С. 1596–1598. <https://doi.org/10.21883/JTF.2017.10.45007.2213>

11. Давыдов В. В. О некоторых особенностях исследования ядерным магнитным резонансом потоков жидких сред // Оптика и спектроскопия. 2016. Т. 120. № 1. С. 20–27. <https://doi.org/10.7868/S0030403416070096>

12. Марусина М. Я., Базаров Б. А., Галайдин П. А., Марусин М. П., Силаев А. А., Закемовская Е. Ю., Мустафаев Ю. Н. Синтез градиентной системы мультифазного расходомера // Измерительная техника. 2014. № 5. С. 68–72.

13. Давыдов В. В., Дудкин В. И., Карсеев А. Ю., Вологдин В. А. Особенности применения метода ядерно–магнитной спектроскопии для исследования потоков жидких сред // Журнал прикладной спектроскопии. 2015. Т. 82. № 6. С. 898–902.

14. Вельт И. Д., Дьяконова Е. А., Михайлова Ю. В., Терехина Н. В. Магнитный расходомер для быстрых натриевых реакторов // Атомная энергия. 2017. Т. 122, № 4. С. 250–255.

15. Карабегов М. А. Метрологические характеристики рефрактометров полного внутреннего отражения // Измерительная техника. 2004. № 4. С. 50–54

16. Карабегов М. А. О некоторых информационных возможностях аналитических приборов // Измерительная техника. 2011. № 10. С. 65–71.

17. Давыдов В. В., Гребеникова Н. М., Смирнов К. Я. Оптический метод контроля состояния текущих сред с низкой прозрачностью и крупными вкраплениями. // Измерительная техника. 2019. № 6. С. 37–43. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2019-6-37-43>

18. Шур В. Л., Найденов А. С., Лукин А. Я., Лейбенгард Г. И. Жидкостный автоколлимационный рефрактометр. // Измерительная техника. 2006. № 8. С. 50–53.

19. Vishnyakov G. N., Fricke A., Parkhomenko N. M., Hori Y., Pisani M., *Metrologia*, 2016, vol. 53, pp. 02001. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/53/1A/02001>

20. Вишняков Г. Н., Корнышева С. В. Обеспечение единства измерений в рефрактометрии твердых, жидких и газообразных веществ // Измерительная техника. 2005. № 11. С. 40–42.

21. Grebenikova N., Moroz A., Bylina M., Kuzmin M., *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2019, vol. 497, no. 1, pp. 012109. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/497/1/012109>

22. Карабегов М. А. Пути повышения точности аналитических приборов // Измерительная техника. 2009. № 4. С. 54–59.

23. Grebenikova N. M., Myazin N. S., Rud V. Yu., Davydov R. V., *Proceedings of the 2018 IEEE International Conference on Electrical*

Engineering and Photonics (EExPolytech), 2018, vol. 8564409, pp. 295–297. <https://doi.org/10.1109/EExPolytech.2018.8564409>

24. Grebenikova N. M., Rud V. Y., *Journal of Physics: Conference Series*, 2019, vol. 1410, no. 1, pp. 012186. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1410/1/012186>

25. Карабегов М. А., Комарков Ю. И., Хуршудян С. А. Влияние оптической плотности жидкости на погрешность дифференциального рефрактометра // Измерительная техника. 1981. № 3. С. 64–66.

26. Давыдов В. В., Мороз А. В. Исследование рефрактометром дифференциального типа влияния оптической плотности текущей жидкости на погрешность измерения показателя преломления // Оптика и спектроскопия. 2020. Т. 128. № 9. С. 1303–1308. <https://doi.org/10.21883/OS.2020.09.49869.133-20>

27. Grebenikova N. M., Smirnov K. J., *Journal of Physics: Conference Series*, 2019, vol. 1368 (2), p. 022057. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1368/2/022057>

28. Chen J., Guo W., Xia M., Li W., Yang K., *Optics Express*, 2018, vol. 26, iss. 20, pp. 25510–25523. <https://doi.org/10.1364/OE.26.025510>

29. Золотарев В. М., Морозов В. Е., Смирнова Е. В. Оптические постоянные природных и технических сред. СПб.: Изд-во «Лань». 2008.

30. Calhoun W. R., Maeta H., Combs A., Bali L. M., Bali S., *Optics Letters*, 2010, vol. 35, iss. 8, pp. 1224–1226. <https://doi.org/10.1364/OL.35.001224>

References

1. Davydov R. V., Antonov V. I., Yushkova V. V., Grebenikova N. M., *Journal of Physics: Conference Series*, 2019, vol. 1236 (1), p. 012079. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1236/1/012079>

2. Davydov V. V., Velichko E. N., Dudkin V. I., Karseev A. Y., *Instruments and Experimental Techniques*, 2015, vol. 58, no. 2, pp. 234–238. <https://doi.org/10.1134/S0020441215020062>

3. Grebenikova N. M., Davydov R. V., Rud V. Y., *Journal of Physics: Conference Series*, 2019, vol. 1326(1), pp. 012012. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1326/1/012012>

4. Marusina M. Ya., Bazarov B. A., Galaidin P. A., Silaev A. A., Marusin M. P., Zakemoskya E. Yu., Gilev A. G. and Alekseev A. V., *Measurement Techniques*, 2014, vol. 57, no. 4, pp. 461–465. <https://doi.org/10.1007/s11018-014-0478-0>

5. Davydov V. V., Myazin N. S., Kiryukhin A. V., *Atomic Energy*, 2020, vol. 127, pp. 274–279. <https://doi.org/10.1007/s10512-020-00623-5>

6. Karabegov M. A., *Measurement Techniques*, 2007, vol. 50, no. 6, pp. 619–628. <https://doi.org/10.1007/s11018-007-0120-5>

7. Davydov R. V., Mazing M. S., Yushkova V. V., Stimanov A. V., Rud V. Yu., *Journal of Physics: Conference Series*, 2019, vol. 1410 (1), p. 012067. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1410/1/012067>

8. Davydov V. V., Dudkin V. I., Karseev A. Y. *Russian Physics Journal*, 2015, vol. 58, no. 2, pp. 146–152. <https://doi.org/10.1007/s11182-015-0475-z>

9. Gryznova E., Grebenikova N., Ivanov D., Bykov V., *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 2019, vol. 390 (1), pp. 012044. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/390/1/012044>

10. D'yachenko S. V., Kondrashkova I. S. and Zhernovoi A. I., *Technical Physics*, 2017, vol. 62, no. 10, pp. 1602–1604.
<https://doi.org/10.1134/S1063784217100097>
11. Davydov V. V., *Optics and Spectroscopy*, 2016, vol. 121, no. 1, pp. 18–24. <https://doi.org/10.1134/S0030400X16070092>
12. Marusina M. Y., Bazarov B. A., Galaidin P. A., Marusin M. P., Silaev A. A., Zakemovskaya E. Y. and Mustaev Y. N., *Measurement Techniques*, 2014, vol. 57, no. 5, pp. 580–586.
<https://doi.org/10.1007/s11018-014-0501-5>
13. Davydov V. V., Dudkin V. I., Karseev A. Yu. and Vologdin V. A., *Journal of Applied Spectroscopy*, 2015, vol. 82, no. 6, pp. 1013–1019.
<https://doi.org/10.1007/s10812-016-0220-6>
14. Vel't I. D., D'yakonova E. A., Mikhailova Y. V., Terekhina N. V., *Atomic Energy*, 2017, vol. 122, pp. 243–251.
<https://doi.org/10.1007/s10512-017-0262-8>
15. Karabegov M. A., *Measurement Techniques*, 2004, vol. 47, no. 11, pp. 1106–1112. <https://doi.org/10.1007/s11018-005-0069-1>
16. Karabegov M. A., *Measurement Techniques*, 2011, vol. 53, no. 10, pp. 1174–1181. <https://doi.org/10.1007/s11018-011-9637-8>
17. Davydov V. V., Grebenikova N. M., and Smirnov K. J., *Measurement Techniques*, 2019, vol. 62, no. 6, pp. 519–526.
<https://doi.org/10.1007/s11018-019-01655-5>
18. Shur V. L., Naidenov A. S., Lukin A. J. and Leibengardt G. L., *Measurement Techniques*, 2006, vol. 49, no. 6, pp. 815–819.
<https://doi.org/10.1007/s11018-006-0194-5>
19. Vishnyakov G. N., Fricke A., Parkhomenko N. M., Hori Y., Pisani M., *Metrologia*, 2016, vol. 53, no 1A, pp. 02001.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/53/1A/02001>
20. Vishnyakov G. N., Kornysheva S. V., *Measurement Techniques*, 2005, 48(11), pp. 1099–1102.
<https://doi.org/10.1007/s11018-006-0027-6>
21. Grebenikova N., Moroz A., Bylina M., Kuzmin M., *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2019, vol. 497, no. 1, pp. 012109.
<https://doi.org/10.1088/1757-899X/497/1/012109>
22. Karabegov M. A., *Measurement Techniques*, 2009, vol. 52, no. 4, pp. 416–423. <https://doi.org/10.1007/s11018-009-9279-2>
23. Grebenikova N. M., Myazin N. S., Rud V. Yu., Davydov R. V., *Proceedings of the 2018 IEEE International Conference on Electrical Engineering and Photonics (EExPolytech)*, 2018, vol. 8564409, pp. 295–297. <https://doi.org/10.1109/EExPolytech.2018.8564409>
24. Grebenikova N. M., Rud V. Y., *Journal of Physics: Conference Series*, 2019, vol. 1410, no. 1, pp. 012186.
<https://doi.org/10.1088/1742-6596/1410/1/012186>
25. Karabegov M. A., Komrakov Yu. I. and Khurshudyan S. A., *Measurement Techniques*, 1981, vol. 24, no. 2, pp. 248–250.
<https://doi.org/10.1007/BF00831136>
26. Davydov V. V., Moroz A. V. *Optics and Spectroscopy*, 2020, vol. 128, no. 9, pp. 1415–1420.
<https://doi.org/10.1134/S0030400X20090076>
27. Grebenikova N. M., Smirnov K. J., *Journal of Physics: Conference Series*, 2019, vol. 1368 (2), p. 022057.
<https://doi.org/10.1088/1742-6596/1368/2/022057>
28. Chen J., Guo W., Xia M., Li W., Yang K., *Optics Express*, 2018, vol. 26, iss. 20, pp. 25510–25523.
<https://doi.org/10.1364/OE.26.025510>
29. Zolotarev V. M., Morozov V. E. and Smirnova E. V. *Optical constants of natural and technical media*, St. Petersburg, Lan' Publ., 2008. (In Russ.)
30. Calhoun W. R., Maeta H., Combs A., Bali L. M., Bali S., *Optics Letters*, 2010, vol. 35, iss. 8, pp. 1224–1226.
<https://doi.org/10.1364/OL.35.001224>

Статья поступила в редакцию 12.11.2021; принята к публикации 02.12.2020.

Измерение температуры пенобетона при термообработке микроволновым излучением

Александр Владимирович Мамонтов¹, Владимир Николаевич Нефёдов^{2✉}, Игорь Васильевич Назаров³, Валентин Павлович Симонов⁴, Сергей Анатольевич Хриткин⁵

¹ Научно-исследовательский институт перспективных материалов и технологий, Москва, Россия, niipmt@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-4229-0734>

^{2, 3, 4, 5} Национальный исследовательский университет «Высшая школа экономики», Москва, Россия

²6034348@mail.ru✉, <https://orcid.org/0000-0001-9753-7389>

³<http://orcid.org/0000-0002-8869-1920>

⁴<http://orcid.org/0000-0002-1769-9327>

⁵<http://orcid.org/0000-0002-6941-4725>

Аннотация. Рассмотрена актуальная задача снижения энергетических затрат технологического процесса тепловой обработки плиты из пенобетона. Показано, что для решения поставленной задачи целесообразно использовать в качестве источника теплоты энергию микроволнового излучения. Рассмотрены основные преимущества микроволнового метода тепловой обработки плиты из пенобетона по сравнению с традиционными методами. Разработана конструкция микроволновой установки для тепловой обработки плит из пенобетона. Источники микроволнового излучения разработанной установки имеют выводы энергии в виде раскрыва прямоугольных волноводов, которые используются в качестве излучающих антенн. Для расчёта распределения температуры на поверхности плиты из пенобетона использован метод Гюйгенса-Кирхгофа, а для расчёта распределения температуры по толщине плиты из пенобетона – метод нагруженных длинных линий. Предложена методика измерения распределения температуры плиты из пенобетона. Представлены результаты теоретических и экспериментальных исследований распределения температуры по поверхности и по толщине плиты из пенобетона шириной 1500 мм, высотой 1000 мм и толщиной 200 мм, плотностью 1000 кг/м³ на частоте колебаний электромагнитного поля 2450 МГц. Полученные экспериментальные результаты показали высокую эффективность использования микроволнового излучения для технологических процессов тепловой обработки плиты из пенобетона. Технологии с использованием микроволнового излучения могут быть использованы для тепловой обработки изделий из бетона, железобетона и полимерных композиционных материалов.

Ключевые слова: микроволновое излучение, электродинамическая система, пенобетон, распределение температуры, диэлектрический материал, источник микроволновой энергии

Для цитирования: Мамонтов А. В., Нефёдов В. Н., Назаров И. В., Симонов В. П., Хриткин С. А. Измерение температуры пенобетона при термообработке микроволновым излучением // Измерительная техника. 2021. № 4. С. 44–48. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-4-44-48>

The foam concrete temperature measuring during its microwave heat treatment

Alexandr V. Mamontov¹, Vladimir N. Nefedov^{2✉}, Igor V. Nazarov³, Valentin P. Simonov⁴, Sergey A. Khritkin⁵

¹ Research Institute of Advanced Materials and Technology, Moscow, Russia, niipmt@mail.ru, <http://orcid.org/0000-0002-4229-0734>

^{2, 3, 4, 5} National Research University Higher School of Economics, Moscow, Russia

²6034348@mail.ru✉, <https://orcid.org/0000-0001-9753-7389>

³<http://orcid.org/0000-0002-8869-1920>

⁴<http://orcid.org/0000-0002-1769-9327>

⁵<http://orcid.org/0000-0002-6941-4725>

Abstract. The actual problem of accelerating and reducing the energy costs of the foam concrete slabs heat treatment technological process is considered. It is shown that to solve this problem, it is advisable to use the microwave radiation energy as a heat source. The main advantages of the microwave method of foam concrete slabs heat treatment in comparison with traditional methods are considered. The design of a microwave installation for the foam concrete slabs heat treatment has been developed. The installed microwave radiation sources have energy outputs in the form of a rectangular waveguide openings, which are used as radiating antennas. Huygens-Kirchhoff method was used to calculate the temperature distribution on the foam concrete slab surface; the method of loaded long lines was used to calculate the temperature distribution over the foam concrete slab thickness. A method for measuring the foam concrete slab temperature distribution is proposed. The results of theoretical and experimental temperature distribution studies on the surface and the cross-section of foam concrete slab with a width of 1500 mm, a height

of 1000 mm and a thickness of 200 mm, a density of 1000 kg/m³ on the electromagnetic fields oscillation frequency of 2450 MHz are shown. The obtained experimental results showed a high efficiency of using microwave radiation for the foam concrete slabs heat treatment technological processes. Microwave technologies can be used for heat treatment of products made of concrete, reinforced concrete and polymer composite materials.

Keywords: microwave radiation, electrodynamic system, foam concrete, temperature distribution, dielectric material, microwave energy source

Введение. Изделия из пенобетона используются в различных областях строительной индустрии [1–3]. Современные тенденции развития производства изделий из пенобетона направлены на ускорение их твердения, снижение энергетических затрат и повышение прочности [4–5].

Традиционные методы тепловой обработки плит из пенобетона включают следующие этапы технологического процесса [6–8]:

нагрев плиты из пенобетона и её опалубки до оптимального значения температуры +70 °С с использованием пара или электронагревательных установок;

поддержание оптимального значения температуры плиты из пенобетона и материала опалубки в течение времени, которое необходимо до получения распалубочной прочности плиты.

Пенобетон обладает низкой теплопроводностью, поэтому традиционные методы нагрева плиты из пенобетона сопровождаются большими энергетическими и временными затратами. Перепад температуры от внешних слоёв к внутренним слоям плиты из пенобетона не позволяет реализовать высокую скорость технологического процесса, а возникающие внутренние напряжения между внешними и внутренними слоями нагреваемой плиты приводят к различным дефектам внутренней структуры пенобетона и снижают прочностные характеристики получаемых изделий [6–8].

Результаты научных исследований по ускоренному набору прочности плит из пенобетона показали высокую эффективность использования для этих целей энергии микроволнового излучения [9–11]. Применение микроволнового излучения позволяет значительно повысить экономические показатели технологического процесса.

В научных публикациях [10–12] показано, что микроволновый метод по сравнению с традиционными методами тепловой обработки плит из пенобетона имеет следующие преимущества:

микроволновое излучение проникает мгновенно вглубь плиты из пенобетона независимо от теплопроводности материала и значительно ускоряет протекание реакции гидратации с выделением теплоты внутри обрабатываемого материала плиты;

объёмный характер нагрева плиты из пенобетона ускоряет технологические процессы в несколько раз и не приводит к появлению внутренних напряжений и других механических дефектов структуры пенобетона;

технологический процесс тепловой обработки плиты из пенобетона не инерционен, поэтому его можно автоматизировать;

микроволновое излучение не нагревает окружающее пространство – воздух, что существенно снижает энергетические затраты на технологический процесс ускоренного набора прочности плиты из пенобетона;

в качестве опалубки для плиты из пенобетона целесообразно использовать теплоизоляционный материал с малыми диэлектрическими потерями, так как это позволяет не учитывать отдачу теплоты в окружающее пространство и приводит к уменьшению энергетических затрат;

использование теплоизоляционного материала с малыми диэлектрическими потерями для изготовления опалубки, например из полипропилена или фторопласта, позволяет снизить энергетические затраты на поддержание номинального значения температуры в плите из пенобетона в течение времени, необходимого для набора требуемой распалубочной прочности.

Конструкция и параметры микроволновой установки.

Для тепловой обработки плиты из пенобетона размером 1000×1500×200 мм предложена микроволновая установка лучевого типа [13, 14].

На рис. 1 представлено поперечное сечение конструкции микроволновой установки лучевого типа для равномерного нагрева плиты из пенобетона. Микроволновая установка состоит из выполненной из металла прямоугольной рабочей камеры 1 со съёмной крышкой 4. На двух противоположных боковых поверхностях рабочей камеры расположены

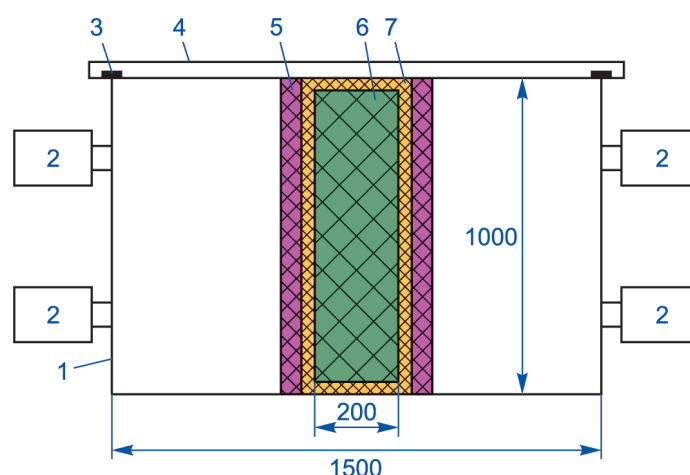


Рис. 1. Поперечное сечение микроволновой установки лучевого типа для равномерного нагрева плиты из пенобетона:

1 – рабочая камера; 2 – источники микроволнового излучения; 3 – металлическая пружинная прокладка; 4 – верхняя крышка рабочей камеры; 5 – направляющие фиксаторы плиты из пенобетона; 6 – плита из пенобетона; 7 – опалубка плиты

Fig. 1. Cross-section of the beam type microwave installation for uniform heating of the foam concrete slab:

1 – working chamber; 2 – microwave radiation source; 3 – metal spring gasket; 4 – top cover; 5 – guide clamps for the foam concrete slab; 6 – foam concrete slab; 7 – formwork for the foam concrete slab

источники микроволнового излучения 2. Крышка опирается на фланец, на котором расположена специальная пружинистая прокладка 3 из металла, предотвращающая выход микроволнового излучения из рабочей камеры во внешнее пространство. На двух других противоположных боковых поверхностях рабочей камеры расположены специальные направляющие 5 для фиксации плиты из пенобетона. Направляющие выполнены из материала с малыми диэлектрическими потерями.

Микроволновая установка работает следующим образом. Плита из пенобетона 6, которая расположена в опалубке 7, выполненной из теплоизоляционного материала с малыми диэлектрическими потерями, например из фторопласта или полипропилена, помещается в рабочую камеру. Затем опускается крышка, включаются источники микроволнового излучения.

При достижении плитой из пенобетона оптимальной температуры +70 °С с рабочей камеры микроволновой установки снимается крышка, опалубка с плитой пенобетона извлекается из камеры и переносится на определённое время в тёплое помещение, где плита из пенобетона набирает распалубочную прочность. Плита из пенобетона расположена в опалубке из теплоизоляционного материала, которая играет роль термоса.

Основные параметры микроволновой установки
лучевого типа для ускоренного отверждения плиты
из пенобетона

Мощность микроволнового излучения	9,6 кВт
Частота колебаний электромагнитного поля.....	2450 МГц
Размеры рабочей камеры установки (Д×Ш×В) ...	1500×1500×1000 мм
Масса плиты из пенобетона	300 кг
Время нагрева плиты от +20 °С до +70 °С	22 мин
Размеры плиты (Д×Ш×В).....	1500×1000×200 мм
Теплоёмкость пенобетона	0,84 Дж/(г·°С)
Плотность пенобетона	1000 кг/м ³
Относительная диэлектрическая проницаемость пенобетона:	
мнимая часть ε''	0,13
действительная часть ε'	4,5
Теплопроводность пенобетона.....	0,14 Вт/(м·°С)

Расположение источников микроволнового излучения на боковых стенках рабочей камеры микроволновой установки лучевого типа должно обеспечить равномерное распределение температуры на поверхности плиты из пенобетона площадью 1,5 м².

В качестве источника микроволнового излучения использован источник, работающий на частоте колебаний электромагнитного поля 2450 МГц, массой 12 кг, длиной 400 мм, шириной 200 мм и высотой 200 мм. Вывод энергии микроволнового излучения из источника осуществляется с использованием антенны в виде раскрыва прямоугольного волновода поперечным сечением 72×34 мм.

Расчёт распределения температуры на поверхности плиты из пенобетона. При расчёте диаграммы направленности излучения микроволновой мощности из раскрыва

прямоугольного волновода использован метод Гюйгенса-Кирхгофа [15].

Метод расчёта Гюйгенса-Кирхгофа применяли с учётом следующих основных предположений:

электромагнитное поле в раскрыве прямоугольного волновода остается невозмущённым, т. е. структура поля такая же, как и в прямоугольном волноводе на основном типе волны H_{10} ;

отсутствуют затекающие на наружную поверхность прямоугольного волновода токи;

отсутствует отражённая обратно внутрь волновода волна.

При этих предположениях диаграммы направленности микроволнового излучения из раскрыва прямоугольного волновода выражаются следующими функциями в плоскостях E , H соответственно [15]:

$$F_E = \left[1 + \sqrt{1 - (\lambda/(2a))^2} \cos \theta \right] \frac{\sin(kb \sin \theta / 2)}{kb \sin \theta / 2};$$

$$F_H = \left[\cos \theta + \sqrt{1 - (\lambda/(2a))^2} \right] \frac{\cos(ka \sin \theta / 2)}{1 - (2a \sin \theta / \lambda)^2},$$

где λ – длина волны источника микроволнового излучения; a , b – размеры соответственно широкой и узкой стенок волновода; θ – угол, составляющий интересующее направление относительно направления распространения энергии в прямоугольном волноводе; $k = 2\pi/\lambda$ – волновое число свободного пространства.

Распределение мощности микроволнового излучения из раскрыва прямоугольного волновода описывается функциями в плоскостях E , H параллельно узкой или широкой стенкам волновода соответственно:

$$|F_E|^2 = \left[\left[1 + \sqrt{1 - (\lambda/(2a))^2} \cos \theta \right] \frac{\sin(kb \sin \theta / 2)}{kb \sin \theta / 2} \right]^2; \quad (1)$$

$$|F_H|^2 = \left[\left[\cos \theta + \sqrt{1 - (\lambda/(2a))^2} \right] \frac{\cos(ka \sin \theta / 2)}{1 - (2a \sin \theta / \lambda)^2} \right]^2. \quad (2)$$

При расчёте распределения температуры на поверхности плиты из пенобетона использованы выражения (1), (2).

Расчёт распределения температуры по толщине плиты из пенобетона. Распределение температуры по толщине плиты из пенобетона рассчитывали методом нагруженных длинных линий [13, 14]:

$$T(z) = T(0)e^{-2\alpha z},$$

где $T(z)$ – температура плиты из пенобетона на расстоянии z от поверхности в направлении распространения энергии электромагнитного поля; $T(0) = +70$ °С – номинальное значение температуры на поверхности плиты из пенобетона; $\alpha = \pi \varepsilon'' / (\lambda \sqrt{\varepsilon'})$ – постоянная затухания амплитуды напряжённости электрического поля в материале плиты [13], ε' , ε'' – действительная и мнимая части относительной диэлектрической проницаемости пенобетона.

Распределение температуры по толщине плиты из пенобетона происходит по экспоненциальному закону. Сложение двух экспоненциальных зависимостей распределения температуры по толщине плиты из пенобетона от источников микроволнового излучения в микроволновой установке лучевого типа удовлетворяет требованиям технологического процесса.

Методика измерения температуры на поверхности плиты из пенобетона. На рис. 2 показана плита из пенобетона размером 1500×1000 мм и указаны характерные расстояния между источниками микроволнового излучения и точками, в которых измеряли температуру плиты.

Плиту нагревали до номинального значения температуры +70 °С. Затем плиту поднимали из микроволновой установки, снимали опалубку с боковой поверхности плиты и измеряли температуру в точках, показанных на рис. 2. Температуру измеряли в местах проекции расположения выводов энергии источников микроволнового излучения, между источниками и на краях плиты.

Методика измерения температуры по толщине плиты из пенобетона. Измерение распределения температуры по толщине плиты из пенобетона заключалось в том, что после нагрева поверхности плиты до оптимальной температуры +70 °С на разную глубину в плиту из пенобетона помещали термометр с чувствительным элементом в виде термодары.

Температуру измеряли в местах проекции расположения излучающих волноводов источников микроволнового излучения, и между источниками на разных глубинах: 25; 50; 75; 100 мм с каждой стороны плиты.

Результаты рассчитанного и измеренного распределения температуры плиты из пенобетона. Равномерное распределение температуры на поверхности плиты из пенобетона получено на расстоянии 650 мм от стенки камеры микроволновой установки. Номинальное значение температуры на поверхности плиты +70 °С достигнуто при условии, что на боковой стенке рабочей камеры установлено шесть источников микроволнового излучения выходной мощностью 0,8 кВт каждый. Расстояние между источниками микроволнового излучения по длине и высоте боковой стенки рабочей камеры микроволновой установки составляло 500 мм, а расстояние от центра волновода источников до края плиты из пенобетона – 250 мм. При этих условиях обеспечивается равномерное распределение температуры по боковой поверхности плиты из пенобетона. Отклонение измеренных значений температуры на поверхности плиты из пенобетона от номинального значения температуры не превышало 4 °С.

На рис. 3 представлены рассчитанные и измеренные распределения температуры по толщине плиты из пенобетона, создаваемые источниками микроволнового излучения, расположенными на обеих боковых стенках рабочей камеры микроволновой установки. Заштрихованная область соответствует области экспериментальных значений температуры материала плиты. Отклонение измеренных значений температуры по толщине плиты пенобетона от номинального значения температуры плиты +70 °С не превышало 5 °С.

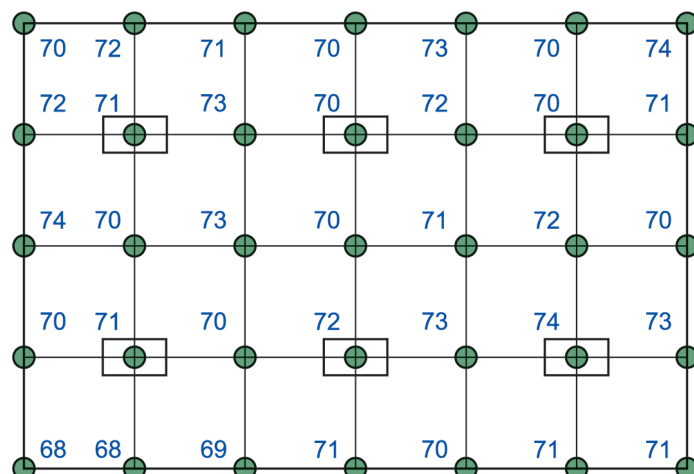


Рис. 2. Распределение измеренных значений температуры (в градусах Цельсия) на поверхности плиты из пенобетона размером 1500×1000 мм; расстояние между источниками микроволнового излучения, расположенными на боковой стенке установки, и точками, в которых производится измерение, составляет 250 мм

Fig. 2. Distribution of measured temperature values (in degrees Celsius) on the surface of a foam concrete slab with dimensions of 1500×1000 mm; the distances between the microwave radiation sources located on the side wall of the installation and the measured points is 250 mm

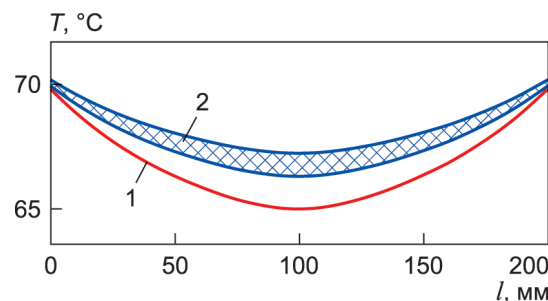


Рис. 3. Рассчитанная зависимость (1) распределения температуры по толщине плиты из пенобетона, создаваемая источниками микроволнового излучения, расположенными на обеих боковых стенках рабочей камеры установки и область (2) экспериментальных значений

Fig. 3. Calculated temperature distribution dependence over the thickness of the foam concrete slab (1) created by the located on both side walls of the microwave installation chamber microwave sources and the range of experimental values (2)

Заключение. Предложена микроволновая установка лучевого типа для высокоэффективного и равномерного нагрева плиты из пенобетона. Показано, что длительность нагрева плиты из пенобетона массой 300 кг от температуры +20 °С до температуры +70 °С составила 22 мин при мощности микроволнового излучения 9,6 кВт. Следовательно, микроволновое излучение позволяет снизить энергетические затраты на нагрев плиты из пенобетона и выдержке её до расплубочной прочности при оптимальной температуре по сравнению с традиционными методами нагрева.

Представлены методы расчёта и методики измерения распределения температуры по толщине и на поверхности

плиты из пенобетона. Расхождение рассчитанных и измеренных значений температуры плиты не превышало 4 °С. Отклонение измеренной температуры от номинального значения на поверхности и по толщине плиты из пенобетона не превышало 5 °С.

Список литературы

1. Гиндин М. Н., Хитров А. В. Технологическая линия для производства мелких стеновых блоков из автоклавного пенобетона на массовом сырье // Строительные материалы. 2003. № 6. С. 4–6.
2. Малинина Л. А., Батраков В. Г. Бетонovedение: настоящее и будущее // Бетон и железобетон. 2003. № 1. С. 2–6.
3. Леонович С. Н., Свиридов Д. В., Шукин Г. А., Беланович Л. Л., Карпушенков С. А., Савенко В. П. Компенсация усадки пенобетона // Строительные материалы. 2015. № 3. С. 3–7.
4. Субханкулова Э. Р., Кондратьев В. В., Морозова Н. Н., Хозин В. Г. Трещинообразование пенобетона плотностью 200 кг/м³ // Строительные материалы. 2006. № 1. С. 46–47.
5. Ружинский С. Р., Портник А. А., Савиных А. В. Все о пенобетоне. СПб.: Строй Бетон, 2006. 630 с.
6. Шахова Л. Д. Технология пенобетона. Теория и практика. Монография. М.: Изд-во Ассоциации строительных вузов, 2010. 248 с.
7. Удачкин И. Б. Ключевые проблемы развития производства пенобетона // Строительные материалы. 2002. № 3. С. 8–9.
8. Ахундов А. А., Удачкин В. И. Перспективы совершенствования технологии пенобетона // Строительные материалы. 2002. № 3. С. 10–11.
9. Нefедов В. Н., Мамонтов А. В. Тепловая обработка бетона с использованием микроволнового излучения // Материалы международной научно-технической конференции «Инновационные информационные технологии», Прага-2013. М.: ФGAУ ГНИИ ИТТ «Информика», 2013. С. 258–264.
10. Нefедов В. Н., Мамонтов А. В. Применение микроволнового излучения для тепловой обработки бетона // Материалы международной конференции «СВЧ-техника и телекоммуникационные технологии». Севастополь, 2015. С. 944–945.
11. Mamontov A. V., Nefedov V. N., Simonov V. P., Chechetkin A. A., Microwave Method of Curing of Concrete, *T-Comm: Telecommunications and transport*, 2016, vol. 10, no. 8, pp. 79–82.
12. Ревенко Б. С. Получение ячеистых бетонов с привлечением СВЧ-технологий // Молодой ученый. 2017. № 14. С. 118–119.
13. Архангельский Ю. С. Установки сверхвысокочастотного диэлектрического нагрева: учебник. Саратов: Саратовский государственный технический университет, 2010. 279 с.
14. Нefедов В. Н., Мамонтов А. В., Симонов В. П. Измерение температуры стенок композитных труб при термообработке в СВЧ-установках типа бегущей волны // Измерительная техника. 2016. № 8. С. 45–48.
15. Мамонтов А. В., Резник С. В., Нefедов В. Н., Гузева Т. А. Методы снижения уровня побочных излучений от СВЧ-установок

лучевого типа для термообработки материалов // Технологии электромагнитной совместимости. 2013. № 3. С. 24–28.

References

1. Gindin M. N., Khitrov A. V., Tekhnologicheskaya liniya dlya proizvodstva melkikh stenovykh blokov iz avtoklavnoy penobetona na massovom syr'e, *Construction Materials*, 2003, no. 6, pp. 4–6 (In. Russ.)
2. Malinina L. A., Batrakov V. G., Betonovedenie: nastoyashchee i budushchee, *Beton i zhelezobeton*, 2003, no. 1, pp. 2–6. (In. Russ.)
3. Leonovich S. N., Sviridov D. V., Shchukin G. L., Belanovich A. L., Karpushenkov S. A., Savenko V. P., Kompensatsiya usadki penobetona, *Construction Materials*, 2015, no. 3, pp. 3–7. (In. Russ.)
4. Subkhankulova E. R., Kondrat'ev V. V., Morozova N. N., Khozin V. G., Treshchinoobrazovanie penobetona plotnost'yu 200 kg/m³, *Construction Materials*, 2006, no. 1, pp. 46–47. (In. Russ.)
5. Ruzhinskii S. R., Portik A. A., Savinykh A. V., *Vse o penobetone*, St. Petersburg, StroiBeton Publ., 2006, 630 p. (In. Russ.)
6. Shakhova L. D., *Tekhnologiya penobetona. Teoriya i praktika. Monografiya*, Moscow, Assotsiatsii stroitel'nykh vuzov Publ., 2010, 248 p. (In. Russ.)
7. Udachkin I. B., Klyuchevye problem razvitiya proizvodstva penobetona, *Construction Materials*, 2002, no. 3, pp. 8–9. (In. Russ.)
8. Akhundov A. A., Udachkin V. I., Perspektivy sovershenstvovaniya tekhnologii penobetona, *Construction Materials*, 2002, no. 3, pp. 10–11. (In. Russ.)
9. Nefedov V. N., Mamontov A. V., Teplovaya obrabotka betona s ispol'zovaniem mikrovolnovogo izlucheniya, *Proceedings of the Conference Scientific and Technical "Innovatsionnye informatsionnye tekhnologii"*, Praga-2013, Moscow, FGAU GNII ITT "Informika" Publ., 2013, pp. 258–264. (In. Russ.)
10. Nefedov V. N., Mamontov A. V., The concrete treatment with the use of microwave radiation, *Proceedings of the 25th International Conference "Microwave & Telecommunication Technology" (CriMiCo'2015)*, 6–12 September, Sevastopol, 2015, pp. 944–945.
11. Mamontov A. V., Nefedov V. N., Simonov V. P., Chechetkin A. A., Microwave Method of Curing of Concrete, *T-Comm: Telecommunications and transport*, 2016, vol. 10, no. 8, pp. 79–82.
12. Revenko B. S., Poluchenie yacheistyykh betonov s privlecheniem SVCH-tekhnologii, *Molodoi uchenyi*, 2017, no. 14, pp. 118–119. (In. Russ.)
13. Arkhangel'skii Yu. S., Ustanovki sverkhvysokochastotnogo dielektricheskogo nagreva: uchebnik, Saratov, Yuri Gagarin State Technical University of Saratov Publ., 2010, 279 p. (In. Russ.)
14. Nefedov V. N., Mamontov A. V., Simonov V. P., *Measurement Techniques*, 2016, vol. 59, no. 8, pp. 856–860. <https://doi.org/10.1007/s11018-016-1057-3>
15. Mamontov A. V., Reznik S. V., Nefedov V. N., Guzeva T. A., Metody snizheniya urovnya pobochnykh izlucheniit ot SVCH-ustanovok lucheвого tipa dlya termoobrabotki materialov, *Technologies of electromagnetic compatibility*, 2013, no. 3, pp. 24–28. (In. Russ.)

Статья поступила в редакцию 20.07.2020; принята к публикации 20.08.2020.

Метод измерений показателя динамики эмоционального состояния пользователя по речевому сигналу в режиме реального времени

Людмила Васильевна Савченко¹, Андрей Владимирович Савченко²✉

¹Национальный исследовательский университет «Высшая школа экономики», Нижний Новгород, Россия

¹lsavchenko@hse.ru, ²avsavchenko@hse.ru✉

Аннотация. Рассмотрены проблемы внедрения систем с голосовым интерфейсом для дистанционного обслуживания населения. Эффективность таких систем может быть повышена за счёт автоматического анализа изменений эмоционального состояния пользователя в ходе диалога. Для измерений показателя динамики эмоционального состояния в режиме реального времени предложено использовать эффект звуковой (фонетической) вариативности речи пользователя на интервалах наблюдений небольшой (доли минуты) длительности. На основе теоретико-информационного подхода разработан метод акустических измерений динамики эмоционального состояния в условиях малых выборок с использованием масштабно-инвариантной меры вариаций речевого сигнала в частотной области. Рассмотрен пример практической реализации данного метода в режиме мягкого реального времени. Показано, что в данном случае задержка получения результатов измерений не превышает 10–20 с. Результаты экспериментальных исследований подтвердили высокое быстродействие предложенного метода и его чувствительность к изменениям динамики эмоционального состояния под действием внешних возмущений. Разработанный метод можно использовать при внедрении автоматизированного контроля качества голосовых образцов пользователей единых биометрических систем. Также метод будет полезен для повышения безопасности путём бесконтактного выявления потенциально опасных лиц с краткосрочным нарушением психоэмоционального состояния.

Ключевые слова: измерение динамики эмоционального состояния, акустические измерения, акустика речи, автоматическая обработка речи, проблема малых выборок, теоретико-информационный подход

Для цитирования: Савченко Л. В., Савченко А. В. Метод измерений показателя динамики эмоционального состояния пользователя по речевому сигналу в режиме реального времени // Измерительная техника. 2021. № 4. С. 49–57. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-4-49-57>

The method of real-time acoustic measurement of dynamical changes in the speaker's emotional state

Lyudmila V. Savchenko¹, Andrey V. Savchenko²✉

^{1, 2} HSE University, Nizhny Novgorod, Russia

¹lsavchenko@hse.ru, ²avsavchenko@hse.ru✉

Abstract. In this paper we consider the issues in implementations of interactive voice response systems with remote access. Their efficiency can be improved by automatically analyzing changes in the user's emotional state during the dialogue. In order to measure the indicator of the dynamics of the emotional state in real time, it is proposed to use the effect of sound (phonetic) variability of the user's speech at short intervals (fractions of a minute). The novel method of acoustic measurements in conditions of small samples has been developed based on information-theoretic approach by using a scale-invariant gain-optimized dissimilarity measure of the speech signals in the frequency domain. An example of its practical implementation in soft real time is considered. It is shown that the delay in obtaining the measurement results does not exceed in this case 10–20 sec. The experimental results confirmed the high speed of the proposed method and its sensitivity to changes in the emotional state under the influence of external noise. The proposed method can be used for automated quality control of voice samples of users in unified biometric systems, as well as to improve safety by non-contact identification of potentially dangerous persons with short-term psycho-emotional disorders.

Keywords: measurement of dynamics in emotional state, acoustic measurements, speech acoustics, automatic speech processing, small-sample-size problem, information-theoretic approach

Введение. В связи с бурным развитием информационно-коммуникационных технологий в мире широко распространяются диалоговые системы с голосовым интерфейсом для дистанционного обслуживания населения [1, 2]. Их эффективность в значительной мере зависит от динамики эмоционального состояния пользователей (ДЭС) информационных систем и оперативного выявления изменений

этого состояния в ходе диалога в режиме реального времени [3, 4]. Поэтому актуальными являются измерения показателя ДЭС по речевому сигналу $x(t)$ конечной длительности $T_x < \infty$. Исследования в этом научном направлении осуществляются на протяжении ряда последних лет, однако достигнутой точности измерений показателя ДЭС всё ещё недостаточно для широкого практического

применения систем дистанционного обслуживания населения в режиме речевого диалога [5–8]. Причина не столько в сложности рассматриваемой задачи, сколько в отсутствии до настоящего времени эффективного математического аппарата для её решения. Однако это не относится к автоматической обработке речи [9–12], основанной на математическом аппарате многослойных искусственных нейронных сетей с настройкой под объект наблюдений по технологии глубокого обучения [13]. В данном направлении достигнуты впечатляющие коммерческие результаты – программные разработки Apple (Siri), Google (Voice Search), Microsoft (Cortana) и других мировых производителей, включающие в себя элементы искусственного интеллекта [14, 15]. Однако существует ряд острых проблем, создающих серьёзные препятствия для действительно широкого применения современных речевых технологий [16]. Главная из них – многоресурсность (в смысле повышенных требований к вычислительной мощности используемого оборудования) глубоких нейронных сетей, порождающая проблему быстродействия и, как следствие, практической реализуемости сетевых алгоритмов автоматической обработки речи в задаче измерений показателя ДЭСП в режиме реального времени [17]. С этой главной проблемой тесно связаны проблемы информационной безопасности [18] и малых выборок наблюдений [19, 20], особенно актуальные для систем дистанционного обслуживания пользователей в режиме диалога. Именно в этом направлении исследований сосредоточены в настоящее время усилия большинства авторитетных компаний – разработчиков речевых технологий [1, 12].

Между тем, острота проблемы быстродействия автоматической обработки речи может быть сильно снижена при переходе к автономным (без выхода в сеть Интернет) алгоритмам с настройкой на голос каждого отдельного пользователя [20–22]. Принцип действия таких алгоритмов базируется на фонетическом анализе речи с последовательным членением речевого сигнала на фреймы небольшой ($\tau=10\ldots15$ мс) длительности, не выходящей за пределы длительности минимальных речевых единиц (МРЕ) типа фонем и их аллофонов в устной речи диктора [2, 12]. В них роль многообъёмных (десятки и сотни гигабайт) речевых баз данных выполняют персональные фонетические базы данных, которые формируются на этапе подготовки данных по известной методике [2, 3]. Исследованию в этом актуальном направлении для акустических измерений показателя ДЭСП и посвящена настоящая статья.

Цель работы – определить объективный информационный показатель ДЭСП и разработать метод измерений этого показателя в режиме мягкого реального времени [23]. При учёте известной инерционности эмоционального состояния пользователя во времени [10, 11] задержка результата измерений информационного показателя ДЭСП не должна выходить за пределы долей минуты. Для достижения поставленной цели авторами настоящей статьи применён оригинальный математический аппарат, созданный в рамках информационной теории восприятия речи [24–27].

Постановка задачи. В момент появления сбоев (фальши) в голосе пользователя артикуляция резко меняет динамику. Это естественный эффект от известного насилия человеческой воли над здравым смыслом в критических ситуациях. В поступающем речевом сигнале требуется обнаружить моменты сбоев, вызванных внешними помехами или дефектами речи пользователя на основе анализа фонетической вариативности речи. Решение должно приниматься в режиме мягкого реального времени на интервалах вокализации речевого сигнала по данным выборочных наблюдений за динамическими изменениями артикуляции пользователя.

Под фонетической вариативностью речи специалисты понимают неконтролируемые изменения акустических свойств и характеристик речевого сигнала $x(t)$ в текущем времени t [24, 28]. Из этого феномена следует, в частности, понятие множества реализаций r -й МРЕ $X_r = \{x_{r,j}, j=1, J_r\}$ в исходящем от пользователя (условного диктора) речевом потоке [27]. Здесь $x_{r,j}$ – вектор отсчётов j -й реализации r -й МРЕ ($r \leq R$); R – число фонем/МРЕ в анализируемом списке звуков речи; J_r – число реализаций r -й МРЕ. Например, при анализе русских гласных фонем, как наиболее содержательных в информационно-коммуникационном смысле [26, 29], имеем $R=6$. Фонетическую вариативность МРЕ характеризует значение

$$\rho_r^* \triangleq J_r^{-1} \sum_{j=1}^{J_r} \rho_r(x_{r,j}) \quad (1)$$

среднего рассогласования реализаций $\rho(x_{r,j}|x_r^*) \triangleq \rho_r(x_{r,j})$ относительно информационного центра-эталона x_r^* ; $\triangleq$ – символ равенства по определению [2, 25, 26].

Эталонная реализация для r -й МРЕ определяется на основе принципа минимума суммарного расстояния до остальных реализаций:

$$x_r^* \triangleq x_{r,v}: \sum_{j=1}^{J_r} \rho(x_{r,j}|x_{r,v}) = \min_{q \leq J_r} \sum_{j=1}^{J_r} \rho(x_{r,j}|x_{r,q}), \quad (2)$$

где v – номер эталонной реализации.

Гипотеза H_r : $x \in X_r$ о появлении на выходе канала связи сигнала r -й МРЕ принимается по принципу допустимого рассогласования наблюдаемого речевого фрейма x относительно эталона r -й МРЕ [27]:

$$\rho_r(x) \leq \rho_0. \quad (3)$$

Пороговый уровень ρ_0 устанавливается в зависимости от заданной вероятности ошибки 1-го рода [25, 30]:

$$\alpha_r \triangleq P\{\rho_r(x) > \rho_0 | H_r\} \quad (4)$$

или уровня значимости принимаемых согласно правилу (3) решений. Чем меньше порог ρ_0 , тем выше в общем случае требования условного наблюдателя к степени однородности кластера X_r . При этом не исключается возможность

срабатывания решающего правила (3) одновременно для нескольких МРЕ из фонетических баз данных $\{X_r\}$ одного и того же диктора.

Проблема состоит в том, что акустические свойства и характеристики речевого сигнала значительно варьируются в зависимости от условий речеобразования и эмоционального состояния диктора. Поэтому при использовании параметра ρ_r^* из (1) в качестве акустического коррелята ДЭСП следует периодически обновлять составы фонетических кластеров X_r во времени $t=t_1, t_2, \dots, t_k, \dots$. Здесь k – порядковый номер периода наблюдений. Причём период $T_x=t_k-t_{k-1}=\text{const}$ такого обновления должен быть рассчитан на определённое количество $J_{r,k} \gg 1$ фреймов $\mathbf{x}_{r,j}=\mathbf{x}_{r,j,k}$ по каждой из R контролируемых МРЕ в пределах отрезка $x_k(t)$ речевого сигнала конечной длительностью T_x . Одновременно каждый раз согласно (2) пересчитывается номер $v=v_k$ эталонной реализации и средний радиус $\rho_r^*=\rho_{r,k}^*$ обновленного фонетического кластера $X_r=X_{r,k}$. В таком случае показателем фонетической вариативности речи диктора может служить усреднённое значение

$$\rho^*(k) = \frac{\sum_{r=1}^R J_{r,k} \rho_{r,k}^*}{\sum_{r=1}^R J_{r,k}} \quad (5)$$

фонетического радиуса $\rho_{r,k}^*$ в пределах фонетической базы данных данного диктора со свойством $\rho^*(k) \leq \rho_0$, так как в соответствии с формулами (2), (3) выполняется соотношение $\rho_{r,k}^* \leq \rho_0 \quad \forall r \leq R$.

Информационный показатель. Объективным показателем ДЭСП может служить относительная разность показателей качества речи диктора (5) в двух периодах наблюдений за его речевым сигналом:

$$P(k) = \frac{\rho^*(k-1) - \rho^*(k)}{\rho_0} \cdot 100, \quad k=1, 2, \dots \quad (6)$$

В комфортных условиях речеобразования уровень значимости (4) всех МРЕ будет стабильным. Как следствие, в соответствии с (5) выполняется система приближенных равенств $\rho^*(k) \approx \rho^*(k-1)$, поэтому показатель (6) будет близок к нулю. При появлении внешних возмущений в процессе речеобразования средний радиус (5) неизбежно увеличивается как показатель акустического качества речи диктора в некомфортных условиях [24]. При этом в соответствии с (6) неравенство $P(k) < 0$ будет признаком отрицательной ДЭСП. В случае $P(k) > 0$ можно говорить о положительной динамике в эмоциональном состоянии пользователя и повышении акустического качества речевого сигнала.

Для раскрытия показателя (6) в явном виде воспользуемся универсальным теоретико-информационным подходом, в рамках которого метрика $\rho_r(\mathbf{x})$ определяется как информационное рассогласование Кульбака-Лейблера [31]. В работе [26] показано, что при обработке речевых сигналов в частотной области информационное рассогласование принимает вид симметричной формы дивергенции Итакуры-Саито или COSH-расстояния [32]:

$$\rho_{r,k}(\mathbf{x}) = F^{-1} \int_{-F/2}^{F/2} \left(\frac{G_{x,k}(f)}{G_r(f)} + \frac{G_r(f)}{G_{x,k}(f)} - 2 \right) df \geq 0, \quad r=1, \overline{R}. \quad (7)$$

Здесь $G_r(f)$ – спектральная плотность мощности эталона r -й МРЕ; $G_{x,k}(f)$ – её текущая оценка по речевому фрейму $\mathbf{x}$ в пределах k -го интервала наблюдений $[t_{k-1}; t_k]$; F – частота временной дискретизации речевого сигнала $x_k(t)$; f – частота колебаний (в герцах). Однако в таком виде выражение (7) не может определять меру фонетических вариаций относительно эталона. Варьирование одноимённых МРЕ искажает результаты измерений таких основных акустических характеристик, как высота, тон и тембр звука речи, поэтому используем модификацию COSH-расстояния [20]:

$$\rho_{r,k}(\mathbf{x}) = \sqrt{\left(F^{-1} \int_{-F/2}^{F/2} \frac{G_{x,k}(f)}{G_r(f)} df \right) \left(F^{-1} \int_{-F/2}^{F/2} \frac{G_r(f)}{G_{x,k}(f)} df \right)} - 1 \geq 0. \quad (8)$$

Найденное таким образом рассогласование инвариантно к масштабу сигналов [33]: для любых спектральных плотностей мощности $G^*(f) > 0$ и константы $c > 0$ справедливо равенство

$$\rho_{r,k}(\mathbf{x})|_{G_{x,k}(f)=G^*(f)} = \rho_{r,k}(\mathbf{x})|_{G_{x,k}(f)=cG^*(f)}.$$

Заметим, что мера близости (7) этим свойством не обладает. Таким образом, выражение (8) с учётом формул (5), (6) определяет информационный показатель ДЭСП, рассчитанный на автоматическую нормировку речевого сигнала по интенсивности в варианте “gain optimization” [32]. В основу акустических измерений ДЭСП положен цифровой спектральный анализ.

Описание метода акустических измерений динамики эмоционального состояния. В задачах автоматической обработки речи распространено использование линейной авторегрессионной модели [34–36]:

$$x_r(t) = \sum_{i=1}^p a_r(i) x_r(t-i) + \eta_r(t), \quad t=1, 2, \dots, \quad (9)$$

где $\mathbf{a}_r = \{a_r(i)\}$ – вектор коэффициентов порядка $p > 1$; $\eta_r(t)$ – порождающий процесс типа белого шума.

С учётом модели (9) оценим спектральную плотность мощности речевого сигнала для подстановки в (8) по принципу максимума энтропии [37]:

$$G_r(f) \triangleq \sigma_{\eta}^2 F \left| 1 - \sum_{i=1}^p a_r(i) \exp \frac{-j\pi i f}{F} \right|^{-2}, \quad |f| \leq 0,5F, \quad (10)$$

где σ_{η}^2 – дисперсия порождающего процесса.

Для авторегрессионного анализа речевого сигнала в пределах текущего фрейма $\mathbf{x}$ размерности n можно использовать, например, процедуру Берга-Левинсона [38] – оценку вектора авторегрессионных коэффициентов $\mathbf{a}_r$ по выборке конечного объёма $n \geq (2 \dots 4)p$. Данное условие выполняется, например, в случае равенств $n=80$; $p=20$ [3, 27].

Отдельного внимания заслуживает вопрос об определении оптимального порогового уровня ρ_0 (3). Для этого перепишем соотношение (8) в эквивалентном виде [20]:

$$\rho_r(\mathbf{x}) = \sqrt{\frac{\sigma_r^2(\mathbf{x}) \sigma_x^2(\mathbf{x}_r^*)}{\sigma_r^2(\mathbf{x}_r^*) \sigma_x^2(\mathbf{x})}} - 1 = \sqrt{\frac{\sigma_r^2(\mathbf{x}) \sigma_x^2(\mathbf{x}_r^*)}{\sigma_x^2(\mathbf{x}) \sigma_r^2(\mathbf{x}_r^*)}} - 1, \quad (11)$$

где $\sigma_r^2(\mathbf{x})$ – эмпирическая дисперсия отклика на речевой сигнал $x(t)$ линейного обесцвечивающего фильтра [25], настроенного на авторегрессионные коэффициенты r -й МРЕ; $\sigma_r^2(\mathbf{x}_r^*)$ – эмпирическая дисперсия отклика линейного обесцвечивающего фильтра на сигнал эталона $x_r(t)$; $\sigma_x^2(\mathbf{x})$, $\sigma_x^2(\mathbf{x}_r^*)$ – эмпирические дисперсии откликов обесцвечивающего фильтра, настроенного по наблюдаемому фрейму $\mathbf{x}$, на речевой сигнал и r -й эталон соответственно.

Обе дисперсии связаны с дисперсией σ_η^2 порождающего белого шума (дисперсией погрешности линейного предсказания [38]):

$$\sigma_r^2(\mathbf{x}_r^*) \approx \sigma_\eta^2 \leq \sigma_r^2(\mathbf{x}).$$

При справедливости гипотезы H_r о появлении сигнала r -й МРЕ из выражения (11) в первом приближении можно записать [20]:

$$\rho_r(\mathbf{x}) \leq \sigma_r^2(\mathbf{x}) / \sigma_x^2(\mathbf{x}) - 1,$$

откуда в соответствии с (4) запишем [24, 28]:

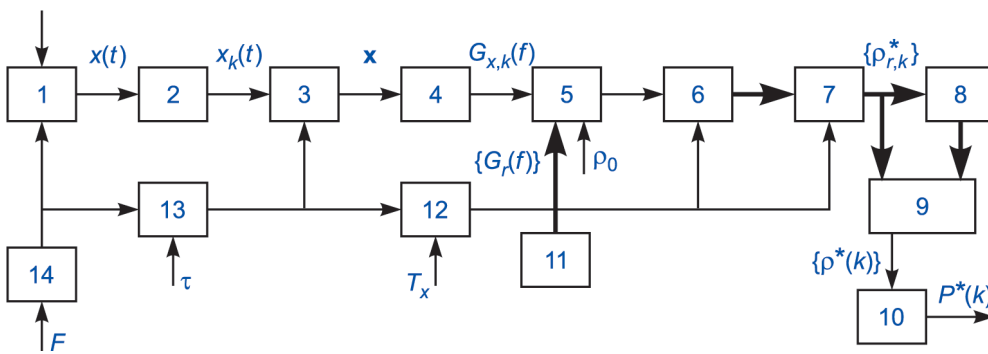


Рис. 1. Структурная схема устройства акустических измерений:

1 – канал речевой связи; 2 – аналого-цифровой преобразователь; 3 – формирователь речевого фрейма длительностью τ ; 4 – цифровой спектральный анализатор; 5 – блок распознавания фонем с порогом ρ_0 ; 6 – блок хранения фонетической базы данных пользователя; 7 – блок вычислений информационного рассогласования; 8 – блок памяти на период T_x ; 9 – блок вычислений парциальных показателей по формуле (5); 10 – блок вычислений интегрального показателя (6); 11 – блок записи и хранения фонетических эталонов; 12, 13 – соответственно второй и первый делители частоты тактовых импульсов; 14 – генератор тактовых импульсов частотой F

Fig. 1. Block diagram of the acoustic measurement device:

1 – voice communication channel; 2 – analog-to-digital converter; 3 – shaper of a speech frame of duration τ ; 4 – digital spectrum analyzer; 5 – phoneme recognition unit with a threshold ρ_0 ; 6 – user phonetic database storage unit; 7 – unit for information discrimination calculation; 8 – memory unit for the T_x period; 9 – unit for calculating partial indicators (5); 10 – block for calculating the integral indicator (6); 11 – ideal phonemes recording and storing unit; 12 – second frequency divider; 13 – the first divider of the clock pulse frequency; 14 – clock pulse generator with frequency F

$$\alpha_r \leq P\{\rho_r(\mathbf{x}) \geq \rho_0 | H_r\} = P\{F_{n-p, n-p} \geq 1 + \rho_0\} = \\ = 1 - \Phi_{n-p, n-p}(1 + \rho_0) \triangleq \alpha_0.$$

Здесь $F_{n-p, n-p}$ – случайная величина с F -распределением Фишера со степенями свободы $(n-p, n-p)$; $\Phi_{n-p, n-p}(\cdot)$ – интегральная функция распределения этой случайной величины. Например, при уровне значимости $\alpha_0 = 0,01$ и при $n = 80$, $p = 20$ получим пороговый уровень $\rho_0 = 0,84$.

Таким образом, выражение (6) совместно с выражениями (3), (5), (8)–(11) определяет метод акустических измерений информационного показателя ДЭСП. Большое значение при этом имеют его высокие динамические свойства. Они проявляются, во-первых, в предельно малой длительностью $\tau = 10 \dots 15$ мс речевого фрейма $\mathbf{x}$, а также в известном [см. 24] эффекте «насыщения» фонетического кластера $X_{r,k}$ реализациями $x_{r,j,k}$ при конечном объеме J_r наблюдений. Задержка в выдаче результатов измерений не превышает длительности одного интервала наблюдений $T_x = 10 \dots 20$ с. Это является ключевым требованием к системе автоматической обработки речи при работе в режиме реального времени. Техническая реализация предлагаемого метода показана на рис. 1 в виде структурной схемы устройства акустических измерений.

Речевой сигнал пользователя по каналу связи 1 последовательно поступает на обработку в аналого-цифровой преобразователь 2, формирователь 3 речевого фрейма $\mathbf{x}$ и цифровой спектральный анализатор 4, в котором измеряется текущая (кратковременная)

спектральная оценка $G_{x,k}(f)$. Частота F взятия отсчетов сигнала устанавливается в генераторе 14 тактовых импульсов. По значению $G_{x,k}(f)$ в блоке 5 автоматического распознавания МРЕ с порогом ρ_0 определяется порядковый номер $r \leq R$ сигнала наиболее близкой фонемы из блока 6 хранения фонетической базы данных пользователя. Для этого используется критерий (3) и множество альтернативных спектральных плотностей мощности $\{G_r(f)\}$ с выхода блока 11 записи и хранения фонетических эталонов. Содержание данного блока формируется наблюдателем по известной методике [2, 25] на этапе подготовки данных в задаче измерений ДЭСП. По результатам распознавания соответствующий кластер X_r мгновенно пополняется новым элементом. В момент окончания текущего (k -го) периода наблюдений – по сигналу с выхода делителя частоты 12 – в блоке 7 согласно формуле (1) пересчитываются

информационные радиусы всех R фонетических кластеров. Результаты пересчёта $\{\rho_{r,k}^*\}$ поступают на вход блока 9 вычисления показателя (5) фонетической вариативности речи непосредственно и с задержкой на один период T_x в блоке памяти 8. В соответствии с формулой (6) в блоке 10 вычисляется текущее (k -е) значение информационного показателя ДЭСП.

Перед сигналом пуска в устройстве устанавливают значения его параметров: частоты дискретизации F , длительности фрейма τ , длительности периода T_x . По ним определяют коэффициенты деления частоты тактовых импульсов $n = F\tau$ и $N = T_x/\tau = FT_x/n$ в блоках 11, 13 (см. рис. 1) соответственно. Если учесть паузы между словами (примерно 40–50 % длительности сигнала), а также долю чётко проговорённых гласных в пределах одного речевого потока (примерно 20–25 %), то за один период наблюдений будем иметь по $J_r = (0,12 \dots 0,15)T_x/(\tau R)$ образцов каждой МРЕ. Например, при $\tau = 10$ мс, $T_x = 10$ с и $R = 6$ (для гласных звуков русского языка) $J_r = (0,12 \dots 0,15) \cdot 10 \cdot (10 \cdot 10^{-3} \cdot 6) = 20 \dots 25$ образцов $\mathbf{x}_{r,j,k}$. Теоретически этого вполне достаточно для формирования представительного фонетического кластера X_r в динамике [24].

Результаты экспериментального исследования. Для подтверждения и развития выводов теоретического исследования авторами настоящей статьи проведён натурный эксперимент для реальных речевых сигналов. При этом использовано авторское программное обеспечение (Voice Self-Analysis [сайт]. URL: <https://sites.google.com/site/frompldcreators/VoiceSelfAnalysis.zip>), пользовательский интерфейс подробно описан в работе [24] и представлен на сайте авторов настоящей статьи. Принцип действия программы основан на алгоритме автоматической обработке речи (3), (8), (10) и методе акустических измерений информационного показателя ДЭСП согласно выражениям (5), (6) с применением авторегрессионной модели (9) достаточно высокого порядка $p = 20$.

Программа эксперимента включала в себя оценку информационного показателя (6) при чтении контрольного текста двумя тестируемыми пользователями – мужчиной (диктором 1) и женщиной (диктором 2). Контрольный текст – первая глава романа А. С. Пушкина «Евгений Онегин» прочитан в среднем темпе, объём текста примерно 15–20 тыс. знаков и, соответственно, длительность T_0 речевого сигнала каждого диктора не превышала 20–25 мин. В программе «Voice Self-Analysis» этот сигнал подвергался аналого-цифровому преобразованию с частотой дискретизации $F = 8$ кГц. Полученный цифровой сигнал разделялся на последовательность фреймов $\mathbf{x}$ длительностью $\tau = 10$ мс. По фреймам в режиме «скользящего окна» согласно алгоритму (8)–(11) вычислялись текущие значения информационного рассогласования $\{\rho_{r,k}(x)\}$. По этим значениям в пределах каждого отдельного фрейма $\mathbf{x}$ с использованием решающего правила (3) детектировались гласные фонемы $\mathbf{x}_r$ диктора (случай $R = 6$, $\rho_0 = 0,8$), которые направлялись на хранение и обработку в соответствующий кластер X_r его фонетической базы данных. Процесс наполнения указанной базы данных с периодом $T_x = 10$ с повторялся для нахождения согласно (1)

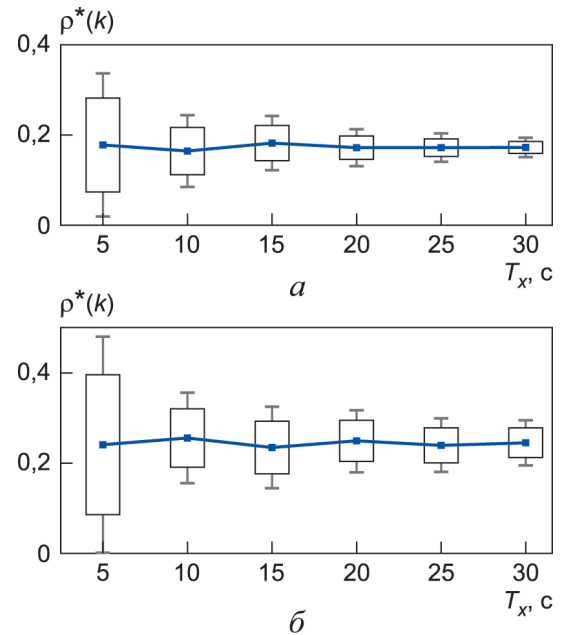


Рис. 2. Диаграмма размаха показателя (см. формулу (5)) вариативности речевого сигнала $x_k(t)$ первого (а) и второго (б) контрольных дикторов в зависимости от длительности интервала наблюдений T_x

Fig. 2. Indicator (5) of the speech signal variability for the first (a) and the second (b) control speakers, depending on the duration of the observation interval T_x

значений информационных эталонов $\{\mathbf{x}_{r,k}^*\}$ и радиусов $\{\rho_{r,k}^*\}$ в пределах каждого отдельного k -го интервала наблюдений. При этом каждый раз по формулам (5), (6) вычислялись R показателей фонетической вариативности речи дикторов, а также текущие значения их интегральных показателей ДЭСП. Результаты измерений выводились в режиме on-line в главное окно программы в виде графика зависимости $P(k)$ в дискретном времени $k = 1, 2, \dots$. Содержимое фонетической базы данных каждые $T_x = 10$ с автоматически обнулялось в целях её подготовки к очередному наполнению по той же схеме вычислений.

Исследование по каждому диктору проводилось в два этапа. На первом этапе изучали динамические свойства метода измерений информационного показателя (6), на втором – чувствительность метода к влиянию помех в процессе речепроизводства. В качестве помех выступал акустический шум, созданный программным способом и действующий на диктора через наушники во время чтения контрольного текста. Интенсивность помехи h^2 варьировалась в диапазоне 0–30 дБ выше средней мощности фонового шума. Относительная погрешность измерений при доверительной вероятности 0,9 составила $\delta = 1,65/\sqrt{L}$ [26, 27], где $L = T_0/T_x$ – число интервалов наблюдений в пределах контрольного речевого сигнала. При $T_x = 10$ с это число $L = (20 \dots 25) \cdot 60 : 10 = 120 \dots 150$, следовательно, погрешность $\delta = 13 \dots 15$ %.

На рис. 2 представлена диаграмма размаха показателя вариативности (5) на множестве МРЕ для контрольных

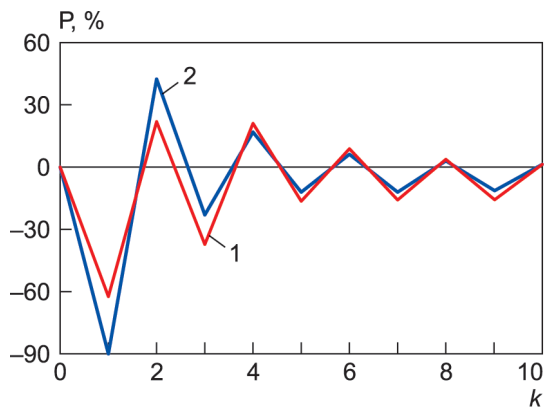


Рис. 3. Графики показателя (см. формулу (6)) динамики ЭСП для первого (1) и второго (2) контрольных дикторов при интенсивности акустической помехи $h^2=20$ дБ

Fig. 3. Indicator (6) for the first (1) and the second (2) control speakers at the intensity of acoustic interference $h^2=20$ dB

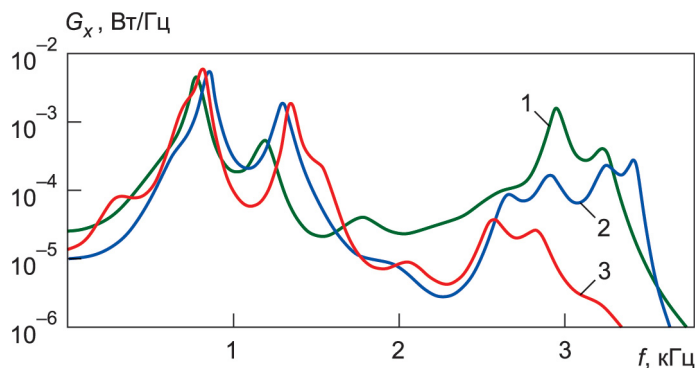


Рис. 4. Частотные зависимости спектральной плотности шума фонемы «а» по речевому фрейму x первого контрольного диктора при интенсивности акустической помехи $h^2=0; 10; 20$ дБ – кривые 1–3 соответственно

Fig. 4. Estimates of the power spectral density of the phoneme «a» for the speech frame x from the first control speaker depending on the intensity of the acoustic interference $h^2=0; 10; 20$ dB – 1–3 curves

дикторов в комфортных условиях речеобразования (случай $h^2=0$) в зависимости от длительности интервала наблюдений T_x . При увеличении T_x амплитуда размаха δ в обоих случаях монотонно сокращается до минимума и стабилизируется на стационарном уровне при $T_x=10...20$ с. Различия между дикторами состоят в данном случае лишь в значении стационарного уровня показателя $p^*(k)$ и дисперсии погрешности его измерений в динамике: у диктора-мужчины они меньше.

На рис. 3 приведены информационные показатели ДЭСП для первого и второго контрольных дикторов при интенсивности акустической помехи $h^2=20$ дБ. Здесь $k=0$ – точка отсчёта по оси абсцисс – момент появления помехи в наушниках дикторов. Реакция обоих дикторов на помеху носит ожидаемо затухающий характер: сначала резкий скачок

вниз зависимости $P(k)$ как внутренний протест дикторов в ответ на внешнее возмущение и далее постепенное «привыкание» к помехе. Различия в степени протеста дикторов, а также в скорости стабилизации показателя (6) в окрестностях нулевого уровня можно объяснить различиями их пола и темперамента [7, 29]. Можно предположить, что в общем случае амплитуда скачка и длительность «привыкания» дикторов к внешнему возмущению пропорциональны интенсивности действующей помехи.

На рис. 4 представлено семейство оценок спектральной плотности мощности фонемы «а» первого контрольного диктора, полученных для разных отношений сигнал/шум h^2 . Из сопоставления этих оценок можно сделать вывод в отношении эмоциональной реакции дикторов на внешние возмущения: наиболее чувствительны форманты в спектре речевого сигнала из области обертонов, отвечающие за тембр речи диктора [27, 28].

Заключение. Предложенный информационный показатель ДЭСП на основе масштабно-инвариантной модификации метрики Кульбака-Лейблера и метод его измерения можно применять для разных дикторов, различных речевых потоков и условий речеобразования. Важной отличительной особенностью разработанного метода измерения является высокая скорость сходимости информационного показателя (6), (8) в условиях малых выборок наблюдений. Теоретическое и экспериментальное обоснования метода измерений информационного показателя ДЭСП выполнены через оценку в режиме реального времени его акустического коррелята – фонетической вариативности речевого сигнала. В силу взаимосвязи речи с мозговой деятельностью диктора [9, 10] любые изменения эмоционального состояния пользователя мгновенно ухудшают акустическое качество его речевого сигнала. Отслеживая и фиксируя такие изменения в динамике, наблюдатель получает возможность оперативно и адекватно реагировать на те или иные колебания в эмоциональном состоянии собеседника. Полученные результаты подтверждены экспериментальными данными и будут полезны исследователям и разработчикам систем дистанционного обслуживания, рассчитанных на работу в режиме речевого диалога с пользователем. Предложенное решение задачи измерения и отслеживания показателя ДЭСП может повысить качество обслуживания клиентов, в частности, при внедрении автоматизированного контроля качества голосовых образцов пользователей единых биометрических систем [2, 3], а также в перспективе противодействовать терроризму и угрозам национальной безопасности за счёт бесконтактного выявления потенциально опасных лиц с краткосрочным нарушением психоэмоционального состояния.

Исследование выполнено при поддержке Российского научного фонда (проект № 20-71-10010).

Список литературы

1. Davis S. K. et al., *Personality and Individual Differences*, 2020, vol. 160, no. 109938. <https://doi.org/10.1016/j.paid.2020.109938>

2. Савченко В. В., Савченко А. В. Способ обновления голосовых образов в Единой биометрической системе в режиме реального времени // Измерительная техника. 2020. №5. С. 58–65. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2020-5-58-65>
3. Савченко В. В., Савченко А. В. Метод измерений показателя акустического качества аудиозаписей, подготовленных для регистрации и обработки в Единой биометрической системе // Измерительная техника. 2019. № 12. С. 40–47. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2019-12-40-46>
4. Галышина Е. И. Актуальные проблемы идентификации лиц по фонограммам телефонных переговоров // Сборник материалов XXIII международной научно-практической конференции «Деятельность правоохранительных органов в современных условиях». В 2-х томах. Восточно-Сибирский институт Министерства внутренних дел Российской Федерации. Иркутск, 2018. С. 141–146. URL: <https://istina.msu.ru/publications/article/167326015> (дата обращения: 14.08.2020).
5. Falagiarda F., Collignon O., *Cortex*, 2019, vol. 119, pp. 184–194. <https://doi.org/10.1016/j.cortex.2019.04.017>
6. Akbulut F. P., Perros H. G., Shahzad M., *Computer Methods and Programs in Biomedicine*, 2020, vol. 195, no. 105571. <https://doi.org/10.1016/j.cmpb.2020.105571>
7. Shaqra F. A., Duwairi R., Al-Ayyoub M., *Procedia Computer Science*, 2019, vol. 151, pp. 37–44. <https://doi.org/10.1016/j.procs.2019.04.009>
8. Arana J. M. et al., *Computers in Human Behavior*, 2020, vol. 104, no. 106156. <https://doi.org/10.1016/j.chb.2019.106156>
9. Bourguignon M. et al., *NeuroImage*, 2020, vol. 216, no. 116788. <https://doi.org/10.1016/j.neuroimage.2020.116788>
10. Liu Z. et al., *Brain and Language*, 2020, vol. 203, no. 104755. <https://doi.org/10.1016/j.bandl.2020.104755>
11. Schuller B., *Voice and Speech Analysis in Search of States and Traits*, in: Salah A. A., Gevers T. (eds.) *Computer Analysis of Human Behavior*, Springer, Heidelberg, 2011, 227 p. https://doi.org/10.1007/978-0-85729-994-9_9
12. Cardona D. et al., *Neurocomputing*, 2017, vol. 265, pp. 78–90. <https://doi.org/10.1016/j.neucom.2016.09.140>
13. Yu D., Deng L., *Automatic Speech Recognition: A Deep Learning Approach*, Springer, 2014, 321 p. <https://doi.org/10.1007/978-1-4471-5779-3>
14. Schuster M., *Lecture Notes in Computer Science*, 2010, vol. 6230, pp. 8–10. https://doi.org/10.1007/978-3-642-15246-7_3
15. Rammohan R. et al., *Journal of Allergy and Clinical Immunology*, 2017, vol. 139, iss. 2, no. ab250. <https://doi.org/10.1016/j.jaci.2016.12.804>
16. Володин Н. А., Ермоленко Т. В., Семенюк В. В. Исследование эффективности применения нейронных сетей для распознавания эмоций человека по голосу // В сборнике: До-нецкие чтения 2019: образование, наука, инновации, культура и вызовы современности. Материалы IV Международной научной конференции. 2019. С. 221–223. URL: https://elibrary.ru/download/elibrary_41422521_75290048.pdf (дата обращения: 14.08.2020).
17. Grachev A. M., Ignatov D. I., Savchenko A. V., *Applied Soft Computing*, 2019, vol. 79, pp. 354–362. <https://doi.org/10.1016/j.asoc.2019.03.057>
18. Устинов Р. А. Особенности современных систем защиты речевой информации. *Безопасность информационных технологий*. [Электрон. журнал]. 2017. Т. 24. № 4. <https://doi.org/10.26583/bit.2017.4.08>
19. Cui S., Li E., Kang X., Autoregressive model based smoothing forensics of very short speech clips, *2020 IEEE International Conference on Multimedia and Expo (ICME)*, London, United Kingdom, 2020, pp. 1–6. <https://doi.org/10.1109/ICME46284.2020.9102765>
20. Savchenko V. V., *Radioelectronics and Communications Systems*, 2020, vol. 63, no 1, pp. 42–54. <https://doi.org/10.3103/S0735272720010045>
21. Савченко В. В., Савченко А. В. Критерий гарантированного уровня значимости в задаче автоматической сегментации речевого сигнала // Радиотехника и электроника. 2020. Т. 65. № 11. С. 1060–1066. <https://doi.org/10.31857/S0033849420110157>
22. Hautamäki R. G. et al., *Speech Communication*, 2017, vol. 95, pp. 1–15. <https://doi.org/10.1016/j.specom.2017.10.002>
23. Лебедева Н. Н., Каримова Е. Д. Акустические характеристики речевого сигнала как показатель функционального состояния человека // Успехи физиологических наук. 2014. Т. 45. № 1. С. 57–95. URL: <http://naukarus.com/akusticheskie-harakteristiki-rechevogo-signal-a-kak-pokazatel-funktsionalnogo-sostoyaniya-cheloveka> (дата обращения: 14.08.2020).
24. Savchenko V. V., *Journal of Communications Technology and Electronics*, 2018, vol. 63, no. 1, pp. 53–57. <https://doi.org/10.1134/S1064226918010126>
25. Savchenko A. V., Savchenko V. V., *Journal of Communications Technology and Electronics*, 2016, vol. 61, no. 4, pp. 430–435. <https://doi.org/10.1134/S1064226916040112>
26. Савченко В. В. Метод измерения показателя акустического качества речи на основе теоретико-информационного подхода // Измерительная техника. 2018. № 1. С. 60–64. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2018-1-60-64>
27. Савченко В. В., Савченко Л. В. Метод измерений показателя разборчивости речевого сигнала в информационной метрике Кульбака-Лейблера // Измерительная техника. 2019. № 9. С. 59–64. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2019-9-59-64>
28. Savchenko L. V., Savchenko A. V., *Journal of Communications Technology and Electronics*, 2019, vol. 64, no. 3, pp. 238–244. <https://doi.org/10.1134/S1064226919030173>
29. Савченко А. В., Савченко В. В. Метод измерения частоты основного тона речевого сигнала для систем акустического анализа речи // Измерительная техника. 2019. № 3. С. 59–63. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2019-3-59-63>
30. Savchenko A. V., Sequential Three-Way Decisions in Efficient Classification of Piecewise Stationary Speech Signals, in: Polkowski L. et al. (eds) *Rough Sets. IJCRS 2017. Lecture Notes in Computer Science*, 2017, vol. 10314, Springer, Cham. https://doi.org/10.1007/978-3-319-60840-2_19
31. Kullback S., *Information Theory and Statistics*, N. Y., Dover Publications, 1997, 432 p. URL: <https://www.amazon.com/dp/0486696847> (дата обращения: 14.08.2020).

32. Gray R. M. et al., *IEEE Transactions on Signal Processing*, 1980, vol. 28, no. 4, pp. 367–377.

<https://doi.org/10.1109/TASSP.1980.1163421>

33. Savchenko A. V., Savchenko V. V., Savchenko L. V., Optimization of Gain in Symmetrized Itakura-Saito Discrimination for Pronunciation Learning, in: Kononov A., Khachay M., Kalyagin V., Pardalos P. (eds), *Mathematical Optimization Theory and Operations Research. MOTOR 2020, Lecture Notes in Computer Science*, 2020, vol. 12095, Springer, Cham.

https://doi.org/10.1007/978-3-030-49988-4_30

34. Vestman V. et al., *Speech Communication*, 2018, vol. 99, pp. 62–79. <https://doi.org/10.1016/j.specom.2018.02.009>

35. Candan Ç., *Signal Processing*, 2020, vol. 166, no. 107256. <https://doi.org/10.1016/j.sigpro.2019.107256>

36. Tuncel K. S., Baydogan M. G., *Pattern Recognition*, 2018, vol. 73, pp. 202–215.

<https://doi.org/10.1016/j.patcog.2017.08.016>

37. Savchenko V. V., Savchenko A. V., *Radioelectronics and Communications Systems*, 2019, vol. 62, pp. 276–286.

<https://doi.org/10.3103/S0735272719050042>

38. Marple S. L., *Digital Spectral Analysis with Applications*, 2nd ed. Mineola, New York, Dover Publications, 2019, 432 p. URL: <https://www.goodreads.com/book/show/19484239> (дата обращения: 14.08.2020).

References

1. Davis S. K. et al., *Personality and Individual Differences*, 2020, vol. 160, no. 109938.

<https://doi.org/10.1016/j.paid.2020.109938>.

2. Savchenko V. V., Savchenko A. V., *Measurement Techniques*, 2020, vol. 62, no. 5, pp. 458–465.

<https://doi.org/10.1007/s11018-020-01702-1>

3. Savchenko V. V., Savchenko A. V., *Measurement Techniques*, 2019, vol. 62, no. 12, pp. 1071–1078.

<https://doi.org/10.1007/s11018-020-01736-w>

4. Galyashina E. I., Aktual'nye problemy identifikatsii lits po fonogrammam telefonnyh peregovorov, *Proceedings of the XXIII International Scientific and Practical Conference "Deyatelnost' pravoohranitel'nykh organov v sovremennykh usloviyakh"*, in 2 volumes, Irkutsk, Vostochno-Sibirskiy institut Ministerstva vnutrennih del Rossijskoj Federatsii Publ., 2018, pp. 141–146, available at: <https://istina.msu.ru/publications/article/167326015/> (accessed: 14.08.2020). (In Russ.)

5. Falagiarda F., Collignon O., *Cortex*, 2019, vol. 119, pp. 184–194. <https://doi.org/10.1016/j.cortex.2019.04.017>

6. Akbulut F. P., Perros H. G., *Computer Methods and Programs in Biomedicine*, 2020, vol. 195, no. 105571.

<https://doi.org/10.1016/j.cmpb.2020.105571>

7. Shaqra F. A., Duwairi R., Al-Ayyoub M., *Procedia Computer Science*, 2019, vol. 151, pp. 37–44.

<https://doi.org/10.1016/j.procs.2019.04.009>

8. Arana J. M. et al., *Computers in Human Behavior*, 2020, vol. 104, no. 106156. <https://doi.org/10.1016/j.chb.2019.106156>

9. Bourguignon M. et al., *NeuroImage*, 2020, vol. 216, no. 116788. <https://doi.org/10.1016/j.neuroimage.2020.116788>

10. Liu Z. et al., *Brain and Language*, 2020, vol. 203, no. 104755. <https://doi.org/10.1016/j.bandl.2020.104755>

11. Schuller B., Voice and Speech Analysis in Search of States and Traits, in: Salah A. A., Gevers T. (eds.) *Computer Analysis of Human Behavior*, Springer, Heidelberg, 2011, 227 p. https://doi.org/10.1007/978-0-85729-994-9_9

12. Cardona D. et al., *Neurocomputing*, 2017, vol. 265, pp. 78–90. <https://doi.org/10.1016/j.neucom.2016.09.140>

13. Yu D., Deng L., *Automatic Speech Recognition: A Deep Learning Approach*, Springer, 2014, 321 p.

<https://doi.org/10.1007/978-1-4471-5779-3>

14. Schuster M., *Lecture Notes in Computer Science*, 2010, vol. 6230, pp. 8–10. https://doi.org/10.1007/978-3-642-15246-7_3

15. Rammohan R. et al., *Journal of Allergy and Clinical Immunology*, 2017, vol. 139, iss. 2, no. ab250.

<https://doi.org/10.1016/j.jaci.2016.12.804>

16. Volodin N. A., Ermolenko T. V., Semenyuk V. V., Issledovanie effektivnosti primeneniya nejronnyh setej dlya raspoznaniya emocij cheloveka po golosu, *Proceedings of the Conference International Scientific Conference "Doneckie chteniya 2019: obrazovanie, nauka, innovacii, kul'tura i vyzovy sovremenosti"*, 2019, pp. 221–223, available at: https://elibrary.ru/download/elibrary_41422521_75290048.pdf (accessed: 14.08.2020). (In Russ.)

17. Grachev A. M., Ignatov D. I., Savchenko A. V., *Applied Soft Computing*, 2019, vol. 79, pp. 354–362.

<https://doi.org/10.1016/j.asoc.2019.03.057>

18. Ustinov R. A., *Bezopasnost' informacionnyh tekhnologij*, 2017, vol. 24, no. 4. (In Russ.) <https://doi.org/10.26583/bit.2017.4.08>

19. Cui S., Li E., Kang X., 2020 *IEEE International Conference on Multimedia and Expo (ICME)*, London, United Kingdom, 2020, pp. 1–6. <https://doi.org/10.1109/ICME46284.2020.9102765>

20. Savchenko V. V., *Radioelectronics and Communications Systems*, 2020, vol. 63, no 1, pp. 42–54.

<https://doi.org/10.3103/S0735272720010045>

21. Savchenko V. V., Savchenko A. V., *Journal of Communications Technology and Electronics*, 2020, vol. 65, no. 11, pp. 1060–1066. <https://doi.org/10.31857/S0033849420110157>

22. Hautamäki R.G. et al., *Speech Communication*, 2017, vol. 95, pp. 1–15. <https://doi.org/10.1016/j.specom.2017.10.002>

23. Lebedeva N. N., Karimova E. D., *Uspekhi fiziologicheskikh nauk*, 2014, vol. 45, no. 1, pp. 57–95, available at: <http://naukarus.com/akusticheskie-harakteristiki-rechevogo-signala-kak-pokazatel-funktsionalnogo-sostoyaniya-cheloveka> (accessed: 14.08.2020). (In Russ.)

24. Savchenko V. V., *Journal of Communications Technology and Electronics*, 2018, vol. 63, no. 1, pp. 53–57.

<https://doi.org/10.1134/S1064226918010126>

25. Savchenko A. V., Savchenko V. V., *Journal of Communications Technology and Electronics*, 2016, vol. 61, no. 4, pp. 430–435. <https://doi.org/10.1134/S1064226916040112>

26. Savchenko V. V., *Measurement Techniques*, 2018, vol. 61, no. 1, pp. 79–84. <https://doi.org/10.1007/s11018-018-1391-8>

27. Savchenko V. V., Savchenko L. V., *Measurement Techniques*, 2019, vol. 62, no. 9, pp. 832–839.

<https://doi.org/10.1007/s11018-019-01702-1>

28. Savchenko L. V., Savchenko A. V., *Journal of Communications Technology and Electronics*, 2019, vol. 64, no. 3, pp. 238–244. <https://doi.org/10.1134/S1064226919030173>
29. Savchenko A. V., Savchenko V. V., *Measurement Techniques*, 2019, vol. 62, no. 3, pp. 282–288. <https://doi.org/10.1007/s11018-019-01617-x>
30. Savchenko A. V., Sequential Three-Way Decisions in Efficient Classification of Piecewise Stationary Speech Signals, in: Polkowski L. et al. (eds) *Rough Sets. IJCRS 2017, Lecture Notes in Computer Science*, 2017, vol. 10314, Springer, Cham. https://doi.org/10.1007/978-3-319-60840-2_19
31. Kullback S., Information Theory and Statistics, N. Y., *Dover Publications*, 1997, 432 p., available at: <https://www.amazon.com/dp/0486696847> (accessed: 14.08.2020).
32. Gray R. M. et al., *IEEE Transactions on Signal Processing*, 1980, vol. 28, no. 4, pp. 367–377. <https://doi.org/10.1109/TASSP.1980.1163421>
33. Savchenko A. V., Savchenko V. V., Savchenko L. V., Optimization of Gain in Symmetrized Itakura-Saito Discrimination for Pronunciation Learning, in: Kononov A., Khachay M., Kalyagin V., Pardalos P. (eds), *Mathematical Optimization Theory and Operations Research, MOTOR 2020, Lecture Notes in Computer Science*, 2020, vol. 12095, Springer, Cham. https://doi.org/10.1007/978-3-030-49988-4_30
34. Vestman V. et al., *Speech Communication*, 2018, vol. 99, pp. 62–79. <https://doi.org/10.1016/j.specom.2018.02.009>
35. Candan Ç., *Signal Processing*, 2020, vol. 166, no. 107256. <https://doi.org/10.1016/j.sigpro.2019.107256>
36. Tuncel K. S., Baydogan M. G., *Pattern Recognition*, 2018, vol. 73, pp. 202–215. <https://doi.org/10.1016/j.patcog.2017.08.016>
37. Savchenko V. V., Savchenko A. V., *Radioelectronics and Communications Systems*, 2019, vol. 62, pp. 276–286. <https://doi.org/10.3103/S0735272719050042>
38. Marple S. L., *Digital Spectral Analysis with Applications*, 2nd ed. Mineola, New York, Dover Publications, 2019, 432 p., available at: <https://www.goodreads.com/book/show/19484239> (accessed: 14.08.2020).

Статья поступила в редакцию 14.09.2020; принята к публикации 14.10.2020.

Исследования дисперсных систем и разработка стандартных образцов дзета-потенциала частиц в жидкости

Дмитрий Ильич Беленький¹✉, Дмитрий Вадимович Аверкин², Дмитрий Викторович Вишневецкий³, Светлана Дмитриевна Хижняк⁴, Павел Михайлович Пахомов⁵

^{1, 2} Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений, г. п. Менделеево, Московская обл., Россия

^{3, 4, 5} Тверской государственный университет, Тверь, Россия

¹belenky@vniiftri.ru ✉

²averkin@vniiftri.ru, <https://orcid.org/0000-0002-8653-3267>

Аннотация. Проведено комплексное исследование возможности разработки и создания стандартных образцов единицы дзета-потенциала частиц в жидкости в диапазоне измеряемых значений $-150...+150$ мВ. Исследованы существующие на сегодняшний день стандартные образцы дзета-потенциала в России и мире, приведён анализ применимости исходных веществ и компонентов для создания новых стандартных образцов. В качестве перспективных стандартных образцов дзета-потенциала частиц рассмотрены образцы модифицированных микросфер полистирольного латекса, сывороточного бычьего альбумина и супрамолекулярных систем на основе водных растворов L-цистеина, N-ацетилцистеина и ацетата серебра. Все исследования проведены на оборудовании из состава Государственного первичного эталона единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов ГЭТ 163-2020 методом электрофоретического рассеяния света и измерения водородного показателя pH. Установлено, что микросферы полистирольного латекса не отвечают требованиям поставленной задачи в части разработки набора стандартных образцов, образцы на основе суспензий сывороточного бычьего альбумина не соответствуют требованиям ГОСТ ISO 13099-2-2016. В качестве стандартных образцов предложены супрамолекулярные системы на основе водных растворов L-цистеина, N-ацетилцистеина и ацетата серебра. Такие системы характеризуются возможностью модифицировать исходный потенциалопределяющий слой частиц без изменения их агрегативной устойчивости. Проведены исследования долговременной стабильности разработанных стандартных образцов единицы дзета-потенциала частиц в жидкости.

Ключевые слова: дзета-потенциал, двойной электрический слой, суспензия, стандартный образец, супрамолекулярные системы, коллоидная частица

Для цитирования: Беленький Д. И., Аверкин Д. В., Вишневецкий Д. В., Хижняк С. Д., Пахомов П. М. Исследования дисперсных систем и разработка стандартных образцов дзета-потенциала частиц в жидкости // Измерительная техника. 2021. № 4. С. 58–62. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-4-58-62>

Development and creation of zeta potential reference material of the particles in a liquid medium

Dmitrii I. Belenkii¹✉, Dmitry V. Averkin², Dmitry V. Vishnevetski³, Svetlana D. Khizhnyak⁴, Pavel M. Pakhomov⁵

^{1, 2} Russian Metrological Institute of Technical Physics and Radio Engineering, Mendeleevo, Moscow Region, Russia

^{3, 4, 5} Tver State University, Tver, Russia

¹belenky@vniiftri.ru ✉

²averkin@vniiftri.ru, <https://orcid.org/0000-0002-8653-3267>

Abstract. A comprehensive study to develop and create standard samples of the zeta potential unit of particles in a liquid in accordance with the requirements of GOST ISO 13099-2-2016 in the range of measured values from minus 150 mV to plus 150 mV was carried out. The existing standard samples of zeta potential in Russia and the world have been investigated; the analysis of the applicability of the starting materials and components for the creation of new standard samples has done. Samples based on modified polystyrene latex microspheres, bovine serum albumin and supramolecular systems based on aqueous solutions of L-cysteine, N-acetylcysteine, and silver acetate were considered as promising standard samples of the zeta potential of particles. All studies were carried out on equipment from the State Primary Standard of Dispersed Parameters of Aerosols, Suspensions and Powder Materials GET 163-2020 using the method of electrophoretic light scattering and measuring the pH value. It was found that polystyrene latex microspheres do not correspond to the requirements of the work in terms of developing a set of standard samples. Samples based on suspensions of bovine serum albumin do not correspond to the requirements of GOST ISO 13099-2-2016. Supramolecular systems based on aqueous solutions of L-cysteine, N-acetylcysteine, and silver acetate were proposed as standard samples. Such systems are characterized by the ability to modify the initial potential-determining layer of particles without changing their aggregate stability. Studies of the long-term stability of the developed standard samples of the zeta-potential unit of particles in a liquid have been carried out.

Keywords: zeta potential, double electric layer, suspension, reference material, supramolecular system, colloidal particle

Введение. В настоящее время сформированы требования внутреннего рынка по обеспечению единства измерений электрокинетического потенциала (дзета-потенциала) частиц в жидких средах. Эти требования связаны, в первую очередь, с необходимостью повышения качества продукции, выпускаемой в различных отраслях промышленности [1]. Дзета-потенциал как физико-химический параметр дисперсных систем описывает явления на поверхности двойного электрического слоя (ДЭС) дисперсной фазы и является разностью потенциалов на границе «фаза – среда» [2, 3]. Дзета-потенциалом и ДЭС в коллоидных системах обусловлены наблюдаемые электроповерхностные (электрокинетические) явления, такие как процессы ионного обмена, электродные процессы, электрокапиллярные и электрокинетические явления, процессы массо- и энергообмена в пористых телах, явления электростатических взаимодействий коллоидных частиц, определяющих устойчивость дисперсных систем [4, 5, 6]. Чем больше заряд диффузионного слоя, тем сильнее будут развиты электрокинетические явления и тем больше будет дзета-потенциал поверхности скольжения, следовательно, дзета-потенциал также характеризует скорость протекания электрокинетических процессов [5].

На сегодняшний день наиболее распространённым и общим вариантом теории дзета-потенциала ζ является теория Смолуховского, выраженная уравнением

$$\zeta = \mu\eta / (\varepsilon\varepsilon_0), \quad (1)$$

где μ – электрофоретическая подвижность; η – динамическая вязкость; ε – относительная диэлектрическая проницаемость среды; ε_0 – электрическая постоянная.

Уравнение (1) описывает связь электрофоретической подвижности частиц с дзета-потенциалом и используется в вычислительном аппарате современных методов измерения дзета-потенциала частиц, таких как методы электрофореза, фазового анализа рассеянного излучения и электрофоретического рассеяния света.

С начала 1990-х гг. исследование параметров дисперсных систем занимает одну из ведущих позиций в работе научных лабораторий. Остро стоял вопрос о системе метрологического обеспечения в данной области. В период 1998–2010 гг. во ВНИИФТРИ создан и усовершенствован Государственный первичный эталон единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов, с помощью которого можно было решать задачи того времени в области измерений дисперсных параметров гетерогенных систем. В настоящее время стоит задача включения в состав ГЭТ 163-2020 стандартных образцов (СО) единицы дзета-потенциала частиц в области измерений $-150...+150$ мВ. На первом этапе решения поставленной задачи исследован рынок СО в России и мире. На территории России на данный момент нет ни одного производителя СО дзета-потенциала частиц в жидкости. Это связано с отсутствием до недавних пор единства измерений в данной области, а также со сложностью для производителя обеспечить прослеживаемость к зарубежным эталонам данной

единицы. За рубежом на сегодняшний день утверждён только один СО – SRM 1980 (National Institute of Standards and Technology. Certificate of Analysis. Material Details. SRM 1980 – Positive Electrophoretic Mobility (+ μ E) Standard, 07 March 1994), производимый в Национальном институте стандартов и технологий США. Данный образец обеспечивает воспроизведение электрофоретической подвижности частиц в точке $2,53$ мкм·см/(В·с) (соответствует дзета-потенциалу порядка $+46$ мВ) с расширенной неопределённостью измерений (коэффициент охвата $k=2$) $0,12$ мкм·см/(В·с). Образец SRM 1980 стабилен, однако обеспечивает воспроизведение только одного значения дзета-потенциала. Это вызвано, прежде всего, невозможностью изменения физико-химических свойств в широком диапазоне и условий существования образца в стабильном виде. Для создания SRM 1980 использован гётит (α -FeOOH), суспензия которого показала стабильные значения электрофоретической подвижности и дзета-потенциала в растворе электролита с pH=2,5. Данный исходный материал и СО не удовлетворяют существующим требованиям $(-150...+150$ мВ) промышленности в части измерения дзета-потенциала частиц в жидкости.

Цель исследования – рассмотреть возможность разработки и создания СО единицы дзета-потенциала частиц в жидкости в диапазоне измеряемых значений $-150...+150$ мВ.

Для достижения основной цели работы отобраны и исследованы на соответствие требованиям ГОСТ ISO 13099-2-2016 «ГСИ. Методы определения дзета-потенциала. Часть 2. Оптические методы» следующие исходные материалы: меры размера и счётной концентрации частиц на основе полистирольных латексных сфер; частицы бычьего сывороточного альбумина, синтезируемого в НИИ эпидемиологии и микробиологии им. Н. Ф. Гамалеи; супрамолекулярные системы, синтезируемые совместно с кафедрой физической химии ТвГУ.

Экспериментальная часть. Дзета-потенциал агрегатов в образцах измеряли с использованием анализатора Zetasizer Nano ZS (Malvern) из состава Государственного первичного эталона единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов ГЭТ 163-2020. Для измерений готовили необходимый исследуемый раствор, $0,8$ мл которого затем вносили в U-образную капиллярную кювету и помещали в кюветную камеру.

Для приготовления СО дзета-потенциала использовали прекурсоры на основе суспензий бычьего сывороточного альбумина, синтезируемого в Национальном исследовательском центре эпидемиологии и микробиологии им. Н. Ф. Гамалеи, с массовыми концентрациями 1 ; 10 ; 25 мг/мл. Далее в прекурсоры вводили органические буферы PIPES, MES и Tris с целью изменения значений pH. На основе MES было приготовлено три образца соответственно с pH среды $6,2$; $6,9$; $7,3$, на основе PIPES – три образца с pH $5,5$; $5,9$; $6,2$ и на основе Tris – один образец с pH $10,3$. Для приготовления СО дзета-потенциала частиц также использовали супрамолекулярные растворы на основе водных растворов L-цистеина, N-ацетилцистеина и CH_3COOAg (ацетата серебра) (ЦСРач и НАЦац) с концентрацией $0,01$ М и растворы электролитов с концентрацией $0,02$ М.

Измерения pH и аддитивное титрование буферными растворами проводили на pH-метре Mettler Toledo Seven Multi. Во время эксперимента системы термостатировали при температуре $(25 \pm 1)^\circ\text{C}$.

Результаты и обсуждение. Существующие меры размера и счётной концентрации частиц в жидкости являются стабильными полимерными соединениями на основе стирола. В результате синтеза из «затравки» стирола образуются полистирольные частицы сферической формы с возможностью мо-

дификации поверхности [7]. В рамках исследования данных образцов с целью изменения значений электрофоретической подвижности и дзета-потенциала были проведены эксперименты в части изменения значений поверхностного заряда частиц полистирола в зависимости от функциональных групп. Самыми распространёнными модификаторами поверхности для полистирольных латексных сфер являются амидные, сульфатные и карбоксильные группы.

Таблица 1

Результаты измерений дзета-потенциала ζ частиц на основе бычьего сывороточного альбумина концентрацией 1 мг/мл в жидкости

Буфер	pH	ζ , мВ	S, %
MES	6,2	-20,9	3,81
MES	6,9	-18,5	4,15
MES	7,3	-11,7	4,09
PIPES	5,5	-24,4	5,27
PIPES	5,9	-11,5	5,63
PIPES	6,2	-14,2	5,01
Tris	10,3	-37,3	6,88

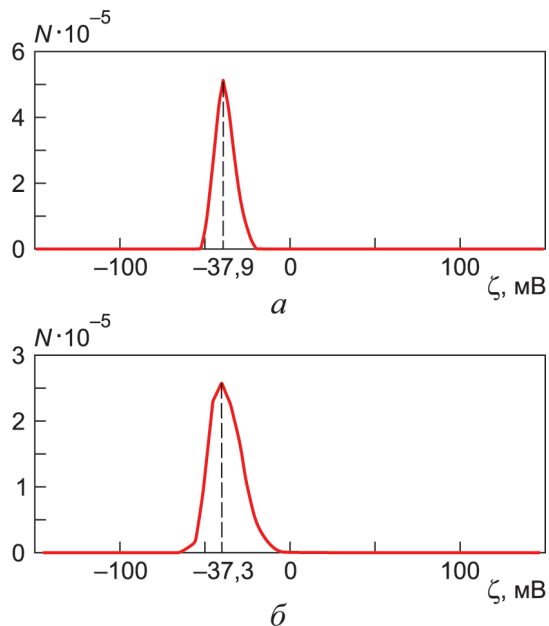


Рис. 1. Результаты измерений дзета-потенциала ζ частиц латекса с модифицированной гидроксильными группами поверхностью (а) и среднее значение дзета-потенциала частиц альбумина в буфере Tris (б); N – число фотонов

Fig. 1. The results of measurements of the zeta potential ζ of latex particles with a surface modified by hydroxyl groups (a) and the average value of the zeta potential of albumin particles in Tris buffer (b); N is the number of photons

В процессе практического решения задачи исследования с использованием указанных модификаторов при $\text{pH}=2\ldots 5$ регистрировалось эффективное значение дзета-потенциала в границах $-50\ldots -30$ мВ. Дальнейшее уменьшение значений дзета-потенциала частиц возможно за счёт уменьшения агрегативной стабильности образцов [8]. Однако $\text{pH}<3$ является экстремальным для большинства электрофоретических ячеек современных анализаторов, поэтому применение данных СО нецелесообразно. Пример результата измерений дзета-потенциала частиц латексных сфер представлен на рис. 1, а.

В результате исследования синтезированных СО частиц дзета-потенциала на основе бычьего сывороточного альбумина наиболее стабильными оказались образцы с концентрацией бычьего сывороточного альбумина 1 мг/мл. Результаты измерений (средние значения по результатам 10 измерений) и средние квадратические отклонения (СКО) S исследуемых образцов представлены в табл. 1 и на рис. 1, б.

Анализируя экспериментальные данные, можно сделать вывод, что частицы бычьего сывороточного альбумина обладают стабильными значениями дзета-потенциала. Установлено, что частицы прекурсора на основе бычьего сывороточного альбумина недостаточно реагируют на изменение среды (смена органических буферов и pH) и значения дзета-потенциала частиц находятся в диапазоне $0\ldots -30$ мВ (см. табл. 1), что считается областью нестабильных соединений, склонных к самопроизвольной седиментации и/или агрегации [9]. Единственный образец, дзета-потенциал которого по модулю больше 30, – образец на основе буфера Tris и $\text{pH}=10,3$ (см. табл. 1, рис. 1, б). Однако единичного образца недостаточно для принятия этих систем в качестве СО.

Возможность модифицирования исходного потенциалоопределяющего слоя, состоящего преимущественно из аминокислоты и аминокислотных остатков, с сохранением исходного строения частиц в растворе-прекурсор [10, 11] делает супрамолекулярные системы наиболее перспективными материалами для создания СО дзета-потенциала частиц в жидкости.

В процессе исследований супрамолекулярных систем были отобраны образцы ЦСРак [12] и НАЦак с низким массовым содержанием активных компонентов в растворе (0,01–0,05 %). Значения pH исследуемых образцов составляют 3,5–4, динамическая вязкость образцов не превышает 3 мПа·с, что соответствует существующим требованиям (ГОСТ ISO 13099-2-2016). Обозначенные условия являются оптимальными, так как степень агрегации и индекс полидисперсности таких супрамолекулярных растворов позволяют достаточно точно регистрировать электрофоретическую подвижность агрегатов в сечении капилляра измерительной кюветы.

Установлено, что при уменьшении содержания активных веществ в супрамолекулярных растворах НАЦак, абсолютное значение дзета-потенциала увеличивается (табл. 2, где W – массовое содержание компонентов). Для образцов ЦСРак способом регуляции дзета-потенциала

Таблица 2

Результаты измерений (средние значения по результатам 10 измерений) дзета-потенциала в супрамолекулярных системах

Система	W, %	pH	ζ , мВ	S, %
НАЦац	0,01	3,5	-52,6	7,8
НАЦац	0,03	3,3	-31,4	7,8
ЦСРац + сульфат натрия	0,02+0,004	3,8	+41,5	7,7
ЦСРац	0,02	4,1	+64,5	7,8

Таблица 3

Метрологические характеристики применяемого оборудования

Величина	Диапазон воспроизведения	S, %	Θ , %
Электрофоретическая подвижность частиц	$-2 \cdot 10^{-7} \dots +2 \cdot 10^{-7} \text{ м}^2/(\text{В} \cdot \text{с})$	1,4–1,6	1,6–1,8
Дзета-потенциал частиц	-150...+150 мВ	2,0–2,2	2,2–2,4

частиц является введение электролитов. На данном этапе работы получены стабильные системы с абсолютным значением дзета-потенциала частиц в диапазоне 30–70 мВ (рис. 2) со средним значением СКО результатов 7,8 %.

Согласно регистрируемым экспериментальным данным супрамолекулярные системы ЦСРац и НАЦац удовлетворяют требованиям в части диапазона дзета-потенциала и воспроизводимости результатов измерений. Работа проводилась с февраля 2018 г. по декабрь 2019 г., измерения проводились не реже, чем раз в месяц (по 10 измерений для каждого образца). Для измерений использовали оборудование из состава ГЭТ 163-2020. Метрологические характеристики применяемого оборудования приведены в табл. 3.

В результате исследования долговременной стабильности установлено: в течение 12 месяцев нестабильность дзета-потенциала в выбранных системах не превышала 2 %, а в течение 22 месяцев – не превышала 4,5 %. С учётом вышесказанного, можно сделать вывод о соответствии созданных СО на основе супрамолекулярных систем НАЦац и ЦСРац требованиям промышленности.

В настоящее время ведётся работа над методами получения систем с абсолютным значением дзета-потенциала более 110 мВ.

Выводы. Созданы СО дзета-потенциала частиц в жидкости. Планируется аттестация образцов в качестве государственных СО. Результаты проведённой работы могут служить основой для дальнейших исследований в области измерений дзета-потенциала. Одним из возможных перспективных направлений является исследование дзета-потенциала твёрдых поверхностей. Это крайне важная задача при создании высококачественных адгезивных стекол, полиэлектролитных многослойных плёнок, особо чистых полупроводниковых пластин [13].

Другой не менее важный аспект – возможность создания методики измерения и измерительных комплексов для предприятий

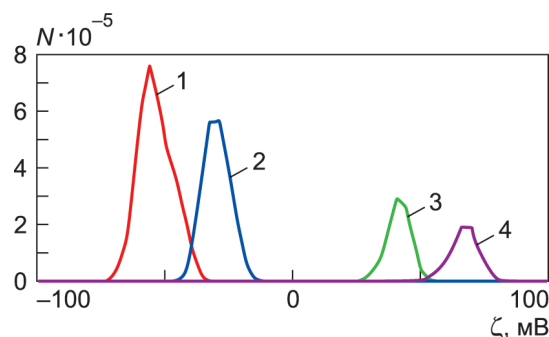


Рис.2. Результаты измерений (средние значения) дзета-потенциала ζ в супрамолекулярных системах (N – число фотонов):

1 – НАЦац 0,01 %, $\zeta = -31,4$ мВ; 2 – НАЦац 0,03 %, $\zeta = -52,6$ мВ; 3 – ЦСРац 0,02 % + сульфат натрия, $\zeta = +41,5$ мВ; 4 – ЦСРац 0,02 %, $\zeta = +64,5$ мВ

Fig. 2. The results of measurements (average values) of the zeta potential in supramolecular systems:

1 – NACac 0.01 %, $\zeta = -31.4$ mV; 2 – NACac 0.03 %, $\zeta = -52.6$ mV; 3 – CSSac 0.02 % + sodium sulfate, $\zeta = +41.5$ mV; 4 – CSSac 0.02 %, $\zeta = +64.5$ mV

пищевой промышленности и агропромышленного комплекса Российской Федерации, что обеспечит государственное регулирование и контроль качества продукции недорогим интегральным способом, заменой которому может служить только дорогостоящий метод хромато-масс-спектрометрии.

Список литературы

1. Беленький Д., Балаханов Д., Лесников Е. Определение дзета-потенциала. Краткий обзор основных методов // Аналитика. 2017. № 3. С. 82–87.
2. Фридрихсберг Д. А. Курс коллоидной химии. Л.: Химия, 1984. 68 с.
3. Фролов Ю. Г. Курс коллоидной химии. Поверхностные явления и дисперсные системы. М.: Химия, 1988. 464 с.
4. Irem B. Ustinol, Natalia I. Gonzalez-Pech and Vick H. Grassian, *Journal of Colloid and Interface Science*, 2019, vol. 554, pp. 362–375. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2019.06.086>
5. Hunter R. J., *Zeta potential in colloid science*, Academic press, 1981, 373 p.
6. F. Ghilini, M. C. Rodríguez González, A. G. Miñán, D. Pissinis, A. H. Creus, R. C. Salvarezza, P. L. Schilardi, *ACS Appl. Mater. Interfaces*, 2018, vol. 10, no. 28, pp. 23657–23666. <https://doi.org/10.1021/acsami.8b07529>
7. Brouwer W. M., *Journal of Applied Polymer Science*, 1989, vol. 38, no.7, pp. 1335–1346. <https://doi.org/10.1002/app.1989.070380712>
8. Bujanca I. C., Corobea M. C., Miculescu F., Dimonie M., *e-Polymers*, 2011, no. 033. <https://doi.org/10.1515/epoly.2011.11.1.371>
9. Ямсков И. А., Благодатских И. В., Краснов М. С. и др., Физико-химические свойства новой группы регуляторных белков, выделенных из различных тканей млекопитающих // Известия Академии наук. Серия химическая. 2009. № 3. С. 623–628.

10. Vishnevetskii D. V., Mekhtiev A. R., Perevozova T. V., Averkin D. V., Ivanova A. I., Khizhnyak S. D., Pakhomov P. M., *Soft Matter*, 2020, vol. 16, pp. 9669–9673.

<https://doi.org/10.1039/D0SM01431A>

11. Khizhnyak S. D., Komarov P. V., Ovchinnikov M. M., Zherenkova L. V., Pakhomov P. M., *Soft Matter*, 2017, vol. 13, pp. 5168–5184. <https://doi.org/10.1039/C7SM00772H>

12. Адамян А. Н., Аверкин Д. В., Хижняк С. Д., Пахомов П. М. Процесс гелеобразования в водном растворе L-цистеина и ацетата серебра под воздействием сульфатов и хлоридов металлов // Вестник Тверского государственного университета. Серия: химия. 2018. Вып. 3, С. 52–65.

13. Суворов А. Л., Богданович Б. Ю., Залужный А. Г., Графутин В. И., Калугин В. В., Нестерович А. В., Прокопьев Е. П., Тимошенко С. П., Чаплыгин Ю. А. Технологии структур КНИ. М.: МИЭТ, 2004. 407 с.

References

1. Belenky D., Balakhanov D., Lesnikov E., Determination of the zeta potential. A brief overview of the main methods, *Analytics*, 2017, № 3, pp. 82–87. (In Russ.)

2. Friedrichsberg D. A., *Course of Colloid Chemistry*, Leningrad, Chemistry Publ., 1984, 68 p. (In Russ.)

3. Frolov Yu. G., *Course of Colloidal Chemistry. Surface phenomena and dispersed systems*, Moscow, Chemistry Publ., 1988, 464 p. (In Russ.)

4. Irem B. Ustinol, Natalia I. Gonzalez-Pech and Vick H. Grassian, *Journal of Colloid and Interface Science*, 2019, vol. 554, pp. 362–375. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2019.06.086>

5. Hunter R. J., *Zeta potential in colloid science*, Academic press, 1981, 373 p.

6. F. Ghilini, M. C. Rodríguez González, A. G. Miñán, D. Pissinis, A. H. Creus, R. C. Salvarezza, P. L. Schilardi, *ACS Appl. Mater. Interfaces*, 2018, vol. 10, no. 28, pp. 23657–23666.

<https://doi.org/10.1021/acsami.8b07529>

7. Brouwer W. M., *Journal of Applied Polymer Science*, 1989, vol. 38, no.7, pp. 1335–1346.

<https://doi.org/10.1002/app.1989.070380712>

8. Bujanca I. C., Corobea M. C., Miculescu F., Dimonie M., *e-Polymers*, 2011, no. 033.

<https://doi.org/10.1515/epoly.2011.11.1.371>

9. Yamskov I. A., Blagodatskikh I. V., Krasnov M. S., Borisenko A. V., Margasyuk D. V., Vecherkin V. V., Skripnikova V. S., Nazarova P. A., Bitko S. A., Berezin B. B., Yaminskii I. V., Meshkov G. B., Grachev S. A., Serebryakova M. V., Rybakova E. Yu., Yamskova V. P., *Russian Chemical Bulletin*, 2009, vol. 58, pp. 640–645. <https://doi.org/10.1007/s11172-009-0069-4>

10. Vishnevetskii D. V., Mekhtiev A. R., Perevozova T. V., Averkin D. V., Ivanova A. I., Khizhnyak S. D., Pakhomov P. M., *Soft Matter*, 2020, vol. 16, pp. 9669–9673.

<https://doi.org/10.1039/D0SM01431A>

11. Khizhnyak S. D., Komarov P. V., Ovchinnikov M. M., Zherenkova L. V., Pakhomov P. M., *Soft Matter*, 2017, vol. 13, pp. 5168–5184.

<https://doi.org/10.1039/C7SM00772H>

12. Adamyan A. N., Averkin D. V., Khizhnyak S. D., Pakhomov P. M., Gelation in low concentration aqueous systems based on amino acid L-cysteine and silver acetate, *TVGU Bulletin: Chemistry series*, 2018, vol. 3, pp. 52–65.

13. Suvorov A. L., Bogdanovich B. Yu., Zaluzhnyj A. G., Grafutin V. I., Kalugin V. V., Nesterovich A. V., Prokopen E. P., Timoshenkov S. P., Chaplygin Yu. A., *Tehnologii struktur KNI*, Moscow, MIET Publ., 2004, 407 p. (In Russ.)

Статья поступила в редакцию 01.12.2020; принята к публикации 28.02.2021.

Научная статья

УДК 543.421

<https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-4-63-67>

Функции преобразования в электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии

Юрий Михайлович Садагов¹, Александр Давидович Левин^{2✉}, Ирина Владиславовна Бирюкова³

^{1, 3} ООО «КОРТЭК», Москва Россия

¹sadagov@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0002-4973-0480>

³irinavs@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0001-5955-9237>

² Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений, Москва, Россия, ad_levin@mail.ru✉, <https://orcid.org/0000-0001-9087-952X>

Аннотация. Рассмотрены проблема градуировки аналитического прибора и процедура анализа, если неизвестны состав или происхождение анализируемой пробы. Исследованы функции преобразования зеемановского атомно-абсорбционного спектрометра с электротермической атомизацией. Предложен способ установления двухпараметрической функции преобразования спектрометра с использованием одного градуировочного образца и рассмотрена возможность измерения концентрации аналита в реальной пробе по уточнённой функции преобразования спектрометра.

Ключевые слова: атомно-абсорбционный спектрометр, электротермическая атомизация, эффект Зеемана, функция преобразования, градуировка, матричные влияния

Для цитирования: Садагов Ю. М., Левин А. Д., Бирюкова И. В. Функции преобразования в электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии // Измерительная техника. 2021. № 4. С. 63–67. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-4-63-67>

Transformation functions in electrothermal atomic absorption spectrometry

Yuri M. Sadagov¹, Alexander D. Levin^{2✉}, Irina V. Biryukova³

^{1, 3} CORTEC Ltd, Moscow, Russia

¹sadagov@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0002-4973-0480>

³irinavs@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0001-5955-9237>

² All-Russian Research Institute for Optical and Physical Measurements, Moscow, Russia, ad_levin@mail.ru✉, <https://orcid.org/0000-0001-9087-952X>

Abstract. The problem of calibration of an analytical instrument and analysis procedure with an unknown composition and origin of the analyzed sample are considered. The transformation functions of the Zeeman atomic absorption spectrometer with electrothermal atomization have been investigated. The method for establishing a two-parameter transformation function of the spectrometer using a single calibration sample is proposed and the possibility of measuring the analyte concentration in a real sample using the refined transformation function of the spectrometer is considered.

Keywords: atomic absorption spectrometer, electrothermal atomization, Zeeman effect, transformation function, calibration, matrix interferences

Введение. Согласно ГОСТ Р 52361-2018 «Контроль объекта аналитический. Термины и определения» градуировочный образец – объект аналитического контроля с известным содержанием аналита, т. е. для градуировки аналитического прибора необходим набор стандартных образцов (СО) состава объекта аналитического контроля с различными содержаниями аналита. Для решения большинства аналитических задач данное условие может оказаться невыполнимым из-за отсутствия соответствующих СО. Проблема градуировки может усугубиться, если происхождение анализируемой пробы априори неизвестно.

В электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии используются так называемые неадекватные градуировочные образцы, которые готовятся разбавлением «чистых» (государственных или межгосударственных) СО определяемых элементов. При этом матричные влияния являются источником систематической погрешности измерений.

Принято считать, что градуировка является неотъемлемой стадией методики анализа, предваряющей стадию измерений, а параметры аналитического прибора на стадиях градуировки и измерения должны быть одинаковы [1–3]. Однако

авторы настоящей статьи полагают, что первичной является функция преобразования аналитического прибора, а не градуировочная функция, указанная в методике анализа. В соответствии с ГОСТ 8.009-84 «ГСИ. Нормируемые метрологические характеристики средств измерений» именно функция преобразования является метрологической характеристикой аналитического прибора.

Цель настоящей статьи – исследовать функции преобразования атомно-абсорбционных спектрометров с электротермической атомизацией и зеемановской коррекцией спектральных помех [4, 5] и рассмотреть возможность использования функции преобразования атомно-абсорбционного спектрометра для элементного анализа реальных проб.

Функция преобразования атомно-абсорбционного спектрометра. Атомно-абсорбционный спектрометр является средством измерений оптической плотности атомного пара (атомной абсорбционности), генерируемого в аналитической ячейке атомизатора. Функция преобразования $A=f(m)$ связывает аналитический сигнал A атомной абсорбционности с массой m элемента, введённого в аналитическую ячейку.

При расположении графитовой печи в переменном магнитном поле, линии магнитной индукции B которого параллельны оптической оси (обратный продольный эффект Зеемана), происходит избирательная модуляция коэффициента $k(B)$ атомного поглощения от значения $k(0)$ при нулевой индукции до значения $k(B_{\max})$ при экстремальной индукции. Для монохроматичной линии излучения функция преобразования определяется выражением [6]:

$$A(a) = \lg \frac{I_r 10^{-za} + I_s}{I_r 10^{-a} + I_s} = \lg \frac{10^{-za} + s}{10^{-a} + s}; \quad (1)$$

$$s = I_s/I_r; \quad a = (\lg e)k(0)ml; \quad z = k(B_{\max})/k(0),$$

где I_r, I_s – интенсивности резонансного и «рассеянного» (не поглощённого атомным паром) излучений на входе

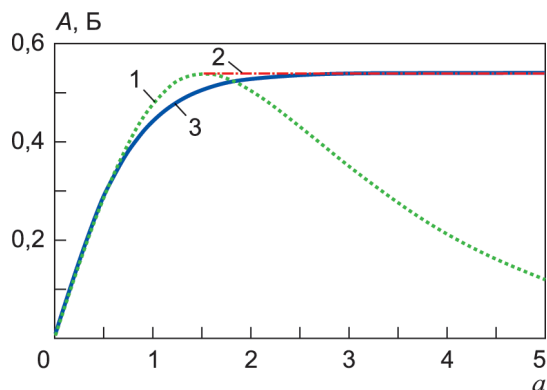


Рис. 1. Графики функции преобразования $A(a)$ атомно-абсорбционного спектрометра, рассчитанные по формулам (1)–(3) при $s=0.1$; $z=0.3$; $a_{\max}=1.516$; $A_{\max}=0.539$; $\alpha=0.407$ – соответственно кривые 1–3

Fig. 1. Graphs of transformation functions $A(a)$ of atomic absorption spectrometer calculating by formulas (1)–(3) for $s=0.1$; $z=0.3$; $a_{\max}=1.516$; $A_{\max}=0.539$; $\alpha=0.407$ – accordingly graphs 1–3

в аналитическую ячейку; a – входной сигнал атомной абсорбционности; l – длина поглощающей ячейки, z – зеемановский фактор расщепления.

Справедливы равенства $A(0)=A(\infty)=0$, следовательно, функция (1) возрастает до максимума $A_{\max}(a_{\max})$, а затем стремится к нулю (рис. 1).

При испарении в графитовой печи анализируемой пробы массой m генерируется импульс входной абсорбционности $a(t)$, который является результатом интегральной свёртки функции поступления атомов в аналитическую ячейку и функции диссипации этих атомов из ячейки [5]. В быстро нагреваемых графитовых печах [5, 7] длительность фронта импульса $a(t)$ составляет несколько десятков миллисекунд, а длительность спада – несколько сотен миллисекунд.

Пока амплитуда входного сигнала $a(t)$ не превышает абсциссу максимума функции (1), формы выходного $A(t)$ и входного сигналов похожи. Когда амплитуда сигнала $a(t)$ становится больше $a_{\max}$, выходные сигналы начинают раздваиваться, причём глубина провала выходного сигнала увеличивается с увеличением амплитуды входного сигнала. Отметим, что раздвоенный выходной сигнал достигает максимального значения $A_{\max}$.

Способ установления двухпараметрической функции преобразования спектрометра. В быстро нагреваемых графитовых печах в качестве регистрируемого аналитического сигнала используется амплитуда импульса $A(t)$ атомной абсорбционности [5]. При этом функцию преобразования (см. рис. 1) можно представить следующим образом:

$$A(a) = \begin{cases} \lg \frac{10^{-za} + s}{10^{-a} + s}, & a \leq a_{\max}; \\ A_{\max}, & a > a_{\max}. \end{cases} \quad (2)$$

Функция (2) аппроксимируется простой функцией (см. рис. 1):

$$A(a) = \lg \frac{1+\alpha}{10^{-a} + \alpha}, \quad (3)$$

где $\alpha = (10^{A_{\max}} - 1)^{-1}$.

Перейдём от сигнала a входной абсорбционности к массе m аналита и получим двухпараметрическую функцию преобразования

$$A(m) = \lg \frac{1+\alpha}{\exp(-\beta m) + \alpha}, \quad (4)$$

где $\beta = a/(mlge)$.

Для установления параметров α, β достаточно измерить аналитические сигналы A_1, A_2 для двух значений m_1, m_2 массы аналита и найти корни α, β системы уравнений

$$\begin{cases} A(m_1) = A_1; \\ A(m_2) = A_2. \end{cases}$$

Однако значения m_1, m_2 априори неизвестны. Градуировочные образцы готовятся разбавлением аттестованного СО фоновым раствором (фоном). Фоном служит дистиллированная вода с добавками химических модификаторов, которые

обеспечивают оптимальные условия атомизации аналита. Так как нельзя исключить присутствия неизвестного количества m_{ϕ} аналита в фоновом растворе, то в принципе невозможно приготовить градуировочные образцы с известным содержанием аналита. При приготовлении раствора с содержанием m аналита получим раствор с содержанием $(m+m_{\phi})$ аналита. Для установления параметров α , β , m_{ϕ} необходимо произвести третье измерение фонового аналитического сигнала A_{ϕ} и решить систему трёх уравнений:

$$\left. \begin{aligned} A(m_1+m_{\phi}) &= A_1; \\ A(m_2+m_{\phi}) &= A_2; \\ A(m_{\phi}) &= A_{\phi}. \end{aligned} \right\} \quad (5)$$

Для измерений A_1 , A_2 использовали один и тот же градуировочный образец с массовой концентрацией C аналита. При этом второе измерение выполнялось при удвоенном объеме V дозирования. С учётом выражения для массы вводимого в аналитическую ячейку элемента $m=CV$ получим, что при первом измерении вводится масса m_1+m_{ϕ} , а при втором – удвоенная масса $2(m_1+m_{\phi})$. При удвоении объема V дозирования решение системы (5) существенно упрощается. Корни системы (5) будут равны:

$$\alpha = (10^{-A_2} - 10^{-2A_1})(10^{-A_1} - 1)^{-2}; \quad (6)$$

$$\beta = -(m_1)^{-1} \ln \frac{(1+\alpha)10^{-A_1} - \alpha}{(1+\alpha)10^{-A_{\phi}} - \alpha}; \quad (7)$$

$$m_{\phi} = -\beta^{-1} \ln[(1+\alpha)10^{-A_{\phi}} - \alpha]. \quad (8)$$

Функция преобразования $A=f(m)$ позволяет решить задачу измерения неизвестной концентрации C аналита по измеренному аналитическому сигналу A , для чего необходимо использовать функцию $C=\varphi(A)$, обратную к функции преобразования (4):

$$C = -(\beta V)^{-1} \ln[(1+\alpha)10^{-A} - \alpha]. \quad (9)$$

Однако прибор предназначен для измерения концентрации аналита в пробах, матричный состав которых существенно отличается от «чистых» градуировочных образцов. Из-за матричного эффекта одна и та же концентрация C аналита в анализируемой пробе и в градуировочном образце создаст разные концентрации μC атомного пара в аналитической ячейке. С учётом матричного коэффициента μ функция преобразования примет вид $A=f(\mu C)$, следовательно, $C=\varphi(A)/\mu$. Матричный коэффициент μ не зависит от концентрации аналита в анализируемой пробе. Если $\mu < 1$, то матрица уменьшает эффективность атомизации аналита по сравнению с градуировочным образцом, если $\mu > 1$, то матрица способствует повышению эффективности атомизации.

Для функции (9) концентрация является выходной, т. е. измеренной величиной: $C_{\text{вых}} = \varphi(A)$, а для функции преобразования концентрация является входной, т. е. измеряемой

величиной: $A=f(C_{\text{вх}})$. С учётом свойства обратной функции $\varphi(f(x))=x$ получим $C_{\text{вых}}=C_{\text{вх}}$. Таким образом, имеет место линейаризация функции преобразования. Причём равенство $C_{\text{вых}}=C_{\text{вх}}$ выполняется только для градуировочных образцов. Для анализируемых образцов необходимо установить матричный коэффициент μ .

Для установления значения μ требуется измерить аналитический сигнал A_1 для анализируемого образца с искомой концентрацией C_x аналита и аналитический сигнал A_2 для этого же анализируемого образца с добавкой C_d аналита т. е. для концентрации (C_x+C_d) аналита. Искомое значение μ является корнем системы уравнений

$$\left. \begin{aligned} C_d &= C_1/\mu; \\ C_x + C_d &= C_2/\mu. \end{aligned} \right\} \quad (10)$$

Из системы (10) найдём матричный коэффициент

$$\mu = (C_2 - C_1)/C_d. \quad (11)$$

Вторым корнем системы (10) является искомая концентрация

$$C_x = C_d / [(C_2/C_1) - 1]. \quad (12)$$

Для измерения концентрации элемента в анализируемой пробе используем функцию

$$C = -(\beta V/\mu)^{-1} \ln[(1+\alpha)10^{-A} - \alpha]. \quad (13)$$

Отметим, что если известный метод стандартных добавок [1, 8–10] применим только на линейном участке функции $A=f(C)$, то предлагаемый метод добавки C_d для функции преобразования позволяет использовать функцию преобразования целиком, от нулевого уровня до уровня насыщения.

Функция преобразования устанавливается при фиксированных значениях тока источника резонансного излучения и температуры стадии атомизации, которые определяют параметр α . Согласно выражению (6) параметр α не зависит от абсолютного содержания аналита в градуировочном образце. Отметим, что уровень насыщения функции преобразования не зависит ни от температуры стадии пиролиза, ни от срока службы графитовой печи.

В атомно-абсорбционном спектрометре должна быть встроенная функция преобразования (заводская градуировка). Для решения аналитической задачи необходимо приготовить два раствора: анализируемый образец и анализируемый образец с добавкой аналита. При измерении содержания аналита в этих образцах можно варьировать как состав анализируемого образца, так и температуру стадий пиролиза. При этом погрешность измерения концентрации аналита определяется только погрешностью приготовления анализируемых образцов. Введение матричного коэффициента μ согласно выражениям (11), (12) позволяет настраивать прибор на решение конкретной аналитической задачи. Название этого коэффициента подчёркивает то,

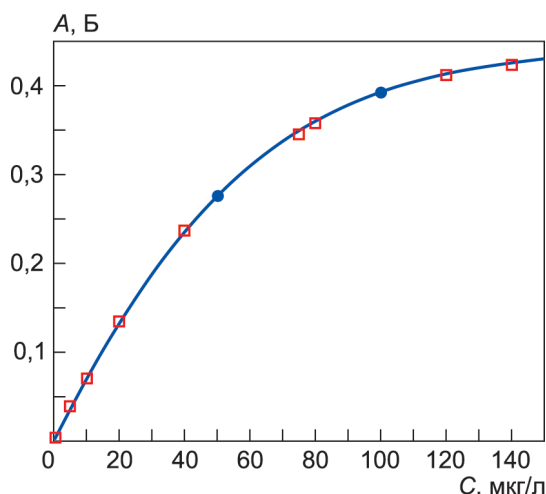


Рис. 2. График функции преобразования мышьяка, построенный по формуле (4) для градуировочных концентраций $C_1=50$ мкг/л и $C_2=2 \cdot 50=100$ мкг/л (параметры функции преобразования ($\alpha=0,5597$; $\beta=0,0265$); ●, ■ – градуировочные и проверочные точки соответственно

Fig. 2. The transformation function graph of arsenic, according formula (4) for standards $C_1=50$ $\mu\text{g/l}$ и $C_2=2 \cdot 50=100$ $\mu\text{g/l}$ (transformation function parameters $\alpha=0,5597$; $\beta=0,0265$); ● – calibration points, ■ – testing points

Входная и выходная концентрации мышьяка

$C_{\text{вх}},$ мкг/л	$C_{\text{вых}},$ мкг/л	$\delta, \%$
0,5	0,5415	8,3
5,0	5,5883	11,8
10,0	10,117	1,2
20,0	20,430	2,2
40,0	40,463	1,2
50,0	48,813	-2,4
75,0	73,323	-2,2
80,0	78,884	-1,4
100,0	101,05	1,1
120,0	118,52	-1,2
140,0	136,58	-2,4

что при градуировке и анализе могут использоваться разные химические модификаторы. Кроме того, коэффициент μ позволяет учитывать и другие факторы: во-первых, при градуировке можно не использовать высокотемпературные стадии пиролиза, которые необходимы при анализе реальных проб; во-вторых, градуировку и анализ можно выполнять на графитовых печах разного типа и разного «возраста».

Экспериментальные результаты и обсуждение. Эксперименты проводили на серийных экземплярах ЭТАА (электротермического атомно-абсорбционного) спектрометра КВАНТ.З (ООО «КОРТЭК», Россия) [5].

Возможность синтеза функции преобразования спектрометра с использованием одного градуировочного раствора проверяли на примере мышьяка. Для каждого i -го раствора мышьяка проводили по четыре параллельных измерения аналитического сигнала (амплитуды импульса атомной абсорбционности) и вычисляли среднее значение A_i аналитического сигнала. Значения относительного среднего квадратического отклонения результатов параллельных измерений для каждой концентрации не превышали 2 %.

В качестве фонового раствора использовали раствор никеля (нитрат) концентрацией 100 мг/л. Для фонового раствора установили, что $A_{\text{ф}} \approx 0$, следовательно, согласно (8) $m_{\text{ф}}=0$, $C_{\text{ф}}=0$. Для градуировочного раствора мышьяка концентрации $C_1=50$ мкг/л измеряли аналитический сигнал $A_1=0,2765$. При удвоении объема дозирования получили концентрацию $C_2=2 \cdot 50=100$ мкг/л, для которой измерили аналитический сигнал $A_2=0,3936$. Подставили полученные экспериментальные данные в выражения (6–8) и установили значения параметров $\alpha=0,5597$, $\beta=0,0265$ искомой функции преобразования (рис. 2). График функции преобразования проходит через градуировочные точки ($C_1; A_1$) и ($C_2; A_2$).

Для подтверждения возможности использования установленной функции преобразования измеряли известные (приготовленные) концентрации мышьяка, так называемые проверочные концентрации. В таблице представлены значения входной (приготовленной) концентрации $C_{\text{вх}}$ и выходной (измеренной) концентрации $C_{\text{вых}}$ мышьяка и оценки систематической составляющей погрешности измерения концентрации $\delta=(C_{\text{вых}}-C_{\text{вх}})/C_{\text{вх}} \cdot 100$. Представленные значения погрешности измерения концентрации мышьяка подтверждают возможность установления функции преобразования с помощью одного градуировочного раствора. Действительно, погрешность измерения концентраций мышьяка не превышает 12 % в диапазоне 0,5–140 мкг/л. Есть основания предполагать, что основным источником этой погрешности является погрешность приготовления проверочных концентраций аналита.

С целью опробования метода уточнения функции преобразования по одной добавке для анализа проб со сложной матрицей измеряли концентрацию железа в пробе вина. Предварительно установили функцию преобразования спектрометра для железа с использованием простых градуировочных растворов.

Пробу вина разбавляли в 100 раз дистиллированной водой. Были получены следующие результаты: измеренная концентрация железа в анализируемом (разбавленном) образце вина $C_1=16,2$ мкг/л; измеренная концентрация железа в образце вина с добавкой железа $C_{\text{д}}=50$ мкг/л – $C_2=94$ мкг/л; матричный коэффициент $\mu=1,556$; концентрация железа в анализируемом образце вина после уточнения $C_{\text{х}}=10,4$ мкг/л.

С учётом результата измерения концентрации железа в образце с добавкой систематическая составляющая погрешности измерения концентрации, обусловленная матричными влияниями добавки железа, без уточнения функции преобразования составила $\{[(94,0-16,2)-50]/50\} \cdot 100=55,6 \%$. С учётом матричного коэффициента концентрация железа в пробе с добавкой составила $94/1,556=60,4$ мкг/л. Таким образом, систематическая составляющая погрешности измерения концентрации добавки железа с уточнением функции преобразования стремится к нулю: $\{[(60,4-10,4)-50]/50\} \cdot 100 \rightarrow 0$, т. е. матричными влияниями можно пренебречь.

Концентрация железа в пробе вина с учётом разбавления составляет $100C_{\text{х}}=1040$ мкг/л, что всего на 6 % больше концентрации 980 мкг/л, полученной фотометрическим методом.

Представленный результат анализа пробы вина подтверждает преимущество метода уточнения функции преобразования по анализируемому образцу с добавкой аналита перед прямым методом измерений концентраций.

Заключение. Совместное применение предложенного способа установления двухпараметрической функции преобразования атомно-абсорбционного спектрометра для определяемого элемента (градуировочной функции) и метода уточнения функции преобразования по анализируемому образцу с добавкой аналита даст возможность разделить стадии градуировки и анализа. Отнесение градуировочных функций к метрологическим характеристикам атомно-абсорбционного спектрометра позволит снизить погрешность измерений концентрации аналита и упростить процедуру анализа.

Список литературы

1. Основы аналитической химии. В 2-х т. Т. 1. / Под ред. Ю. А. Золотова. М.: Издательский центр «Академия», 2012.
2. Guadros-Rodriguez L., Gamiz-Garsia L., Almansa-Lopes E., Bosque-Sendra J., Calibration in chemical measurements processes. II. A methodological approach, *Trends in analytical chemistry*, 2001, vol. 20, no. 11, pp. 620–635.
3. Каламбет Ю. Мифы внутреннего стандарта // Аналитика. 2012. № 2 (3). С. 20–26.
4. De Loos-Vollebregt M. T. C., de Galan L., van Uffelen J. W. M., *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, 1988, vol. 43, no. 9–11, pp. 1147–1156.
[https://doi.org/10.1016/0584-8547\(88\)80159-9](https://doi.org/10.1016/0584-8547(88)80159-9)
5. Sadagoff Yu. M., *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, 1997, vol. 52, no. 9–10, pp. 1395–1411.
[https://doi.org/10.1016/s0584-8547\(97\)00016-5](https://doi.org/10.1016/s0584-8547(97)00016-5)
6. De Loos-Vollebregt M. T. C., de Galan L., Stray light in Zeeman and pulsed hollow cathode lamp atomic absorption spectrometry, *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, 1986, vol. 41, no. 6, pp. 597–610.
7. Садагов Ю. М., Батьков В. М., Фурманский Е. А., Шинаев А. Н. Новый электротермический атомно-абсорбционный спектрометр: техника и аналитика // Измерительная техника. 2011. № 9. С. 18–21.
8. Frenich A. G., Vidal J. L. M., Moreno J. L. F., Romero-Gonzales R., Compensation for matrix effects in gas chromatography-tandem

mass spectrometry using a single point standard addition, *J. Chromatogr. A*, 2009, vol. 1216, no. 23, pp. 4798–4808.

9. Морозова Т. Е., Зенкевич И. Г. Новые варианты метода стандартной добавки. Газохроматографическое определение камфоры в фармацевтических препаратах // Вестник СПбГУ. 2011. Сер. 4. Физика. Химия. Вып. 4. С. 61–68.

10. Brown R. J. C., *Analitica Chimica Acta*, 2009, vol. 648, no. 2, pp. 153–156.

References

1. *Osnovy analiticheskoy himii*, In 2 volumes, vol. 1, ed. Y. A. Zolotov, Moscow, Academiya Publ., 2012. (In Russ.)
2. Guadros-Rodriguez L., Gamiz-Garsia L., Almansa-Lopes E., Bosque-Sendra J., Calibration in chemical measurements processes. II. A methodological approach, *Trends in analytical chemistry*, 2001, vol. 20, no. 11, pp. 620–635.
3. Kalambet Y., Myths of the Internal Standard, *Analytics*, 2012, no. 2(3), pp. 20–26. (In Russ.)
4. De Loos-Vollebregt M. T. C., de Galan L., van Uffelen J. W. M., *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, 1988, vol. 43, no. 9–11, pp. 1147–1156.
[https://doi.org/10.1016/0584-8547\(88\)80159-9](https://doi.org/10.1016/0584-8547(88)80159-9)
5. Sadagoff Yu. M., *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, 1997, vol. 52, no. 9–10, pp. 1395–1411.
[https://doi.org/10.1016/s0584-8547\(97\)00016-5](https://doi.org/10.1016/s0584-8547(97)00016-5)
6. De Loos-Vollebregt M. T. C., de Galan L., Stray light in Zeeman and pulsed hollow cathode lamp atomic absorption spectrometry, *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, 1986, vol. 41, no. 6, pp. 597–610.
7. Sadagov Yu. M., Batkov V. M., Furmanskiy E. A., Shinaev A. N., *Measurement Techniques*, 2011, vol. 54, no 9, pp. 986–991 <https://doi.org/10.1007/s11018-011-9838-1>
8. Frenich A. G., Vidal J. L. M., Moreno J. L. F., Romero-Gonzales R., Compensation for matrix effects in gas chromatography-tandem mass spectrometry using a single point standard addition, *J. Chromatogr. A*, 2009, vol. 1216, no. 23, pp. 4798–4808.
9. Morozova T. E., Zenkevich I. G., New modifications of the standard addition method. Determination of camphor in some pharmaceuticals, *Vestnik St. Petersburg University*, 2011, ser. 4. iss. 4, pp. 61–68. (In Russ.)
10. Brown R. J. C., *Analitica Chimica Acta*, 2009, vol. 648, no. 2, pp. 153–156.

Статья поступила в редакцию 22.07.2020; принята к публикации 03.02.2021.

Научная статья

УДК 53.043

<https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-4-68-71>

Измерительный комплекс для мониторинга углекислого газа в воздухе

Игорь Михайлович Агеев^{1✉}, Юрий Маратович Рыбин²

^{1, 2} Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет), Москва, Россия

¹imageev@mail.ru✉, <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=6603052425>

²rym49@rambler.ru, <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=6603711233>

Аннотация. Описаны достоинства и недостатки инфракрасных и электрохимических газоанализаторов углекислого газа CO₂. Исследована возможность использования кондуктометрических датчиков с дистиллированной водой для мониторинга содержания CO₂ в воздухе. Изготовлены два одинаковых измерительных комплекса, в состав каждого входят две кондуктометрические ячейки открытого типа, согласующее устройство и персональный компьютер. С помощью этих комплексов выполнены эксперименты по синхронному измерению содержания CO₂ в воздухе в двух местах (помещение лаборатории и здание в лесном массиве, находящиеся на расстоянии 15 км друг от друга) с заведомо разной суточной динамикой изменения уровня CO₂. Выполнен специальный эксперимент, позволивший оценить инерционность кондуктометрических ячеек и получить коэффициент пересчёта значений содержания CO₂ в стандартные единицы измерения. Показано, что суточная динамика изменения электропроводности дистиллированной воды в открытых ячейках соответствует ожидаемой динамике изменения содержания CO₂ в помещениях, где проводились измерения. Подтверждена работоспособность измерительного комплекса и возможность создания на его основе устройства для длительного мониторинга содержания CO₂ в составе воздушной смеси газов. Установлена высокая селективность измерительного комплекса к CO₂ по отношению к другим газам атмосферы.

Ключевые слова: содержание углекислого газа, кондуктометрическая ячейка, удельная электропроводность воды

Для цитирования: Агеев И. М., Рыбин Ю. М. Измерительный комплекс для мониторинга углекислого газа в воздухе // Измерительная техника. 2021. № 4. С. 68–71. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-4-68-71>

Measuring complex for monitoring carbon dioxide in air

Igor M. Ageev^{1✉}, Yuri M. Rybin²

^{1, 2} Moscow Aviation Institute (National Research University), Moscow, Russia

¹imageev@mail.ru✉, <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=6603052425>

²rym49@rambler.ru, <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=6603711233>

Abstract. The advantages and disadvantages of infrared and electrochemical gas analyzers for carbon dioxide CO₂ are described. The possibility of using conductometric sensors with distilled water for monitoring the CO₂ content in the air has been investigated. Two identical measuring systems were manufactured, each containing two open-type conductometric cells, a matching device and a personal computer. With the help of these complexes, experiments were carried out on the simultaneous measurement of the CO₂ content in the air in two places (a laboratory room and a building in a forest, located at a distance of 15 km from each other) with deliberately different daily dynamics of the CO₂ level change. A special experiment was carried out, which made it possible to obtain an estimate of the inertia of conductometric cells and a conversion factor for the values of CO₂ content into standard units of measurement. It is shown that the daily dynamics of changes in the electrical conductivity of distilled water in open cells corresponds to the expected dynamics of changes in the CO₂ content in the rooms where the measurements were carried out. The operability of the measuring complex and the possibility of creating on its basis a device for long-term monitoring of the CO₂ content in the air mixture of gases has been confirmed. The principal high selectivity of the measuring complex to CO₂ in relation to other gases of the atmosphere has been established.

Keywords: carbon dioxide content, conductometric cell, specific electrical conductivity of water

Введение. Углекислый газ CO₂ как продукт функционирования промышленных предприятий и автотранспорта, продукт горения и выдыхания живых организмов является естественным компонентом атмосферы. Уровень содержания

CO₂ в составе воздушной газовой смеси признан её важнейшим параметром, который постоянно увеличивается, поэтому актуальность контроля уровня CO₂ различными инструментальными средствами не вызывает сомнений.

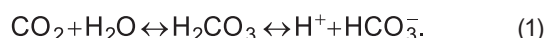
Согласно ГОСТ Р ЕН 13779-2007 «Вентиляция в нежилых зданиях. Технические требования к системам вентиляции и кондиционирования» в помещениях, где находятся люди, качество воздуха классифицируется по пяти группам содержания CO_2 : от 380 ppm («идеальный для хорошего самочувствия») до 2000 ppm («резкое снижение производительности труда»). Для контроля содержания углекислоты в воздухе применяются газоанализаторы (мониторы), в их состав входят в основном сенсоры CO_2 двух типов – инфракрасные и электрохимические.

В инфракрасных газоанализаторах используются преимущественно сенсоры NDIR (NonDispersive Infrared Sensor) на основе недисперсионного поглощения инфракрасного излучения – поглощения молекулами CO_2 оптического излучения с длиной волны 4,26 мкм [1, 2]. В пространство между светоизлучателем и фотоприёмником подаётся воздух и по степени поглощения указанного излучения оценивается содержание углекислоты в смеси газов. Мониторы NDIR для промышленного применения имеют модификации как с диффузионным забором воздуха, так и с принудительной прокачкой воздуха через проточную камеру, например газоанализатор диоксида углерода ПКУ-4-Н (ЗАО «Экологические сенсоры и системы», РФ). В целом инфракрасные газоанализаторы обладают приемлемыми эксплуатационными характеристиками, однако на результаты измерений оказывает влияние содержание пыли и влаги в анализируемой пробе. К недостаткам этих приборов можно отнести низкую стойкость к механическим воздействиям, а также относительно высокую стоимость по причине сложности изготовления аппаратуры с использованием специальных электронных компонентов.

Основой электрохимических газоанализаторов CO_2 является электрохимическая ячейка, содержащая газопроницаемую мембрану, специальный электролит в диэлектрическом корпусе, измерительные электроды, датчик температуры [3, 4]. Углекислый газ проникает через мембрану, вступает в химическую реакцию с электролитом, вследствие чего изменяются его электропроводящие параметры. По степени изменения этих параметров рассчитывается содержание CO_2 в воздухе. Электрохимические газоанализаторы проще в изготовлении и обслуживании, дешевле мониторов на сенсорах NDIR. Однако им также присущи принципиальные недостатки: малый срок службы, зависящий от содержания измеряемого газа; низкая стойкость к колебаниям температуры и относительной влажности; низкая селективность к измеряемому газу, что вынуждает производителей устанавливать дополнительные фильтры в электрохимические ячейки.

Цель настоящей статьи – исследовать возможность реализации сенсора CO_2 на основе кондуктометрической ячейки с дистиллированной водой.

Аппаратура и методика измерений. Возможность реализации сенсора CO_2 основана на известной реакции растворения углекислого газа в воде с образованием ионов водорода [5–7]:



Реакция (1) показывает, что концентрация протонов в воде, в основном определяющая её электропроводность [5],

находится в равновесии с концентрацией CO_2 над поверхностью воды. Процесс выравнивания этих концентраций относительно медленный (в пределах 10–30 мин), но для многосуточного мониторинга такая скорость реакции может считаться приемлемой. Таким образом, по электропроводности воды в кондуктометрической ячейке открытого типа можно контролировать содержание CO_2 в окружающем воздухе. Процесс растворения азота, кислорода и прочих газов атмосферы не влияет на электропроводность воды [8], что обеспечивает сенсору кондуктометрической ячейки с дистиллированной водой высокую селективность в отношении контролируемого CO_2 . Отметим, что предлагаемый сенсор CO_2 является фактически разновидностью электрохимической ячейки.

Экспериментальные исследования были выполнены с использованием измерительных комплексов, структурная схема одного из них представлена на рис. 1 (показано подключение только одной измерительной ячейки). Принцип построения измерительного комплекса во многом подобен принципам, описанным в [8, 9]. Комплекс включает кондуктометрическую измерительную ячейку открытого типа КЯ из полиэтилена с двумя электродами из нержавеющей стали ЭС для измерения электропроводности воды и терморезистором ТР, закреплённым снаружи под дном ячейки и изолированным от внешней среды теплоизолятором ТИ. Терморезистором измеряли температуру воды, чтобы учитывать влияние изменений температуры на электропроводность. В экспериментах использовали дистиллированную воду с удельной

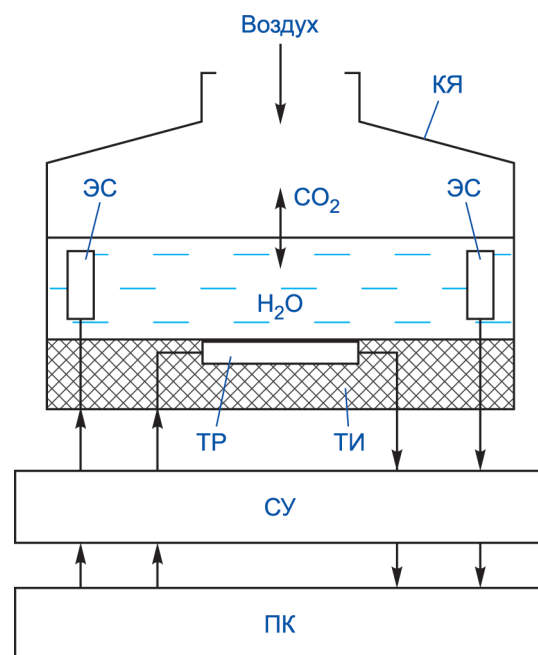


Рис. 1. Структурная схема измерительного комплекса: КЯ – кондуктометрическая ячейка; ЭС – электрод стальной; ТР – терморезистор; ТИ – теплоизолятор; СУ – согласующее устройство; ПК – персональный компьютер

Fig. 1. Structure chart of measuring complex: CC – conductometric cell; SE – steel electrode; TR – thermoresistor; HI – heat insulator; MD – matching device; PC – personal computer

электропроводностью приблизительно 1 мкС/см. Для измерения электропроводности воды на электроды ячейки подавали синусоидальное напряжение амплитудой 0,2 В и частотой 100 Гц, для измерения температуры воды увеличивали до 200 Гц частоту подаваемого на терморезистор синусоидального напряжения. Эти опорные сигналы формировались специальной программой в персональном компьютере ПК и с выходов звуковой карты через согласующее устройство СУ подавались на кондуктометрическую ячейку. Согласующее устройство служило для согласования уровней сигналов и сопротивлений между выходами кондуктометрической ячейки и входами звуковой карты. Обработка сигналов, полученных в результате измерения, расчёт соответствующих параметров и построение графиков выполнялись специальной компьютерной программой. Комплекс обеспечивал относительную погрешность измерений удельной электропроводности воды в датчиках не более $\pm 0,1\%$ и относительную погрешность измерения температуры воды не более $\pm 0,05\%$. По итогам экспериментальных исследований выявили значительные колебания проводимости воды, имеющие явный суточный период [10].

Результаты экспериментов. Подтверждение возможности использования кондуктометрической ячейки с дистиллированной водой для мониторинга содержания CO_2 в воздухе было получено в результате выполнения ряда экспериментов в 2019 г. В состав каждого из двух комплексов входили по две конструктивно одинаковые кондуктометрические ячейки: внутренний объём 12 мл; объём залитой в ячейку дистиллированной воды 1,5 мл; площадь границы раздела вода/воздух приблизительно 2 см^2 ; площадь сечения входного отверстия ячейки приблизительно 5 мм^2 ; диаметр проволоки электродов 0,6 мм; расстояние между электродами приблизительно 10 мм. Первый измерительный комплекс устанавливали в помещении лаборатории, второй – в здании в лесном массиве за городом, на расстоянии приблизительно 15 км от первого комплекса. Температура воды в ячейках первого комплекса за двое суток изменилась в пределах $(26,2 \pm 0,3)^\circ\text{C}$, температура воды в ячейках второго комплекса –

в пределах $(24,4 \pm 0,7)^\circ\text{C}$. Кроме того, во всех ячейках наблюдалось равномерное увеличение электропроводности воды со скоростью приблизительно 8 % в сутки, видимо обусловленное растворением материала электродов.

На рис. 2 приведены временные зависимости электропроводности воды в двух ячейках, снятые 10–11 июня 2019 г. При построении зависимостей выполнена программная компенсация указанного тренда электропроводности, как и компенсация изменения электропроводности под действием температуры с учётом известного температурного коэффициента электропроводности воды $2,5\%/^\circ\text{C}$. Экспериментальные данные получены на двух одинаковых измерительных комплексах. Для повышения достоверности измерений каждый комплекс фиксировал данные двух одинаковых кондуктометрических ячеек. Поскольку данные двух ячеек одного комплекса практически идентичны, на рис. 2 приведены по одной зависимости для каждого комплекса.

Как указано выше, электропроводность воды Y в ячейках, обусловленная концентрацией протонов, пропорциональна содержанию CO_2 в составе воздушной смеси. Начальная электропроводность воды в ячейке в помещении лаборатории несколько больше электропроводности воды в ячейке в помещении за городом, что обусловлено соответствующими средними значениями содержания CO_2 (см. рис. 2). В работе [5] показано, что связь между содержанием CO_2 N и значениями электропроводности воды Y близка к линейной. Для получения содержания CO_2 в стандартных единицах измерения выполнен специальный эксперимент: в ограниченном объёме воздуха в процессе изменения концентрации CO_2 измеряли электропроводность и температуру воды в обеих ячейках и содержание CO_2 в воздухе с помощью монитора MT8057s (Finder Technology Ltd, Гонконг, Китай). В процессе сопоставления показаний учитывали инерционность кондуктометрических ячеек (приблизительно 20 мин), обусловленную в основном скоростью диффузии воздуха через входное отверстие ячейки. В результате получен коэффициент пересчёта $K = 820\text{ ppm/мкС}$, с помощью которого рассчитаны значения содержания CO_2 в ppm (правая шкала зависимости на рис. 2). Отметим, что значение коэффициента K обусловлено конструктивными особенностями кондуктометрической ячейки и индивидуально для ячеек каждого типа.

Обсуждение результатов. Временные зависимости электропроводности воды в обеих ячейках имели периодический (суточный) характер (см. рис. 2). Электропроводность воды в первой ячейке увеличивалась примерно на 18 %, начиная с 10:00, максимум кривой приходился на 17:00–18:00, а уменьшение электропроводности до исходных величин происходило в вечернее и ночное время. Периоды повышения электропроводности точно совпадали с временем пребывания в помещении сотрудников, контролирующих процесс эксперимента и являющихся источником увеличения содержания CO_2 в воздухе. Электропроводность воды во второй ячейке увеличивалась примерно на 14 %, причём в ночное и утреннее время, а уменьшалась в дневное время. Это обусловлено вариациями CO_2 в воздухе в процессе «дыхания растительного покрова» [11], когда растения в темноте выделяют углекислоту, а под действием солнечного излучения

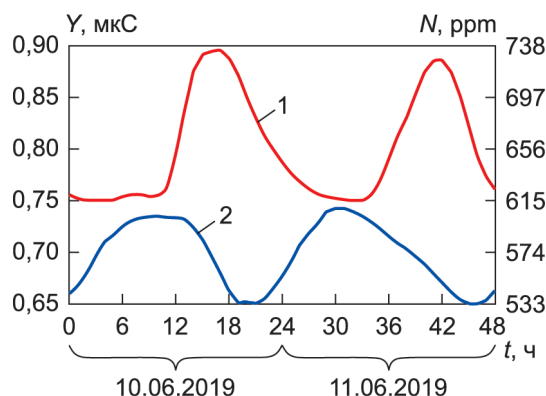


Рис. 2. Временные зависимости электропроводности воды (содержания CO_2) в ячейках, расположенных в лаборатории (1) и в лесном массиве (2)

Fig. 2. Time dependences of the electrical conductivity of water (CO_2 content) in the cells located in the laboratory (1) and in the forest (2)

её поглощают. Таким образом, очевидна корреляция между временем действия источников CO_2 и вариациями электропроводности воды в открытых кондуктометрических ячейках, что позволяет использовать их в качестве сенсоров углекислоты.

В приведённых экспериментах температура окружающей среды изменялась в небольших пределах, поэтому компенсация вариаций электропроводности воды под действием температуры была выполнена достаточно корректно с учётом соответствующего постоянного температурного коэффициента. При необходимости мониторинга CO_2 в условиях значительных изменений температуры окружающей среды целесообразно использовать активный термостат для стабилизации температуры воды в ячейке, подобный описанному в работе [8].

Заключение. Экспериментальные исследования разработанного аппаратно-программного комплекса для измерения содержания CO_2 в воздухе на основе кондуктометрической ячейки с дистиллированной водой показали принципиальную возможность практического использования комплекса для длительного мониторинга уровня углекислоты в воздухе при различных условиях окружающей среды. Использование кондуктометрической ячейки с дистиллированной водой в качестве сенсора CO_2 при отмеченной относительно высокой инерционности процесса измерения (десять минут) по сравнению известными электрохимическими ячейками имеет ряд преимуществ: принципиально высокую селективность выделения углекислоты из воздушной газовой смеси; простую конструкцию ячейки и измерительного тракта; отсутствие дорогих комплектующих и расходных материалов; низкое энергопотребление измерительного процесса.

Список литературы

1. Зуев В. Е., Макушкин Ю. С., Пономарев Ю. Н. Спектроскопия атмосферы. Л.: Гидрометеоздат, 1987. 246 с.
2. Адикс Т. Г., Гальцев А. П. Температурная зависимость коэффициента поглощения в канте полосы 4,3 мкм CO_2 // Известия АН СССР. Сер. Физика атмосферы и океана. 1984. Т. 20. № 7. С. 653–657.
3. Соколов С. В., Загороднюк П. Н. Портативные электрохимические анализаторы // Российский химический журнал. 2001. Т. XLV. № 5-6. С. 78–82.
4. Медведева Е. А. Электрохимические сенсоры: Состояние дел и перспективы развития // Научные труды МАТИ. 2014. Вып. 23 (95). С. 122–127.
5. Light T. S., Kingman E. A., Bevilacqua A. C., 209th American Chemical Society National Meeting, Anaheim, CA, USA, April 2–6, 1995, New York, ACS, 1995, pp. 1–17.
6. Бушуйев Е. Н. Расчёт температурной зависимости ионного произведения, удельной электропроводности предельно разбавленных растворов электролитов // Вестник ИГЭУ. 2007. Вып. 2. С. 1–4.
7. Light T. S., Light S., Bevilacqua A. C., Morash K. R., *Electrochemical and Solid-State Letters*, 2005, vol. 8 (1), pp. E16–E19. <https://doi.org/10.1149/1.1836121>

8. Агеев И. М., Рыбин Ю. М. Особенности измерения электропроводности дистиллированной воды при контакте с воздухом // Измерительная техника. 2019. № 10. С. 68–71. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2019-10-68-71>

9. Рыбин Ю. М., Агеев И. М., Бубнова М. Д. Устройство сбора данных на основе звуковой карты ПК // Труды МАИ: сетевой журнал. 2011. № 48. URL: <http://www.mai.ru/science/trudy/> (дата обращения: 04.11.2020).

10. Агеев И. М., Рыбин Ю. М., Шишкин Г. Г. Медленные вариации электропроводности дистиллированной воды // Вестник МГУ. Серия 3. Физика. Астрономия. 2016. № 6. С. 54–59.

11. Тимохина А. В., Прокушкин А. С., Онучин А. А., Панов А. В., Кофман Г. Б., Хаймани М. Динамика приземной концентрации CO_2 в среднетаёжной подзоне приенисейской Сибири // Экология. 2015. № 2. С. 110–119.

<https://doi.org/10.7868/S0367059715020122>

References

1. Zuev V. E., Makushkin Yu. S., Ponomarev Yu. N., *Gidrometeoizdat Spectroscopy of the atmosphere*, Leningrad, Gidrometeoizdat Publ., 1987, 246 p. (In Russ.)
2. Adiks T. G., Galtsev A. P., Temperature dependence of the absorption coefficient at the edge of the 4.3 μm CO_2 band, *Izv. Academy of Sciences of the USSR, series of physics of the atmosphere and ocean*, 1984, vol. 20, no. 7, pp. 653–657. (In Russ.)
3. Sokolov S. V., Zagorodnyuk P. N., Portable electrochemical analyzers, *Rossiiskii Khimicheskii Zhurnal (Russian Chemistry Journal of the D. I. Mendeleev Russian Chemical Society)*, 2001, vol. XLV, no. 5-6, pp. 78–82. (In Russ.)
4. Medvedeva E. A., *Electrochemical Sensors: State of the Art and Development Prospects*, *Vestnik MATI*, 2014, vol. 23 (95), pp. 122–127. (In Russ.)
5. Light T. S., Kingman E. A., Bevilacqua A. C., 209th American Chemical Society National Meeting, Anaheim, CA, USA, April 2–6, 1995, New York, ACS, 1995, pp. 1–17.
6. Bushuev E. N., Calculation of the temperature dependence of the ionic product, specific electrical conductivity of extremely dilute electrolyte solutions, *Bulletin of ISEU*, 2007, vol. 2, pp. 1–4. (In Russ.)
7. Light T. S., Light S., Bevilacqua A. C., Morash K. R., *Electrochemical and Solid-State Letters*, 2005, vol. 8 (1), pp. E16–E19. <https://doi.org/10.1149/1.1836121>
8. Ageev I. M., Rybin Yu. M., *Measurement Techniques*, 2020, vol. 62, no. 10, pp. 923–927. <https://doi.org/10.1007/s11018-020-01714-2>
9. Rybin Yu. M., Ageev I. M., Bubnova M. D., *Proceedings of the MAI*, 2011, no. 48, available at: <http://www.mai.ru/science/trudy/> (accessed: 04.11.2020). (In Russ.)
10. Ageev I. M., Rybin Yu. M., Shishkin G. G., *Vestnik MSU. Series 3. Physics. Astronomy*, 2016, no. 6, pp. 54–59. (In Russ.) <https://doi.org/10.3103/S0027134916050027>
11. Timokhina A. V., Prokushkin A. S., Onuchin A. A., Panov A. V., Kofman G. B., Khaimani M., *Ecology*, 2015, no. 2, pp. 110–119. (In Russ) <https://doi.org/10.7868/S0367059715020122>

Статья поступила в редакцию 06.11.2020; принята к публикации 02.03.2021.



X МЕЖДУНАРОДНЫЙ СИМПОЗИУМ «МЕТРОЛОГИЯ ВРЕМЕНИ И ПРОСТРАНСТВА»

6-8 октября 2021 года,
р. п. Менделеево, ФГУП «ВНИИФТРИ»

ОРГАНИЗАТОРЫ СИМПОЗИУМА

- Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)
- Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений (ФГУП «ВНИИФТРИ»)
- ЗАО «Время-Ч»
- АО «Морион»
- ООО Научно-технический центр «НАВИТЕСТ» (Техническое обеспечение и организация проведения симпозиума)

НАПРАВЛЕНИЯ РАБОТЫ СИМПОЗИУМА

1. Службы и эталоны времени и частоты.

- 1.1. Службы времени, частоты и определения параметров вращения Земли.
- 1.2. Эталоны времени и частоты.
- 1.3. Шкалы времени.
- 1.4. Измерения времени и частоты в оптике.

2. Глобальные навигационные спутниковые системы.

- 2.1. Метрологическое обеспечение ГЛОНАСС и ГНСС.
- 2.2. Бортовые стандарты частоты ГНСС.
- 2.3. Имитаторы сигналов ГЛОНАСС и ГНСС.
- 2.4. Приемники сигналов ГЛОНАСС и ГНСС.

3. Средства измерений времени, частоты, длины и определения параметров вращения Земли.

- 3.1. Метрологическое обеспечение средств измерений времени, частоты, длины, координат, а также специализированной частотно-временной аппаратуры.
- 3.2. Передача сигналов частоты и времени по различным каналам связи.
- 3.3. Калибровка и сертификация средств измерений времени, частоты, длины.
- 3.4. Радиоинтерферометр со сверхдлинной базой.
- 3.5. Приложения прецизионных частотно-временных измерений в фундаментальных и прикладных исследованиях.

ИНФОРМАЦИОННАЯ ПОДДЕРЖКА СИМПОЗИУМА

По результатам работы симпозиума лучшие доклады будут рекомендованы к опубликованию в журналах «Измерительная техника», «Вестник метролога» и «Геопрофи», входящих в перечень ВАК.

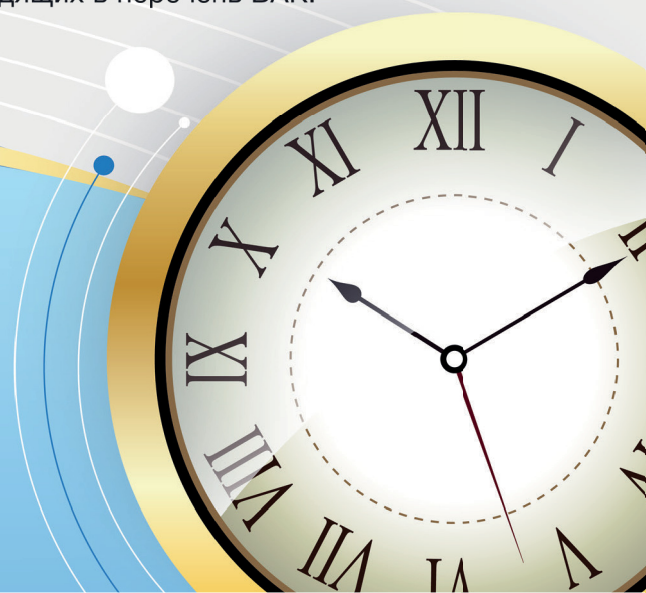
АДРЕС ОРГКОМИТЕТА

141570, Московская обл., г.о. Солнечногорск, р.п. Менделеево,
ФГУП «ВНИИФТРИ»
e-mail: symposium@vniiftri.ru

SYM.VNIIFTRI.RU

WWW.VNIIFTRI.RU

WWW.NTC-NAVITEST.RU



RIGOL

Possibilities and More

Цифровой осциллограф DS8000-R серия

2 устройства в стандартной стойке высотой 1U

Возможность получения
до **512** измерительных
каналов



**Самая высокая производительность на
сегодняшний день в решении сложнейших задач
на встраиваемых системах.**

- Максимальная частота дискретизации 10 Гбит / с
- Высокая плотность, большое количество каналов
- Максимальная глубина записи: до 500 М точек в штатной комплектации приборов
- Анализатор частотного спектра в реальном времени
- Максимальная скорость захвата осциллограмм: до 600 000 осц/сек
- Анализатор цифровых протоколов для общей последовательности шин
- Независимая цветовая персистенция для БПФ

На правах рекламы

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.



ООО ТД "ЮНИТ СЕРВИС"

Телефоны:

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

адрес электронной почты:

tdus@td-unit servis.ru

Веб-сайт: td-unit servis.ru

ПОДПИСКА – 2021

- на ежемесячный научно-технический журнал
«Измерительная техника»
(печатное издание и электронная копия)
- на журнал «Метрология» – сетевое издание
(периодичность выхода 4 раза в год)
- ▶ онлайн на сайтах подписных агентств
- ▶ в редакции

Подписка через Интернет

ГК «Урал-Пресс»

«Измерительная техника»	«Метрология»
38168 (печатное издание)	013316
013315 (электронная копия)	(сетевое издание)

www.ural-press.ru

☎ +7 (495) 789-86-36; +7 (499) 700-05-07

ООО «Информнаука»

www.informnauka.com

☎ +7 (495) 787-38-73; +7 (499) 152-54-81

✉ informnauka@viniti.ru

Агентство «Книга-Сервис»

- интернет-каталог «Пресса по подписке» www.akc.ru
- объединённый каталог «Пресса России» www.pressa-rf.ru

☎ +7 (495) 631-62-54

✉ 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»

☎ +7 (495) 781-48-70

✉ izmt@vniims.ru

www.izmt.ru