



**ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ
ТЕХНИКА
2021
№11**



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

ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ ТЕХНИКА 2021 № 11 ноябрь

Ежемесячный
научно-технический
журнал

Основан в 1939 г.

С 1958 г. переводится
на английский язык
под названием
«Measurement Techniques»
издательством
Springer Nature
www.springer.com/11018

Издаётся с приложением
«Метрология»

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»

ФГБУ «Всероссийский
научно-исследовательский
институт метрологической
службы»

ФГБУ «Российский институт
стандартизации»

МОО «Метрологическая академия»

СОДЕРЖАНИЕ

■ ФУНДАМЕНТАЛЬНЫЕ ПРОБЛЕМЫ МЕТРОЛОГИИ

Ю. И. Неронов, А. Н. Пронин. Исследование ЯМР-спектров цезия в водных растворах и определение магнитного момента ядра цезия-133 3

■ ОБЩИЕ ВОПРОСЫ МЕТРОЛОГИИ И ИЗМЕРИТЕЛЬНОЙ ТЕХНИКИ

С. Ф. Левин. Калибровка и поверка средств измерений: трансформация представлений .. 8

■ ИЗМЕРЕНИЯ В ИНФОРМАЦИОННЫХ ТЕХНОЛОГИЯХ

И. Г. Журкин, Г. Г. Сычев. Метод определения координат цифровых изображений фотограмметрических опорных знаков: разработка и оценка точности 19

■ ОПТИКО-ФИЗИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

М. В. Канзюба, Г. Г. Фельдман, В. Б. Лебедев, В. С. Иванов. Миниатюрные электронно-оптические камеры для измерения временных характеристик оптических импульсов в нано- и пикосекундном диапазонах 24

■ МЕХАНИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

Р. В. Давыдов, И. М. Гуреева, В. В. Давыдов. Метод измерения расхода теплоносителя в системах контроля работы ядерных реакторов 30

■ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

Т. А. Андреева, Н. Ю. Быков, В. В. Власова, Т. А. Компан, В. И. Кулагин, А. Я. Лукин. Эталонный адиабатический калориметр: аппаратная реализация и алгоритмы управления 38

■ ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫЕ ИЗМЕРЕНИЯ

М. А. Озеров, А. В. Титаренко. Многомерная пространственная фильтрация для повышения точности измерений электродинамических характеристик излучения антенн 46

■ РАДИОТЕХНИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

А. С. Бондаренко, А. С. Боровков, И. М. Малай, В. А. Семёнов. Методика определения погрешности воспроизведения единицы комплексного коэффициента отражения в волноводных трактах 55

■ АКУСТИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

А. В. Савченко, В. В. Савченко. Способ автоматического обновления биометрических персональных данных в режиме онлайн по речевому сигналу пользователя биометрической системы 60

■ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

А. Г. Четверикова. Определение гранулометрического состава и электрокинетического потенциала порошков филлосиликатов методом фотонной корреляционной спектроскопии 67

Главный редактор
В. Н. Крутиков

Редакционная коллегия:

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

Научные редакторы *Грачева И. Л., Федяева М. В.*
Корректор *Бучная М. В.*
Иллюстрации *Бабаев И. Н.*
Компьютерная верстка *Нотт С. А.*
Реклама, распространение и подписка *Керсова Л. А.*
Тел.: +7(495)430-28-02, kersova@vniims.ru

Сдано в набор: 27.10.2021.
Подписано в печать: 22.11.2021.
Формат 60х90 1/8. Бумага мелованная. Печать офсетная.
Усл. п.л. 9,0. Уч.-изд. л. 11,5. Тир. 200 экз. Зак. 21-28м.
Свободная цена.

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

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

Издатель: ФГБУ «ВНИИМС».
Адрес редакции и издателя: 119361, Москва,
ул. Озёрная, 46, ФГБУ «ВНИИМС».
Тел.: +7(495)781-48-70
E-mail: izmt@vniims.ru
Сайт: www.izmt.ru

Редакция не несёт ответственности за содержание
рекламных материалов.
Точка зрения редакции может не совпадать с позицией
авторов.
Полное или частичное воспроизведение материалов
допускается с письменного разрешения редакции.
При перепечатке материалов ссылка на журнал
«Измерительная техника» обязательна.
Все поступившие в редакцию материалы подлежат
рецензированию.
Материалы, переданные в редакцию, не возвращаются.
Требования к оформлению статей размещены на сайте
www.izmt.ru
Знаком информационной продукции не маркируется.

FUNDAMENTAL PROBLEMS OF METROLOGY

Yu. I. Neronov, A. N. Pronin. Investigation of NMR-spectra of cesium in aqueous solutions and determination of the magnetic moment of the cesium-133 nucleus 3

GENERAL PROBLEMS OF METROLOGY AND MEASUREMENT TECHNIQUES

S. F. Levin. Measuring instruments calibration and verification: transformation of conceptions 8

MEASUREMENTS IN INFORMATION TECHNOLOGIES

I. G. Zhurkin, G. G. Sychev. Method for determining the coordinates of digital images of photogrammetric reference signs: development and evaluation of accuracy 19

OPTICOPHYSICAL MEASUREMENTS

M. V. Kanzyuba, G. G. Feldman, V. B. Lebedev, V. S. Ivanov. Miniature image converter streak cameras for measurement of temporal characteristics of optical pulses in nano- and picosecond ranges 24

MECHANICAL MEASUREMENTS

R. V. Davydov, I. M. Gureeva, V. V. Davydov. Method of coolant expenditure measuring in work control system of nuclear reactor 30

TERMOPHYSICAL MEASUREMENTS

T. A. Andreeva, N. Yu. Bykov, V. V. Vlasova, T. A. Kompan, V. I. Kulagin, A. Ya. Lukin. Reference adiabatic calorimeter: hardware implementation and control algorithms 38

ELECTROMAGNETIC MEASUREMENTS

M. A. Ozerov, A. V. Titarenko. Multidimensional spatial filtering to improve the antennas electrodynamic characteristics measurements accuracy 46

RADIO MEASUREMENTS

A. S. Bondarenko, A. S. Borovkov, I. M. Malay, V. A. Semyonov. Method for assessing the reproduction error of a unit of the complex reflection coefficient in waveguides 55

ACOUSTIC MEASUREMENTS

A. V. Savchenko, V. V. Savchenko. Method for automatic on-line updating of personal biometric data based on speech signal of the biometric system user 60

PHYSICO-CHEMICAL MEASUREMENTS

A. G. Chetverikova. Determination of particle size distribution and electrokinetic potential of phyllosilicate powders by photon correlation spectroscopy 67

Исследование ЯМР-спектров цезия в водных растворах и определение магнитного момента ядра цезия-133

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 цезия-133, используемого как опорный стандарт при оценивании магнитных свойств короткоживущих изотопов ядер цезия. Экспериментально получены отношения частот резонансов протонов воды и ядер цезия-133 для водных растворов CsF, CsCl и CsNO₃ концентрациями 0,1–0,4 моль/кг H₂O. В результате одновременной регистрации сигналов ядерного магнитного резонанса протонов воды и ядер цезия-133 минимизированы случайные и систематические неопределенности определения отношения частот резонанса протона воды и цезия до единиц восьмого знака. Проведена экстраполяция содержания солей цезия в воде к нулевым концентрациям. Для одиночных ионов цезия в воде отношение частот резонанса составило 7,6241815(2). Магнитный момент ядра цезия-133, равный 2,58243(12), вычислен с учётом данных для магнитного момента протона, экранирования протонов и ионов цезия в воде и затем сопоставлен с данными других авторов. Исследование растворов солей цезия в воде выявило аномально большую зависимость частоты резонанса ядер цезия от температуры раствора, которая в 12 раз превышает аналогичную зависимость частоты резонанса протонов воды.

Ключевые слова: ядерные магнитные моменты, ядро атома цезия-133, одновременная регистрация сигналов ядерного магнитного резонанса, квантовая радиофизика

Благодарности: авторы выражают благодарность Серёгину Николаю Николаевичу за помощь в разработке и настройке электронных модулей, использованных в настоящей работе.

Для цитирования: Неронов Ю. И., Пронин А. Н. Исследование спектров ядерного магнитного резонанса ионов цезия в водных растворах и определение магнитного момента ядра цезия-133 // Измерительная техника. 2021. № 11. С. 3–7. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-11-3-7>

Investigation of NMR-spectra of cesium in aqueous solutions and determination of the magnetic moment of the cesium-133 nucleus

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

^{1,2} D. I. Mendeleev All-Russian Research Institute of Metrology, Saint Petersburg, Russia, ¹yineronov@mail.ru[✉], ²a.n.pronin@vniim.ru

Abstract. The problem of increasing the accuracy of determining the magnetic moment of the cesium-133 nucleus, which is used as a reference standard for determining the magnetic properties of short-lived cesium isotopes, is considered. Experimental results of determining the ratio of the resonance frequencies of water protons and ¹³³Cs nuclei for aqueous solutions of CsF, CsCl and CsNO₃ with concentrations from 0.1 to 0.4 Mol/kg H₂O are presented. As a result, of the simultaneous registration of nuclear magnetic resonance signals of water protons and cesium-133 nuclei, random and systematic uncertainty in determining the ratio of the resonance frequencies of water and cesium protons to units of the eighth decimal place are minimized. Extrapolation of the content of cesium salts in water to zero concentrations was carried out. For single cesium ions in water, the resonance frequency ratio 7.6241815(2) was determined. The magnetic moment of the cesium-133 nucleus was calculated taking into account the data for the magnetic moment of the proton, the screening of protons in water, and the known data on the screening of cesium ions in water. As a result, the magnetic moment of the cesium-133 nucleus was determined: 2.58243(12), which was compared with the data of other authors. The study of solutions of cesium salts in water revealed an anomalously large dependence of the resonance frequency of cesium nuclei on the solution temperature, which is 12 times higher than the analogous dependence of the resonance frequency of water protons.

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

Acknowledgments: the authors express gratitude to N. N. Seregin for his help in the development and manufacture of electronic modules used in this work.

Введение. Использование урана-235 как источника энергии связано с появлением радиоактивных отходов, среди которых насчитывается до тридцати короткоживущих изотопов цезия. По данным справочных изданий [1, 2] к настоящему времени определены магнитные моменты радиоактивных ядер 27 изотопов цезия с помощью лазерного спектрометра на пучках атомов [3]. Шкала такого

спектрометра калибруется с использованием стабильного изотопа цезия-133. Данные о магнитном моменте цезия-133 были получены 50 лет назад двумя методами, экспериментальная неопределённость данных оценена значением 10⁻⁶ [4, 5]. Однако после необходимых поправок на электронное экранирование ядер цезия [1, 2] оказалось, что данные [4, 5] расходятся в единицах четвёртого знака. В связи

с этим как для более достоверной калибровки соответствующих шкал, так и для корректировки уже опубликованных справочных результатов необходимо повысить точность определения магнитного момента ядра цезия-133.

Цезий-133 является важнейшим биохимическим элементом, необходимым во всех тканях живого организма. Молекулярный механизм участия цезия в процессах биохимических реакций ещё не изучен. В ряде работ лишь высказывается предположение, что ионы цезия необходимы для поддержания (и увеличения при инфекциях) температуры живого организма. Изучение физико-химических особенностей водных растворов цезия представляет интерес для раскрытия молекулярного механизма использования ионов цезия в живом организме из-за необходимости разработки эффективной медикаментозной терапии, ориентированной на замещение имеющего техногенное распространение радиоактивного цезия-137 на безвредный стабильный аналог цезий-133.

Частоту $f(^{133}\text{Cs}^+)$ сигнала ядерного магнитного резонанса (ЯМР) ионов цезия водного раствора можно использовать для прецизионного определения магнитного момента ядра цезия $\mu(^{133}\text{Cs})$:

$$f(^{133}\text{Cs}^+) = [\mu(^{133}\text{Cs})/I(^{133}\text{Cs})]B[1-\sigma(^{133}\text{Cs}^+)], \quad (1)$$

где $I(^{133}\text{Cs}) = 7/2$ – спин ядра цезия; B – индукция внешнего магнитного поля; $\sigma(^{133}\text{Cs}^+)$ – экранирование ядра иона цезия, прежде всего связанное с внутренними 54 электронами, а также с электронами ближайшего молекулярного окружения иона.

При этом внешнее магнитное поле B необходимо зарегистрировать с требуемой высокой точностью. По рекомендации экспертов CODATA [6] прецизионная оценка магнитного поля также определяется регистрацией частоты ЯМР-сигнала, причём от протонов воды и с использованием фундаментальных физических констант: магнитного момента протона μ_p и экранирования протона в воде $\sigma(\text{H}_2\text{O})$ [6–8]. Следовательно, магнитный момент ядра цезия можно вычислить по соотношению

$$\mu(^{133}\text{Cs}) = \mu_p \frac{f(^{133}\text{Cs})}{f(\text{H}_2\text{O})} \frac{I(^{133}\text{Cs})}{I_p} \frac{1-\sigma(\text{H}_2\text{O})}{1-\sigma(^{133}\text{Cs}^+)}. \quad (2)$$

Здесь $I(^{133}\text{Cs})/I_p = 7$ – отношение ядерных спинов (строго квантованная величина); $f(^{133}\text{Cs})/f(\text{H}_2\text{O})$ – отношение частот резонанса ядер цезия и протонов воды, которое требуется определить при предельно малых концентрациях солей в воде, когда влияние растворённых веществ на $\sigma(\text{H}_2\text{O})$ можно исключить. Поскольку обе частоты должны регистрироваться строго в одном и том же магнитном поле и при одной и той же температуре (25 °C), то лучшим способом минимизировать случайные и систематические погрешности является одновременное возбуждение и накопление сигналов от протонов воды и от ионов цезия-133.

Цель статьи – минимизировать (в десятки раз) как систематические, так и случайные неопределённости определения

магнитных моментов ядер путём применения метода одновременной регистрации ЯМР-сигналов разноимённых ядер двух типов.

Спектрометр и образцы. В настоящей работе в состав ЯМР-спектрометра входил электромагнит с индукцией $B = 2,14$ Тл и система регистрации сигналов, которая позволяла одновременно возбуждать и оцифровывать ЯМР-сигналы ядер двух типов [9, 10]. Приёмная индуктивность содержала сорок витков провода, что оптимально для усиления сигналов цезия-133 на частоте $f(^{133}\text{Cs}) \approx 1,9$ МГц. Сигнал протонов $f_p \approx 90,97$ МГц регистрировался той же самой приёмной катушкой индуктивности. Для этого, как и в работе [10], в модуль согласования, кроме основной приёмной индуктивности помещали дополнительную малую катушку индуктивности, имеющую два витка провода. Блок-схема ЯМР-спектрометра аналогична схеме, приведённой в работе [11].

В спектрометре использована интегральная схема AD9958 для формирования двух опорных частот, близких к резонансным частотам исследуемой пары разноимённых ядер: $f_{\text{оп}}(\text{H}_2\text{O}) = 90973449,349$ Гц; $f_{\text{оп}}(^{133}\text{Cs}) = 11931838,989$ Гц. При магнитном поле спектрометра $B \approx 2,13667$ Тл регистрируемые после усиления и преобразования резонансные частоты $\Delta f(\text{H}_2\text{O})$ протонов и ядер цезия-133 $\Delta f(^{133}\text{Cs}^+)$ превышали указанные опорные частоты на несколько сотен герц.

Перед приготовлением исследуемых растворов соли CsF, CsCl, CsNO₃ и дистиллированную воду взвешивали, затем тщательно перемешивали и заливали в стандартные для техники ЯМР-спектроскопии тонкостенные ампулы диаметром 5 мм. 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 0,3 мм под ампулой с исследуемым раствором. Для обеспечения высокой однородности магнитного поля ампула вращалась. Вращение ампулы создавало локальный воздушный вихрь, который после 10–20 мин прогрева минимизировал разность температур между ампулой с раствором и корпусом температурного сенсора, что регистрировали по остановке дрейфа частот резонанса.

Накопление серий спектров и обработка данных.

При накоплении парного числового массива, содержащего частоты $\Delta f(\text{H}_2\text{O})$ и $\Delta f(^{133}\text{Cs}^+)$, сигналы свободной прецессии протонов и ядер ^{133}Cs последовательно суммировались. Интенсивность и форму Фурье-преобразованных суммарных сигналов оператор контролировал по монитору в процессе накопления цифровых данных. Сигналы ядер двух типов обычно имели следующую ширину на полувысоте: $\delta f(\text{H}_2\text{O}) \approx 1,3$ Гц; $\delta f(^{133}\text{Cs}) \approx 1,1$ Гц. При достижении приемлемого (более 5:1) отношения сигнал/шум регистрировалось показание цифрового температурного сенсора. Числовой массив запоминался и пересылался для математической обработки. В наименование каждого спектрального массива включали как температуру образца раствора, так и концентрацию соли CsF, CsCl или CsNO₃ 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 использовалась математическая обработка. Для увеличения числа точек на частотном интервале регистрируемых сигналов 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 [8, 9]. Для каждого из 12 образцов накоплено 15–20 парных спектров и вычислены отношения частот резонанса $f(\text{H}_2\text{O})/f(^{133}\text{Cs})_i$, $i=1..12$. В табл. 1 приведены отношения частот резонанса протонов воды и ядер $^{133}\text{Cs}^+$ в зависимости от концентрации солей цезия-133 в водных растворах при температуре 25 °С. Причём было обнаружено, что частоты $f(^{133}\text{Cs}^+)$ имеют аномально высокую зависимость от температуры раствора.

В общем случае зависимость $f(\text{H}_2\text{O})/f(^{133}\text{Cs})_i$ от концентрации раствора является сложной. Изменение концентрации солей цезия в воде изменяет её структуру, и при этом изменяются обе частоты $f(^{133}\text{Cs}^+)$, $f(\text{H}_2\text{O})$. Чтобы использовать уравнение (2), требуется определить отношение $f(\text{H}_2\text{O})/f(^{133}\text{Cs}^+)$ при экстраполяции данных к нулевой концентрации. В исследованном интервале концентраций 0,1–0,3 моль/кг имеет место последовательное накопление изменений молекулярной структуры растворов, при котором регистрируемые методом ЯМР статистически усреднённые данные характеризуются линейными зависимостями (рисунок). Углы наклона прямых отражают эффективность влияния ионов F^- , Cl^- и NO_3^- на частоту резонанса ядер ^{133}Cs и, следовательно, на ту часть экранирования иона цезия $\sigma(^{133}\text{Cs}^+)$, которая зависит от влияния отрицательных ионов. Экстраполированные к нулевым концентрациям данные для отношения частот не сходятся к одному результату из-за влияния отрицательных ионов, поскольку данные в настоящей работе получены при сравнительно больших концентрациях. Для экстраполированных к нулевым концентрациям данным (см. табл. 1) дополнительное экранирование ядер цезия, входящее в выражения (1), (2), можно представить в виде суммы двух вкладов:

$$\Delta\sigma_i(C \rightarrow 0) = \delta\sigma(X_i) + \delta\sigma(n\text{H}_2\text{O}), \quad (3)$$

где $\delta\sigma(X_i)$ – вклады в экранирование иона Cs^+ от присутствия в близком окружении отрицательных ионов $X_i = \text{F}^-$, Cl^- или NO_3^- ; $\delta\sigma(n\text{H}_2\text{O})$ – общий для трёх растворов вклад, характеризующий влияние на экранирование иона Cs^+ окружения n молекулами воды.

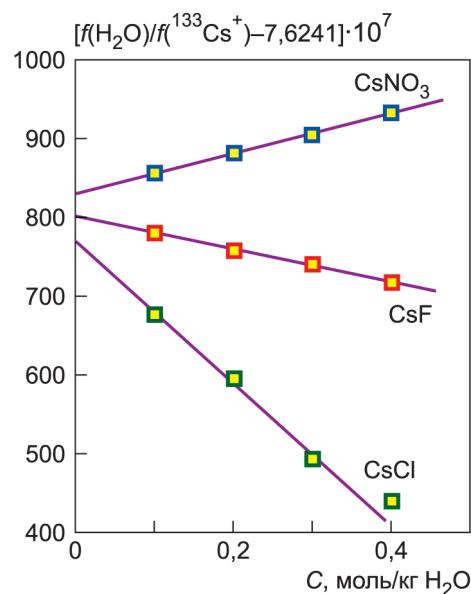
Вклады отрицательных ионов $\delta\sigma(X_i^-)$ в экранирование пропорциональны углам наклона зависимостей (см. рисунок), которые можно измерить и вывести следующее соотношение:

$$\delta\sigma(\text{F}) : \delta\sigma(\text{Cl}) : \delta\sigma(\text{NO}_3) = -1,00 : -3,35 : +1,24. \quad (4)$$

Таблица 1

Экспериментальные отношения частот резонанса протонов воды и ядер $^{133}\text{Cs}^+$ для разных концентраций солей цезия при 25 °С

C, моль/кг H_2O	$f(\text{H}_2\text{O})/f(^{133}\text{Cs})$		
	CsF	CsCl	CsNO ₃
0,4	7,6241716(1)	7,6241440(1)	7,6241933(1)
0,3	7,6241738(1)	7,6241491(1)	7,6241905(1)
0,2	7,6241758(1)	7,6241594(1)	7,6241880(1)
0,1	7,6241779(1)	7,6241675(1)	7,6241855(1)
→0	7,6241803(2)	7,6241770(2)	7,6241829(2)



Зависимости отношения частот резонанса протонов воды и ядер ^{133}Cs от концентрации солей CsNO_3 , CsF и CsCl при 25 °С

Dependences of the ratio of the resonance frequencies of water protons and ^{133}Cs nuclei on the concentration of CsNO_3 , CsF and CsCl salts for 25 °C

Из зависимости (4), в частности, следует, что $\delta\sigma(\text{F}^-) = -\delta\sigma(\text{NO}_3^-)/1,24$. Это, как и аналогичные ему два других равенства из соотношения (4), можно подставить в систему трёх уравнений (3). Из решения этой системы уравнений с учётом выражений (1), (2) можно вычислить отношение частот для одиночных ионов в окружении молекул воды:

$$f(\text{H}_2\text{O})/f(^{133}\text{Cs}^+)_{C \rightarrow 0} = 7,6241814(2); [\delta = 2,6 \cdot 10^{-8}]. \quad (5)$$

Результат (5) относится к ионам $^{133}\text{Cs}^+$ с экранированием $\sigma(^{133}\text{Cs}^+ + n\text{H}_2\text{O})$. Экранирование иона цезия в воде, включая составляющую $\delta\sigma(n\text{H}_2\text{O})$, вычислено в работе [12], где вариация числа соседних молекул воды (число n) использована для оценки погрешности вычислений.

Сравнение трёх результатов определения магнитного момента $\mu(^{133}\text{Cs})$. Неопределённости, которые требуются учесть для вычисления $\mu(^{133}\text{Cs}^+)$, приведены в табл. 2,

Таблица 2

Бюджет относительных неопределённостей определения $\mu(^{133}\text{Cs})$		
Источник неопределённости	Значение	Ссылка
$f(\text{H}_2\text{O})/f(^{133}\text{Cs}^+)_{C \rightarrow 0} = 7,6241814(2); [t = 25^\circ\text{C}]$	$\delta_1 = 2,6 \cdot 10^{-8}$	Настоящая работа
Разброс температур $\Delta t = \pm 0,2^\circ\text{C}$	$\delta_2 = 2,4 \cdot 10^{-8}$	Настоящая работа
$\mu_p = 2,792847348(7)\mu_N$	$\delta_3 = 2,5 \cdot 10^{-9}$	[6, 7]
$\sigma(\text{H}_2\text{O}) = 25680(2,5); [t = 25^\circ\text{C}]$	$\delta_4 = 2,5 \cdot 10^{-9}$	[6, 8]
$\sigma(^{133}\text{Cs}^+ + n\text{H}_2\text{O}) = (7086,3 \pm 46,0) \cdot 10^{-6}$	$\delta_5 = 4,6 \cdot 10^{-5}$	[12]
Экспериментальная неопределённость $\Sigma(\delta_{1-2}) = 3,5 \cdot 10^{-8}$		
Суммарная неопределённость $\Sigma(\delta_{1-4}) = 3,6 \cdot 10^{-8}$		
Общая суммарная неопределённость $\Sigma(\delta_{1-5}) = 4,6 \cdot 10^{-5}$		

Таблица 3

Прецизионные определения магнитного момента ядра ^{133}Cs тремя методами

Метод	δ_{1-2}	$\Sigma(\delta_i)$	$\mu(^{133}\text{Cs})/\mu_N$	Ссылка
ЯМР-D ₂ O	$5,8 \cdot 10^{-7}$	–	2,5829128(*)	[4]; [1, 2]
OP/RD	$1,2 \cdot 10^{-6}$	–	2,582025(*)	[5]; [1, 2]
ЯМР-H ₂ O	$3,5 \cdot 10^{-8}$	$\Sigma(\delta_{1-5}) = 4,6 \cdot 10^{-5}$	2,58243(12)	Настоящая работа

*В работах [1, 2] ошибочно указана лишь экспериментальная неопределённость.

где включена неопределённость, обусловленная разностью температур между исследуемым раствором и корпусом температурного сенсора. Максимальное значение этой составляющей неопределённости оценено как $\Delta t = 0,2^\circ\text{C}$ и с учётом температурного дрейфа частоты сигнала цезия – как $\Delta f = -f(^{133}\text{Cs}^+) \Delta t (1,2 \cdot 10^{-7})$.

В табл. 3 представлено сравнение данных прецизионного определения магнитного момента $\mu(^{133}\text{Cs})$ настоящей работы и данные работ [4, 5]. Результаты работ [4, 5] после корректировки на электронное экранирование ядра позднее внесены в справочные издания [1, 2]. В работе [4] в качестве опорного сигнала использовался сигнал дейтронов тяжелой воды D₂O, а в работе [5] применялись метод оптической накачки и радиочастотное детектирование (OP/RD).

В работе [4] для оценки $\mu(^{133}\text{Cs})$ определено отношение $f(^{133}\text{Cs})/f(\text{D}_2\text{O}) = 0,8544377(5)$, которое можно сравнить с результатом расчёта по формуле (5), если использовать отношение частот резонанса дейтронов и протонов $f(\text{H}_2\text{O})/f(\text{D}_2\text{O}) = 6,51439960(1)$ из [13, 14]. Оценочное расхождение экспериментальных данных работы [4] и результата (5) составляет $1,8 \cdot 10^{-6}$. Причина этого расхождения может заключаться в том, что резонансная частота ионов цезия в растворах воды очень чувствительна как к изменению температуры, так и к замене обычной воды на тяжёлую воду (автор [4] указывает, что рабочая температура образцов в основном составляла $(24 \pm 1)^\circ\text{C}$).

В работе [5] для определения $\mu(^{133}\text{Cs})$ применяли метод OP/RD, а для формирования опорного сигнала использовали сигнал от атомов рубидия-87. Эти данные представлены в справочных таблицах [1, 2] с поправкой на экранирование ядра, в качестве общей неопределённости указана только экспериментальная составляющая и, в частности, не учтена неопределённость оценки магнитного момента ядра рубидия-87. Результаты работ [4, 5] (приведённые в [1, 2]) различаются на $3,5 \cdot 10^{-4}$, а результат, полученный в настоящей работе, находится примерно посередине между этими значениями (см. табл. 3).

Для дальнейшего уточнения магнитного момента $\mu(^{133}\text{Cs})$ необходимо уменьшать неопределённость вычисления электронного экранирования одиночных ионов цезия в воде $\sigma(^{133}\text{Cs}^+ + n\text{H}_2\text{O})$. Исследования по повышению точности вычисления экранирования ионов продолжаются в ряде научных центров. В связи с этим итоговый результат настоящей работы следует представить также в единицах ядерного магнетона без корректировки на экранирование иона цезия в воде:

$$\mu(^{133}\text{Cs}^+) [1 - \sigma(^{133}\text{Cs}^+)] = 2,56413484(9) / \mu_N;$$

$$\Sigma(\delta_{1-4}) = 3,6 \cdot 10^{-8}.$$

В настоящей работе оценено уменьшение частоты резонанса ионов ядер цезия из-за увеличения температуры раствора:

$$f(^{133}\text{Cs}) = f(^{133}\text{Cs}, 25^\circ\text{C}) \{1 + [25 - t(^\circ\text{C})] 1,2 \cdot 10^{-7}\}. \quad (6)$$

Такая температурная зависимость в 12 раз выше аналогичной зависимости для частоты резонанса протонов чистой воды [15]. Причинами этого является сравнительно большой размер иона цезия (диаметр иона цезия примерно 334 пм) и известная из других физико-химических проявлений своеобразная «рыхлость» его электронной оболочки. Вода отличается от типичных жидких сред структурой, поскольку большая часть молекул воды связана четырьмя водородными связями с ближайшими соседями. Молекулы воды вокруг иона цезия, обладающие дипольным моментом и имеющие возможность соединяться водородными связями, могут формировать неустойчивые температурно-зависимые динамические структуры. Результат (6) является аномально большим и хорошо коррелирует с предположением о том, что ионы цезия могут принимать активное участие в процессах терморегулирования в живых тканях. Высокая чувствительность сдвигов частот резонанса ядер цезия-133 к температуре может быть использована как средство контроля температуры образцов в тех случаях, когда необходима более точная регистрация температуры. Например, при уточнении таких фундаментальных физических констант, как экранирование протонов воды [8].

Заключение. По результатам сравнительного анализа данных (см. табл. 3) установлено, что применение метода одновременной регистрации ЯМР-сигналов разноимённых ядер двух типов позволяет в десятки раз уменьшить как систематические, так и случайные неопределённости определения магнитных моментов ядер.

Список источников

1. Stone N. J., *Atomic Data and Nuclear Data Tables*, 2005, vol. 90, no. 1, pp. 75–176. <https://doi.org/10.1016/j.adt.2005.04.001>
2. Stone N. J., *Table of nuclear magnetic dipole and electric quadrupole moments*, IAEA, INDC, Nuclear Data Section Vienna International Centre, Austria, 2014, 171 p.
3. Coc A. et al., *Nuclear Physics A*, 1987, vol. 468, Iss. 1, pp. 1–10. [https://doi.org/10.1016/0375-9474\(87\)90314-9](https://doi.org/10.1016/0375-9474(87)90314-9)
4. Lutz O., *Zeitschrift für Naturforschung A*, 1968, vol. 23, no. 8, pp. 1202–1209. <https://doi.org/10.1515/zna-1968-0815>
5. White C. W., Hughes W. M., Hayne G. S., Robinson H. G., *Phys. Rev. A*, 1973, vol. 7, iss. 3, pp. 1178–1182. <https://doi.org/10.1103/PhysRevA.7.1178>
6. Mohr P. J., Newell D. B., and Taylor B. N., *Reviews of Modern Physics*, 2016, vol. 88, iss. 3, 035009. <https://doi.org/10.1103/RevModPhys.88.035009>
7. Mooser A., Ulmer S., Blaum K. et al., *Nature*, 2014, vol. 509, pp. 596–599. <https://doi.org/10.1038/nature13388>
8. 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>
9. Неронов Ю. И. Определение магнитных моментов ядер ${}^6\text{Li}$ и ${}^7\text{Li}$ 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>
10. Неронов Ю. И., Пронин А. Н. Исследование спектров ядерного магнитного резонанса ионов калия в водных растворах и оценка магнитного момента ядра ${}^{39}\text{K}$ // Измерительная техника. 2021. № 4. С. 3–8. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-4-3-8>
11. Неронов Ю. И., Серегин А. Н. Разработка ЯМР-спектрометра для прецизионного определения отношения частот резонанса ядер // Измерительная техника. 2010. № 8. С. 65–70.
12. Antušek A., Kędziera D., Kaczmarek-Kędziera A., Jaszuński M., *Chem. Phys. Lett.*, 2012, vol. 532, pp. 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.cplett.2012.02.036>
13. Ансельм А.А., Неронов Ю. И. Ограничение на существование спин-спинового взаимодействия неэлектромагнитного происхождения в опыте по измерению гиромагнитных отношений протона и дейтрона // Журнал экспериментальной и теоретической физики. 1985. Т. 88. № 6. С. 1946–1949.

14. Горшков М. В., Неронов Ю. И., Николаев Е. Н., Тарбеев Ю. И., Тальрозе В. Л. Определение магнитного момента ядра атома дейтерия с погрешностью $1,3 \cdot 10^{-9}$ // Доклады Академии наук СССР. 1989. Т. 305. № 6. С. 1362–1364.

15. 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>

References

1. Stone N. J., *Atomic Data and Nuclear Data Tables*, 2005, vol. 90, no. 1, pp. 75–176. <https://doi.org/10.1016/j.adt.2005.04.001>
2. Stone N. J., *Table of nuclear magnetic dipole and electric quadrupole moments*, IAEA, INDC, Nuclear Data Section Vienna International Centre, Austria, 2014, 171 p.
3. Coc A. et al., *Nuclear Physics A*, 1987, vol. 468, Iss. 1, pp. 1–10. [https://doi.org/10.1016/0375-9474\(87\)90314-9](https://doi.org/10.1016/0375-9474(87)90314-9)
4. Lutz O., *Zeitschrift für Naturforschung A*, 1968, vol. 23, no. 8, pp. 1202–1209. <https://doi.org/10.1515/zna-1968-0815>
5. White C. W., Hughes W. M., Hayne G. S., Robinson H. G., *Phys. Rev. A*, 1973, vol. 7, iss. 3, pp. 1178–1182. <https://doi.org/10.1103/PhysRevA.7.1178>
6. Mohr P. J., Newell D. B., and Taylor B. N., *Reviews of Modern Physics*, 2016, vol. 88, iss. 3, 035009. <https://doi.org/10.1103/RevModPhys.88.035009>
7. Mooser A., Ulmer S., Blaum K. et al., *Nature*, 2014, vol. 509, pp. 596–599. <https://doi.org/10.1038/nature13388>
8. 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>
9. Neronov Yu. I., *Measurement Techniques*, 2020, vol. 63, no. 9, pp. 667–673. <https://doi.org/10.1007/s11018-021-01837-0>
10. Neronov Y. I., Pronin A. N., *Measurement Techniques*, 2021. <https://doi.org/10.1007/s11018-021-01928-y>
11. Neronov Y. I., Seregin A. N., *Measurement Techniques*, 2010, vol. 53, no. 8, pp. 926–935. <https://doi.org/10.1007/s11018-010-9600-0>
12. Antušek A., Kędziera D., Kaczmarek-Kędziera A., Jaszuński M., *Chem. Phys. Lett.*, 2012, vol. 532, pp. 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.cplett.2012.02.036>
13. Ansel'm A. A., Neronov Yu. I., Restrictions on the existence of spin-spin coupling of nonelectromagnetic origin in experiments on the measurement of the gyromagnetic ratios of the proton and deuteron, *Sov. Phys. JETP*, 1985, vol. 61, no. 6, pp. 1154–1155.
14. Gorshkov M. V., Neronov Yu. I., Nikolaev E. N., Tarbeev Yu. V., Talroze V. L., Determination of the nuclear magnetic moment of a deuterium atom with an accuracy of $1,3 \cdot 10^{-9}$, *Doklady AN SSSR*, 1989, vol. 61, no. 4, pp. 362–363. (In Russ.)
15. Neronov Yu. I., *Measurement Techniques*, 2017, vol. 60, no. 1, pp. 96–102. <https://doi.org/10.1007/s11018-017-1156-9>

Статья поступила в редакцию 26.08.2021; одобрена после рецензирования 26.09.2021; принята к публикации 30.09.2021.
The article was submitted 26.08.2021; approved after reviewing 26.09.2021; accepted for publication 30.09.2021.

Калибровка и поверка средств измерений: трансформация представлений

Сергей Фёдорович Левин

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

Аннотация. Обсуждены проблемы калибровки средств измерений. Дан краткий обзор дискуссии 1978–1992 гг. по проблемам применимости статистических методов. По нормативным документам прослежена трансформация представлений о калибровке. Рассмотрена общая измерительная задача испытаний в целях утверждения типа, поверки и калибровки средств измерений как задача идентификации функциональных метрологических характеристик. Отмечена важность калибровки средств измерений для рабочих условий при поверке в нормальных условиях. Указана основная трудность решения этой задачи – многомерность модели калибровочной функции и необходимость учёта погрешностей её неадекватности наряду с погрешностями измерений. Показано, что учёт только одной из этих составляющих может излишне усложнить модель с потерей её устойчивости или привести к использованию недостаточно полных моделей калибровочной функции, создающих видимость высокой точности. Приведён пример калибровки средства измерений для рабочих условий по двум влияющим величинам.

Ключевые слова: калибровка, поверка, заданные условия, диаграмма калибровки, функция поправок, распределение вероятностей, свертка, идентификация, погрешности измерений, погрешности неадекватности

Для цитирования: Левин С. Ф. Калибровка и поверка средств измерений: трансформация представлений // Измерительная техника. 2021. № 11. С. 8–18. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-11-8-18>

Measuring instruments calibration and verification: transformation of conceptions

Sergey F. Levin

Moscow Institute for expertise and tests, Moscow, Russia, AntoninaEL@rostest.ru

Abstract. The problems of calibration of measuring instruments are discussed. A brief overview of the 1978–1992 discussion on the applicability of statistical methods and its lessons is given. According to the normative documents, the transformation of ideas about calibration is traced. The general measurement problem of tests for the purpose of type approval, verification and calibration of measuring instruments is considered as the problem of identification of functional metrological characteristics. When checking measuring instruments under normal conditions, the importance of their calibration for operating conditions is noted. The main difficulty of solving this problem is the multidimensional nature of the calibration function model and the need to take into account the errors of its inadequacy along with the measurement errors. It is shown that taking into account only one of these components can lead to excessive complication of the model with the loss of its stability, or to the use of insufficiently complete models that create the appearance of high accuracy. An example of calibration of a measuring instrument for operating conditions by two influencing values is given.

Keywords: calibration, verification, set conditions, calibration diagram, correction function, probability distribution, convolution, identification, measurement errors, inadequacy errors

Введение. В декабре 2016 г. группа специалистов-метрологов подняла вопрос о калибровке средств измерений (СИ) в качестве альтернативы поверке в связи с тем, что «практически все калибровки средств измерений по-прежнему выполнялись по действующим методикам поверки» [1]. При этом были указаны «составляющие неопределённости калибровки, которые не учитываются при поверке средств измерений: 1) связанные с неопределённостями калибровки эталонов; 2) со временем, прошедшим после калибровки применяемых эталонов; 3) с неучитываемым влиянием

внешних условий при калибровке» [1]. По мнению авторов доклада [1], «учёт этих влияющих факторов может осуществляться путём уменьшения допускаемой разности показаний средства измерений и эталона. Это позволит повысить достоверность принятия решения о соответствии средства измерений и уменьшить риск применения непригодных средств измерений по сравнению с результатами поверки». Вместе с тем было подчеркнуто, что «внедрение калибровки потребует значительного переходного периода для наработки методического аппарата и обучения специалистов» [1].

Массовость использования методик поверки в качестве методик калибровки не вызывает сомнений, как и то, что при поверке пренебрегают погрешностями эталонов. Также в массовом порядке результаты калибровки часто сводятся к таблице совместных показаний эталонов и калибруемых СИ, что было отмечено ещё в Международном словаре VIM-3 [2]. В протоколах калибровки обнаружилось и другое массовое явление – вывод о годности СИ и отсутствие диаграмм калибровки.

Конечно, можно говорить о признании результатов калибровки согласно Постановлению Правительства РФ от 2 апреля 2015 г. № 311, о добровольности поверки СИ, но существенно больший интерес представляют последствия трансформации представлений о калибровке с точки зрения единства измерений.

Предыстория вопроса. В ГОСТ 16263-70 «ГСИ. Метрология. Термины и определения» *калибровка набора мер* была определена как «поверка посредством совокупных измерений». Под калибровкой набора мер понимались одновременные измерения «нескольких одноимённых величин, при которых искомые значения величин находят решением системы уравнений, получаемых при прямых измерениях различных сочетаний этих величин». Но уже тогда *косвенные, совокупные* и другие так называемые *измерения путём вычислений* по данным измерений не согласовывались с *прямыми измерениями*.

Задолго до этого на различия природы измерений и вычислений как реального и идеального с философской точки зрения обращали внимание Пифагор Самосский, А. Лебег, А. Н. Колмогоров и др.

Нормативно различия между измерениями и вычислениями были признаны в РМГ 29-99 «ГСИ. Метрология. Основные термины и определения», см. Примечание к термину *прямое измерение* («Строго говоря, измерение всегда прямое...») с новым определением термина *калибровка*:

13.23 калибровка средств измерений; калибровка

Совокупность операций, устанавливающих соотношение между значением величины, полученным с помощью данного средства измерений и соответствующим значением величины, определенным с помощью эталона с целью определения действительных метрологических характеристик этого средства измерений.

В этой связи до сих пор многие метрологи не понимают, в чём различие между «действительными метрологическими характеристиками» и «действительными значениями метрологических характеристик» (ст. 2 Федерального закона от 26.06.2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений»), хотя ответ на этот вопрос буквально очевиден.

Проблема калибровки СИ в отечественной метрологии возникла в 1999 г. комплексно как проблема неадекватности «уравнения измерения» с примерами решения измерительных задач калибровки методами регрессионного анализа в переводе [3] международного руководства Guide of Expression for Uncertainty in Measurement (GUM) в сопровождении

Рекомендации МИ 2552-99 «ГСИ. Применение «Руководства по выражению неопределённости измерений». Тогда *неопределённость измерения* как «параметр, характеризующий *рассеяние* значений, которые могли бы быть обоснованно приписаны измеряемой величине», была принята многими за новый этап развития метрологии. И в феврале 2000 г., после заседания Научно-технического комитета Госстандарта России по метрологии и измерительной технике, Государственные метрологические научные центры приступили к разработке планов пересмотра документов.

Проблема неадекватности «уравнения измерений» в [3] сформулирована в общих чертах правильно, а решать её предложено с помощью «эмпирических моделей измерения, основанных на долговременных количественных данных», «эталонов сравнения и контрольных карт, которые могут показать, находится ли измерение под статистическим контролем». Ещё немного, и речь пошла бы о метрологической аттестации формул, математических моделей искомых величин. Но всё закончилось ссылкой на «хорошо спланированный эксперимент» как «часть *искусства* проведения измерения» [3, п. 3.4.2]. Ранее в ГОСТ 24026-80 «Исследовательские испытания. Планирование эксперимента. Термины и определения» *адекватность математической модели* определена как её *соответствие экспериментальным данным по выбранному критерию (!)*, а в Рекомендациях МИ 1967-89 «ГСИ. Выбор методов и средств измерений при разработке методик выполнения измерений. Общие положения» ограничилась замечанием: «Способы определения методической погрешности измерений, обусловленной неадекватностью принятой модели объекта измерений, относятся к наименее развитым областям метрологии. Это объясняется практическим отсутствием формальных методов установления таких моделей объектов измерений, которые строго адекватны объектам и задачам измерений, поэтому определение данной методической погрешности измерений требует не только высокой квалификации, но также опыта и инженерной интуиции разработчиков МВИ».

Так в GUM пренебрегли «врожденной неопределённостью». Точнее, не сразу поняли, что *неадекватность к рассеянию* не сводится. Возможно, такое отношение к проблеме неадекватности «уравнения измерений» связано с тем, что не все метрологи обратили внимание на дискуссию 1978–1992 гг. по проблемам применимости вероятностно-статистических методов, которая стала ответом на вопрос А. Н. Колмогорова об объективном смысле вероятности [4]. Всесоюзную дискуссию начали Ю. И. Алимов, В. Н. Тутубалин и В. В. Налимов, а продолжили в своих работах Ю. П. Адлер, Ю. В. Грановский, Е. В. Маркова, П. В. Новицкий, П. Е. Эльясберг, А. Ф. Фомин, Ф. П. Тарасенко и др. [5–11]. По проблемам робастности статистических оценок и нарушениям условий применимости регрессионного анализа дискуссию дополнили Ф. Мостеллер и Дж. Тьюки [12], П. Хьюбер [13], И. Вучков [14] и Ф. Хампель [15].

Уроки Всесоюзной дискуссии состояли в следующем.

Урок 1. «Говоря о случайности в обыденном смысле этого слова, мы имеем в виду те явления, в которых мы не

обнаруживаем закономерностей, позволяющих нам предсказать их поведение. Вообще говоря, нет причин предполагать, что случайные в этом смысле явления подчиняются каким-то вероятностным законам. Следовательно, нужно различать *случайность в этом широком смысле* и **стохастическую случайность**, которая является предметом теории вероятностей» [16]. Выражение стохастической случайности – сходимость и воспроизводимость по распределению в ряду измерений, что устанавливается только экспериментально. С этим фактом связана центральная проблема прикладной математической статистики – отсутствие достоверной априорной информации о виде распределения вероятностей случайных величин, проблема логики статистического вывода.

Урок 2. ГОСТ 8.207-76 «ГСИ. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения» содержал методологический казус: «за результат измерения принимают среднее арифметическое результатов наблюдений...» и «погрешность измерения среднего арифметического» как «СКО среднего арифметического», хотя речь идёт о вычислениях по данным измерений. Эта путаница затрудняла понимание того, что погрешности измерений связаны с СИ, а погрешности неадекватности – с вычислениями по формулам, и эта же путаница под другими названиями сохранилась в [3]: «Надлежащей мерой неопределённости результата измерения является не дисперсия наблюдаемой величины, а дисперсия среднего арифметического по выборке наблюдений».

Кроме того, доверительные границы случайной погрешности результата измерения согласно ГОСТ 8.207-76 определяют только для результатов наблюдений, принадлежащих нормальному распределению, а при числе результатов наблюдений $n \leq 15$, что характерно при поверке СИ, принадлежность их к нормальному распределению не проверяют. А вывод делается по умолчанию. Сомнение в универсальности нормального закона сформулировал П. В. Новицкий [9]: «Очень часто доверительные погрешности рассчитывают, вводя ничем не обоснованное предположение о том, что вид закона распределения погрешностей будто бы точно известен. Такой приём является некорректным вне зависимости от того, допускается он **сознательно** или **неосознанно**. Реальные законы распределения погрешностей весьма разнообразны и часто очень далеки от нормального». Обобщением нормального закона были двойное экспоненциальное распределение с «бесконечными хвостами» и показателем экспоненты 1–6 согласно МИ 83-76 «Методика определения параметров поверочных схем», а также распределение Иордана согласно МИ 188-86 «Методические указания ГСИ. Средства измерений. Установление значений параметров методик поверки» с параметром формы $-1...+100$, что давало усечённые распределения для описания погрешностей, близкие к равномерному, нормальному и островершинному.

Урок 3. В предисловии к книге Ф. Мостеллера и Дж. Тьюки [12] Ю. П. Адлер обратил внимание на то, что для искусства статистического анализа данных «с появлением вычислительной техники развитие алгоритмов регрессионного анализа воистину было путём вверх по лестнице, ведущей

вниз... Постепенно стало ясно, что в большинстве случаев регрессионная задача принадлежит к классу задач, которые математики называют *некорректно* поставленными. Так бесславно регрессионный анализ деградировал до *эвристического метода*, в котором решающую роль играет анализ остатков да здравый смысл интерпретатора». Важность понятия *погрешности адекватности* отмечал и П. В. Новицкий. Он полагал, что «задача выбора вида функциональной зависимости – задача не формализуемая», что «компактность модели достигается удачным выбором элементарных функций, обеспечивающих хорошее приближение при малом их числе», и определял *погрешность адекватности* как погрешность, возникающую «вследствие недостаточного соответствия аппроксимирующей функции всем особенностям экспериментальной кривой» [9]. Эта же проблема оказалась характерной и для статистической проверки непараметрических гипотез со своим набором функций – функций распределения вероятностей.

П. Хьюбер в предисловии к [13] заметил: «Забавно (хотя это и вызывает беспокойство), что с недавних пор, по-видимому, ударились в другую крайность и ныне слово *робастность* становится чем-то вроде магического заклинания, призванного добавить респектабельности». Это слово в МИ 2174-91 «ГСИ. Аттестация алгоритмов и программ обработки данных при измерениях. Основные положения» упомянуто один раз, а в метрологической аттестации алгоритма (программы) как в «исследовании точностных свойств алгоритма (программы) в рамках конкретной измерительной задачи» появилась странная составляющая погрешности.

Методическая погрешность результата измерения, обусловленная неидеальностью алгоритма обработки данных, – составляющая погрешности результата измерения, которая получается при применении алгоритма к точным исходным данным (не содержащим погрешностей) при условии точного выполнения всех арифметических и логических операций.

А в итоге аттестация свелась к демонстрации примеров из [13].

Урок 4. Повышенное внимание к проблеме неадекватности было вызвано катастрофическим феноменом 1985–1986 гг. Расследование причин синхронного возникновения потоков массовых отказов авиационной, ракетно-космической, ядерно-энергетической и другой сложной техники с большими человеческими жертвами впервые выявило многочисленные примеры проявления неадекватности. Это было связано со статистической обработкой данных, статистическим моделированием, контролем и прогнозированием технического состояния объектов, к надёжности которых предъявлялись повышенные требования.

Неусвоенные уроки Всесоюзной дискуссии, неосознанная или осознанная позиция некоторых метрологов стали причиной почти полного отсутствия должной реакции на подмену в [3] терминов математической статистики похожими терминами GUM – *расширенная неопределённость U*,

вероятность охвата, коэффициент охвата k и уровень доверия, хотя в тексте [3] и ГОСТ Р 54500.3-2011 было прямо указано:

6.3.2 В идеале было бы желательно иметь возможность определить значение k [и, соответственно, интервал $y \pm U = y \pm k u_c(y)$], отвечающее выбранному уровню доверия, например 95 % или 99 %, и, наоборот, для выбранного значения k и связанного с ним интервала определить соответствующий уровень доверия. Однако это не всегда легко реализовать на практике, поскольку требует точного знания вида распределения вероятностей, характеризуемого результатом измерения y и его суммарной стандартной неопределённостью $u_c(y)$. Хотя эти параметры очень значимы, их знания недостаточно для определения интервалов с заданными уровнями доверия.

Формат представления неопределённости измерения существенно ограничивает вероятностное оценивание результатов решения измерительных задач в виде композиции или свёртки. В целом же ГОСТ Р 8.820-2013, проект ревизии GUM 2014 г. и доклад Рабочей группы по развитию калибровочной деятельности 2016 г. [1] подтвердили: остались те же проблемы, что возникли с появлением в отечественной метрологии «руководств по неопределённости и прецизионности», и одна из этих проблем – отсутствие контроля за соответствием результатов решения измерительных задач нормам доверительной вероятности, устанавливаемым государственными поверочными схемами.

Концепция неопределённости в GUM не только не решила проблему неадекватности, но так и не смогла построить самое главное для любой статистической теории – логику статистического вывода в условиях, когда вид распределений вероятностей величин является неизвестным.

Трансформация представлений. Проблема калибровки была осознана под действием целого ряда обстоятельств нормативного характера. Начало трансформации представлений о калибровке положило Постановление Госстандарта России от 17 июля 2000 г. № 191-ст о введении в действие Рекомендации по метрологии Р 50.2.004-2000 «ГСИ. Определение характеристик математических моделей зависимостей между физическими величинами при решении измерительных задач. Основные положения». В этом документе с учётом различий природы измерений и вычислений уточнены термины *измерительная задача* и *погрешность неадекватности* (математической модели объекта) с характеристиками этой погрешности. Проверка примера калибровки термометра [3] на неадекватность согласно Р 50.2.004-2000 дала общее название центральной проблеме GUM – «драма неадекватности» уравнения измерения [17].

29 декабря 2000 г. Постановлением Госстандарта России № 429-ст введён в действие ГОСТ Р 50779.10-2000 (ИСО 3534.1-93) «Статистические методы. Вероятность и основы статистики. Термины и определения», и к термину *вероятность ошибки второго рода* было указано важное примечание: «Вероятность ошибки второго рода, обычно

обозначаемая β , зависит от реальной ситуации и может быть вычислена лишь в том случае, если альтернативная гипотеза задана адекватно».

Однако вместо обсуждения проблемы неадекватности, хотя бы в том виде, как она была сформулирована в GUM, в отечественной метрологии между сторонниками *погрешности* и *неопределённости* возникла напряжённая полемика, которая переросла во взаимные упреки типа «ваша неопределённость не определена» и «а ваше истинное значение вообще невозможно определить», в то время как остальные считали, что «это – одно и то же» [17]. Полемика продолжается до сих пор, причем дело дошло до уровня международных и национальных стандартов.

Далее события «нормативно» развивались следующим образом.

1. В ГОСТ Р ИСО 5725-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений» тоже определено *рассеяние* и тоже новым термином *прецизионность* как «степень близости друг к другу независимых результатов измерений, полученных в конкретных регламентированных условиях», а «независимые результаты измерений» – как «результаты, полученные способом, на который не оказывает влияния никакой предшествующий результат, полученный при испытаниях того же самого или подобного объекта», т. е. как экивок на термин «1.11 независимость (случайных величин)» ГОСТ Р 50779.10-2000 (ИСО 3534.1-93), поскольку рассеяние результатов вызывают неконтролируемые изменения условий измерений. Правда, в примерах стандарта были нарушены почти все условия применимости дисперсионного анализа [18].

2. Из Рекомендаций по метрологии Р 50.2.038-2004 «ГСИ. Измерения прямые однократные. Оценивание погрешностей и неопределённости результата измерений» исключено Приложение Б с расчётом неопределённости измерения из-за совпадения результатов с расчётом погрешности в Приложении А. Тогда же в Приложении Д МИ 1317-2004 «ГСИ. Результаты и характеристики погрешности измерений. Формы представления. Способы использования при испытаниях образцов продукции и контроле их параметров» была дана математическая интерпретация модели погрешности ГОСТ 8.009-84 «ГСИ. Нормируемые метрологические характеристики средств измерений» свёрткой распределений.

3. В Рекомендациях по метрологии МИ 2916-2005 «ГСИ. Идентификация распределений вероятностей при решении измерительных задач» введены контурные оценки погрешности неадекватности для гипотетических распределений вероятностей по статистическим распределениям данных, а также установлены аналитический и графический методы расчёта достоверности поверки на основе свёрток распределений.

4. В 2007 г. Международный словарь VIM-3 [2] к *методам измерений* отнёс *метод прямых измерений* и *метод косвенных измерений*, а в определение *методики измерений* включил *модель измерений* и «вычисления, необходимые для получения результата измерения». *Совокупные и совместные измерения* не были упомянуты вообще, а введённый на всякий случай термин *дефинициальная* (дефинитная?)

неопределённость лишь усугубил «драму неадекватности» в связи с неопределённостью своего определения и отсутствием математического выражения.

Но для *метода совокупных измерений* и *метода совмещённых измерений* (как методов решения измерительных задач согласно Р 50.2.004-2000) методы измерений – элементы *метода прямого измерения*, который всегда служил способом получения исходных данных для решения систем уравнений относительно искомых величин или параметров.

В РМГ 83-2007 «ГСИ. Шкалы измерений. Термины и определения» *измерение* также определено как «сравнение конкретного проявления измеряемого свойства со шкалой измерений этого свойства», а *метод измерения* – как совокупность приёмов сравнения конкретного проявления измеряемого свойства со шкалой. И было указано, что операция алгебраического суммирования для шкал порядка и пропорциональных шкал отношений смысла не имеет, а задано не имеют смысла формулы погрешности и неопределённости. Не обошлось без казуса: для всех шкал, «включая шкалы наименований и порядка», должны быть «оценены неопределённости или пределы погрешностей результатов измерений».

5. Руководство Guide G 1-104 JCGM 100-2008 “Evaluation of measurement data – Guide of Expression for Uncertainty in Measurement” [цитата по МИ 3281-2010 «ГСИ. Оценка результатов измерений – Пояснения к Руководству по выражению неопределённости измерений»] пояснило:

«7.2.4. В некоторых случаях использование методов оценки неопределённости, приведённых в GUM, не представляется возможным, например, когда: а) измерительная функция не является линейной; б) распределение вероятности для значений исходных величин является асимметричным; с) неопределённости $[c_1]$ и (x_1) , ..., $[c_n]$ и (x_n) различаются по степени влияния; d) распределение вероятности является либо асимметричным, либо t -распределением, но не распределением Гаусса.

Не всегда можно предвидеть возникновение подобных проблем».

6. 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} , M_3 . Часть 1. Метрологические и технические требования» дрейф метрологических характеристик эталонов при поверке учтён скользящим средним, в РМГ 91-2009 «ГСИ. Совместное использование понятий погрешность измерения и неопределённость измерения. Общие принципы» предложено гармонично использовать эти понятия «без взаимного противопоставления и исключения одного из них», а в международном стандарте ISO/IEC 31010:2009 «Risk management – Risk assessment techniques» указана неприменимость подхода Байеса и метода Монте-Карло при расчётах риска.

7. В 2011 г. перевод [3] был продублирован ГОСТ Р 54500.3-2011 / Руководство ИСО/МЭК 98-3-2008 «Неопределённость измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределённости измерения», а в ГОСТ Р ИСО/МЭК 31010-2011

«Менеджмент риска. Методы оценки риска» (перевод ISO/IEC 31010:2009) ещё раз были указаны причины, по которым для расчёта риска **не применимы** подход Байеса и метод Монте-Карло.

8. В РМГ 29-2013 «ГСИ. Метрология. Основные термины и определения» в определении *калибровки* нет «заданных условий» и «результата измерения» из [2], для неаддитивных величин указано на отсутствие смысла суммирования, а для порядковых величин – на неприменимость алгебраических операций. ГОСТ Р 8.820-2013 «ГСИ. Метрологическое обеспечение. Основные положения» вопреки GUM уравнивал в правах «показатели точности: неопределённость по ГОСТ Р 54500.3-2011, характеристики погрешности по МИ 1317-2004 и ПМГ 96-2009 “ГСИ. Результаты и характеристики качества измерений. Формы представления”, показатели правильности и прецизионности по ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002».

9. ГОСТ Р 8.879-2014 «ГСИ. Методики калибровки средств измерений. Общие требования к содержанию и изложению» терминами *оценка пригодности* и *целевая неопределённость измерений* объединил поверку и калибровку с точки зрения целей. Тогда же в 2014 г. возник и проект ревизии GUM – JCGM 100:201X (CD) “Evaluation of measurement data. Guide to the expression of uncertainty in measurement”, но когда масштабы ревизии были осознаны, проект остановился сам собой. Но что пришлось бы делать, если бы проект ревизии GUM был бы принят?

«Неужели большая бессмысленная работа по внедрению положений GUM в государственные поверочные схемы, методики измерений, методики поверки и калибровки была напрасной?! И надо выкорчевывать из нормативных документов слова *по типу А*, *по типу В*, *суммарная*, *расширенная* и прочая, заменяя *относительной стандартной неопределённостью*? Придётся переделывать ещё и расчёты. И так будет каждый раз до тех пор, пока в отечественной метрологии будут заниматься терминологическими играми и гармонизацией, перекосы которой в 2002 г. осудил Учёный совет ВНИИМ имени Д. И. Менделеева» [19].

10. В 2016 г. в Рекомендации КОOMET «Калибровка средств измерений. Алгоритмы обработки результатов измерений и оценивания неопределённости» согласно [2] обращено внимание на то, что калибровочное *соотношение* «используется для преобразования показаний СИ в результаты измерений (измеренные значения величины)», является результатом калибровки и имеет вид функции всех входных величин $Y = F(X_0, X_1, \dots, X_n)$. В то же время в докладе [1] подчёркнуто, что «внедрение калибровки потребует значительного переходного периода для наработки методического аппарата и обучения специалистов».

11. Авторы Руководства Guide OIML G 19:2017 “The role of measurement uncertainty in conformity assessment in legal metrology” пришли к неожиданному выводу: «Несмотря на то, что вместо понятий *погрешность* и *анализ погрешности* применительно к измерениям теперь используется понятие *неопределённость*, термин и понятие *погрешность* по-прежнему применимы при поверке средств и систем измерений». В том же году в «Руководстве для заявителей

и аккредитованных лиц по оформлению областей аккредитации калибровочных лабораторий с учетом неопределённости» внесено требование принять в качестве образца именно GUM, а не ГОСТ Р 54500.3-2011, но с учётом «рекомендаций соответствующих поверочных схем». А в ГОСТ 34100.3-2017 «Неопределённость измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределённости измерения» представлен ещё больший список причин нарушений условий применимости [3].

12. В ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2019 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий» установлено: «Если по результатам испытания или калибровки делается заключение о соответствии спецификации или стандарту, лаборатория должна документировать правило принятия решения, принимая во внимание уровень риска (например, ложноположительное или ложноотрицательное решение, статистические предположения), связанный с применяемым правилом принятия решения, и применить данное правило». Вместе с тем в процессе разработки ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 было осознано, что подход Байеса и метод Монте-Карло являются основой применимости GUM, которую закрыл ГОСТ Р ИСО/МЭК 31010-2011. И уже к концу 2019 г. в ГОСТ Р 58771-2019 «Менеджмент риска. Технологии оценки риска» исключены упоминания о радикальных оценках ГОСТ Р ИСО/МЭК 31010-2011, а список недостатков подхода Байеса и метода Монте-Карло при расчётах риска переименован в список ограничений, хотя и большего объёма.

В итоге разработчики РМГ 115-2019 «ГСИ. Калибровка средств измерений. Алгоритмы обработки результатов измерений и оценивания неопределённости» умолчали о проблеме неадекватности GUM, что ещё раз подтвердило: проблемы, возникшие в отечественной метрологии с появлением «руководств по неопределённости и прецизионности», остались теми же.

К сожалению, и многие учебные пособия не смогли толком ответить на вопрос, чем же поверка отличается от калибровки: ГОСТ 8.497-83 «ГСИ. Амперметры, вольтметры, ваттметры, варметры. Методика поверки», МИ 2124-90 «ГСИ. Манометры, вакуумметры, мановакуумметры, напорометры, тягомеры и тягонапорометры показывающие и самопишущие. Методика поверки» и другие методики поверки всё ещё упомянуты как методики калибровки. А на практике протоколы калибровки и поверки отличаются в лучшем случае только названием и путаницей между погрешностями и поправками. Дело в том, что при поверке и калибровке техническое состояние СИ не изменяется. Но при поверке устанавливается вид технического состояния в свидетельстве о поверке, которое является одновременно гарантией на предстоящий межповерочный интервал в последовательности поверок с соответствующей доверительной вероятностью или заключением о непригодности СИ. Результатом же калибровки является сертификат, который в виде диаграммы калибровки подтверждает её результат только на момент калибровки. Поэтому решение о гарантиях на последующее время без специальных исследований принято быть не может.

В итоге проблемы калибровки вернулись к неадекватности «уравнения измерения», математических моделей метрологических характеристик функционального типа и к проблеме доверительной вероятности.

Общая измерительная задача калибровки и поверки. Если определение термина *калибровка* [2] выразить через метрологические характеристики СИ, то на первом этапе этой операции потребуется идентифицировать математическую модель функции преобразования средства измерений, а на втором – математическую модель обратной функции, т. е. градуировочной характеристики, с использованием регрессионного или конфлюэнтного анализа. Затем для получения диаграммы калибровки необходимо идентифицировать композицию погрешностей эталона и погрешностей идентификации, приведённых к входу СИ, например, методом Якоби в сочетании со статистической проверкой непараметрических гипотез. Задачу можно решить и одним этапом – с применением функции поправок, как в [3]. Но в [3] это сделано без проверки, без контрольных измерений.

Исходными данными для решения калибровки и поверки являются данные совместных измерений калибруемого или поверяемого СИ и эталона с указанием его метрологических характеристик и модели максимальной сложности. В протоколе калибровки это – «таблица», упомянутая в [2] как форма понимания калибровки СИ. Та же таблица есть в протоколе поверки СИ. Но в методиках поверки метрологические характеристики функционального типа обычно непосредственно не фигурируют, за исключением номинальных статических характеристик. К числу основных параметров МИ 187-86 «Методические указания. ГСИ. Средства измерений. Критерии достоверности и параметры методик поверки» относят параметр Ω_p , характеризующий смещение экстремумов систематической составляющей функции погрешности относительно точек плана измерений.

Аналогичная ситуация складывается и при испытаниях СИ в целях утверждения типа, аттестации испытательного оборудования и других работах, связанных с метрологической аттестацией. Поэтому, прежде чем формулировать измерительную задачу калибровки, необходимо уяснить, какой эффект должен быть получен при её решении в виде соотношения $Y = F(X_0, X_1, \dots, X_n)$. В эту формулу в качестве входных переменных должны войти не только показания калибруемого СИ и эталонов, но и показания СИ влияющих величин. Тогда при постановке измерительных задач калибровки на первый план выходят не математические модели объектов измерений, т. е. модели метрологических характеристик СИ, как это указано в п. 4.5а Р 50.2.004-2000, а условия измерений, в которых будет применяться СИ, описанные в п. 4.4б этих рекомендаций. Не упомянутая в РМГ 115-2019 проблема неадекватности математических моделей результатов калибровки связана с задачей структурно-параметрической идентификации моделей, которая согласно Р 50.2.004-2000 решается *методом совместных измерений*.

Калибровка и рабочие условия. Согласно ГОСТ 8.395-80 «ГСИ. Нормальные условия измерений при поверке»:

1.2. Нормальными условиями для определения основной погрешности средства измерений следует считать условия, при которых составляющая погрешности поверяемого средства измерений от действия совокупности влияющих величин не превышает 35 % предела допускаемой основной погрешности средства измерений. Выход аппаратурной составляющей погрешности результата измерений других величин, определяемых при поверке в нормальных условиях, за пределы допускаемой основной погрешности средств их измерений от действия совокупности влияющих величин не должен быть более 35 % установленного предела допускаемой погрешности измерений или 50 % предела допускаемой основной погрешности применяемого образцового (вспомогательного) средства их измерений, если его нормальные условия отличаются от установленных для поверяемого средства измерений.

Поверка СИ в нормальных условиях требует контроля дополнительной погрешности, так как при отклонении условий измерений от номиналов нормальных условий для эталонов вводят поправки. Как показано в [20], в частном случае калибровки по одной влияющей величине задача имеет простое решение, но в более широкой постановке задачи калибровочная функция становится многомерной и должна быть рассчитана на любую комбинацию влияющих величин. И тут уже обойтись набором одномерных функций поправок невозможно. Другими словами, задача многомерной калибровки должна быть решена заранее, при этом необходимо не только контролировать рабочие условия, но и вносить соответствующие изменения в алгоритм функционирования СИ, для которого получена диаграмма калибровки. Такая постановка измерительной задачи калибровки имеет смысл для ответственных измерений, когда невыполнение требований по точности приводит к большому ущербу или нарушению норм безопасности.

Протокол измерений на выходе усилителя УП-АЭ (У, мкВ)

X ₁ , кГц	X ₂ , мкВ	X ₃ , °C											
		0	5	10	15	17,5	20	22,5	25	30	40	50	60
50	50	46,7	46,3	45,5	44,9	44,3	44,0	43,6	43,2	42,4	41,2	39,5	35,7
	100	93,7	92,6	90,9	89,5	88,4	87,5	86,6	85,7	84,1	81,2	78,1	70,3
	500	459,2	454,6	446,9	440,3	435,5	431,6	427,7	424,3	416,7	403,2	387,7	350,9
	1000	916,4	909,4	898,2	886,9	879,7	873,4	867,3	860,4	847,6	821,7	789,5	713,8
	3200	2899,3	2873,9	2836,8	2797,3	2772,3	2750,2	2728,2	2709,2	2660,9	2571,9	2451,9	2200,4
70	50	52,9	52,5	52,0	51,6	51,2	51,0	50,8	50,5	50,0	49,1	48,1	45,5
	100	107,3	106,4	105,2	104,3	103,6	103,0	102,4	101,7	100,7	98,7	96,2	90,5
	500	527,6	524,5	519,7	515,7	512,8	510,5	508	505,4	500,9	491,5	479,8	453,7
	1000	1037,3	1033,2	1027,8	1021,9	1018,8	1014,8	1011,7	1008,3	1000,7	986,7	968,2	922,8
	3200	3322,3	3309	3292,5	3272,8	3263,0	3250,0	3240,3	3229,9	3204,8	3154,0	3079,2	2914,4
100	50	51,9	51,6	51,2	51,0	50,7	50,6	50,4	50,2	49,9	49,3	48,5	46,9
	100	106,9	104,4	103,6	103,1	102,5	102,0	101,6	101,2	100,5	98,9	97,3	93,5
	500	517,6	516,2	513,1	511,0	509,0	507,5	505,9	504,4	501,4	495,4	487,6	471,3
	1000	1022,9	1019,9	1016,8	1014,8	998,9	1011,5	1009,7	1007,7	1003,7	995,7	983,8	957,6
	3200	3272,8	3266,3	3258,4	3250	3246,8	3240,3	3233,8	3230,6	3214,5	3188,8	3144,5	3045,5
120	50	50,9	50,7	50,4	50,2	50,0	49,8	49,7	49,5	49,5	48,7	48,1	46,7
	100	103,2	102,5	101,7	101,3	100,8	100,5	100,1	99,7	99,0	97,8	96,3	93,6
	500	509,8	507,5	504,9	503,3	501,4	500,4	498,9	497,7	494,9	490,0	483,4	470,3
	1000	1006,1	1004,7	1001,7	1000,7	998,9	998,7	996,7	995,7	992,7	986,7	976,9	955,7
	3200	3217,7	3212,5	3208,0	3201,6	3198,4	3195,2	3192,0	3186,3	3179,3	3157,1	3121,3	3045,5
150	50	51,6	51,4	51,1	50,9	50,8	50,7	50,5	50,4	50,2	49,7	49,2	48,0
	100	104,6	104,0	103,4	103,1	102,7	102,4	102,0	101,7	101,1	100,0	98,7	96,2
	500	518,2	516,2	514,1	512,6	515,5	510,5	509,5	508,0	494,9	502,4	496,9	486,1
	1000	1020,9	1019,9	1018,8	1018,2	1017,0	1016,8	1015,8	1015,0	1013,5	1008,7	1001,7	984,8
	3200	3269,6	3268,2	3266,3	3263,0	3263,0	3259,8	3259,8	3256,5	3250,0	3237,0	3208,0	3150,1
230	50	51,1	50,9	50,8	50,8	50,7	50,6	50,6	50,5	50,4	50,2	49,9	49,3
	100	103,5	103,2	102,8	102,7	102,5	102,4	102,1	102,0	101,7	101,2	100,5	98,9
	500	513,6	513,1	514,1	512,1	512,0	511,8	511,5	511,0	510,5	509,5	507,0	501,4
	1000	1013,8	1014,8	1015,8	1017,8	1018,8	1019,9	1020,5	1020,9	1021,9	1022,9	1020,9	1014,6
	3200	3259,8	3263,6	3268,2	3276,1	3282,0	3284,6	3286,0	3289,2	3292,5	3297,7	3291,5	3266,3
250	50	43,1	43,0	42,9	42,9	42,8	42,8	42,8	42,7	42,7	42,5	42,3	41,8
	100	85,8	85,7	85,4	85,4	85,2	85,2	85,2	85,0	84,9	84,6	84,1	83,0
	500	425,6	425,3	425,1	425,6	425,6	425,6	425,6	425,6	425,6	425,1	423,9	420,1
	1000	860,4	861,3	862,1	863,9	864,7	865,6	866,5	866,5	867,3	868,2	867,3	860,4
	3200	2725,5	2731,0	2739,2	2744,7	2750,2	2752,9	2755,7	2756,7	2761,2	2767,8	2763,9	2744,7

В этом отношении ряд методик поверки СИ может служить образцом для методик калибровки. К ним относятся РТ-МП-4328-551-2017 «ГСИ. Усилители УП-АЭ. Методика поверки (с Изменением № 1)», РТ-МП-6-551-2021 «ГСИ. Установки для контроля электрических параметров потенциометров ЛС-701. Методика поверки» и др. Речь идёт о СИ, которые в процессе функционирования можно подключать посредством контроллера интерфейса RS-485 или интерфейса USB к компьютеру со специальным программным обеспечением. Такими СИ являются аналогово-цифровые преобразователи измеряемых величин в цифровой вид. Преобразование осуществляется с помощью математических расчётов, заложенных в программном обеспечении, которое служит и для управления режимами работы, выбора встроенных измерительных и вспомогательных функций. При этом необходимо, во-первых, убедиться в том, что калибровка СИ для рабочих условий даёт нужный эффект, а во-вторых, обеспечить оперативное измерение влияющих величин.

Возможность адаптивной калибровки можно проверить при апробации методики поверки на этапе испытаний в целях утверждения типа СИ. Такой эксперимент был поставлен в ФБУ «РОСТЕСТ-Москва» в ходе дополнительных испытаний усилителя аналогово-цифрового преобразования напряжения переменного тока УП-АЭ для решения задачи калибровки на рабочие условия в связи с Изменением № 1 РТ-МП-4328-551-2017. Изменение предполагало расширение возможностей УП-АЭ по частоте X_1 входного сигнала с 120–230 кГц до 50–250 кГц при круглосуточном непрерывном режиме работы. Число поверочных точек на этих частотах было увеличено с пяти до семи по амплитуде (X_2 , мкВ), а предел допускаемой относительной погрешности по выходному сигналу Y при температурах 1–60 °С был сохранён $\Delta_p = 10\%$.

Испытания проводили в климатической камере МНУ-225СНСА с погрешностью воспроизведения температуры $\theta_T \leq 0,3^\circ\text{C}$ по сигналам генератора Agilent 33210А с пределом допускаемой погрешности воспроизведения напряжения на входе усилителя УП-АЭ $\theta_U = 0,01X_2 + 1$ [мкВ]. Однако результаты испытаний

на частотах 50 и 250 кГц, а также при температуре 60 °С оказались неудовлетворительными (таблица).

Для построения модели диаграммы калибровки данные испытаний УП-АЭ анализировались согласно Р 50.2.004-2000 по программе «ММК-стат М» и МИ 2916-2005 по программе «ММИ-поверка». Если для одномерных функций поправок при выборе модели оптимальной сложности можно не учитывать инструментальную составляющую погрешности, то в многомерном случае решение необходимо принимать с учётом и погрешностей неадекватности, и погрешностей измерений.

В первом приближении с учётом ограничения МИ 188-87 на степень сложности $[s] \leq 3$ характеристики положения диаграммы калибровки в качестве модели максимальной сложности была принята калибровочная функция в виде интерполяционного полинома, который можно рассматривать как многомерный ряд Тейлора

$$\tilde{Y}_{X_1-g}^{[s]}(x_1, x_2, x_3) = \sum_{i=0}^s \sum_{j=0}^s \sum_{k=0}^s g_{ijk} \theta_{ijk} x_1^i x_2^j x_3^k \pm (\bar{\varepsilon}_g^{[s]} - \bar{d}_g), \quad (1)$$

где g_{ijk} – ijk -я позиция двоичного кода структуры g модели; θ_{ijk} – параметр; $\bar{\varepsilon}_g^{[s]}$ – средний модуль погрешности неадекватности (СМПН), минимум которого является одним из

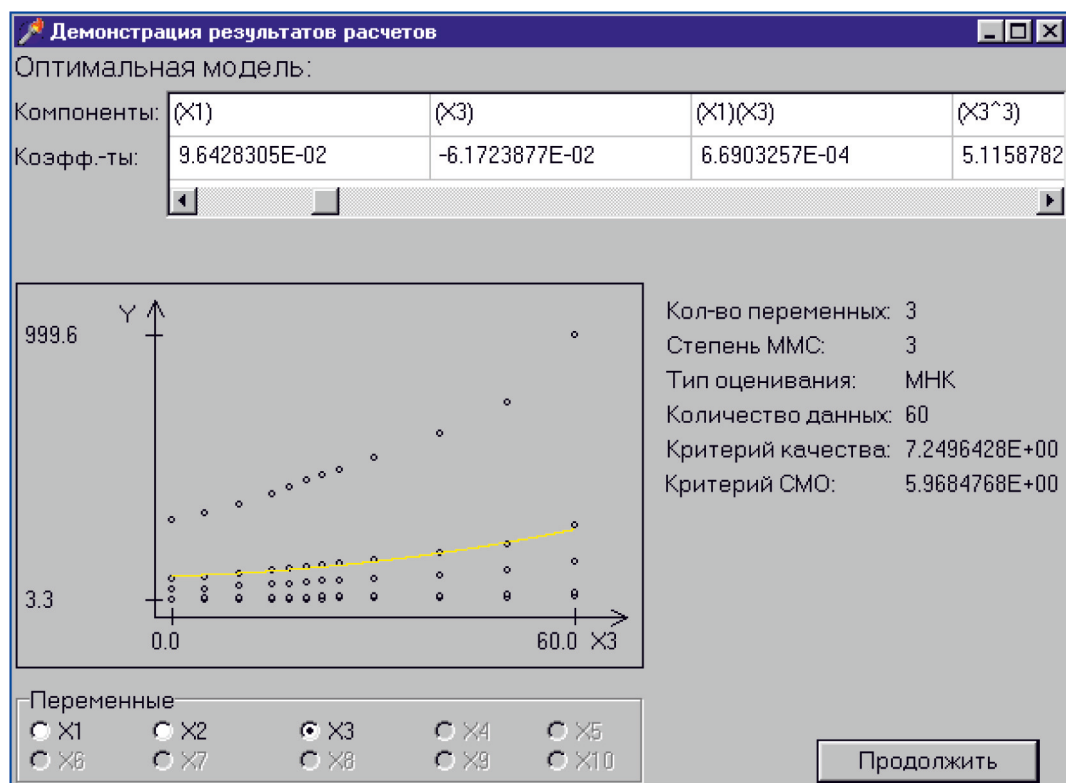


Рис. 1. Программа «ММК-стат М»: Функция поправок при $[s]=3$ для частоты 50 кГц; Ω_p = СМПН – CAO = 1,281166 мкВ СМПН (критерий качества) – средний модуль погрешности неадекватности; CAO (критерий СМО) – среднее абсолютное отклонение; СМО – средний модуль отклонения

Fig. 1. Program "ММК-stat M": correction function at $[s]=3$ for the frequency of 50 kHz; Ω_p = AMIE – AAD = 1.281166 mV; AMIE (quality criterion) – the average module of the inadequacy error; AAD (ADM criterion) – average absolute deviation; ADM – average deviation modulus

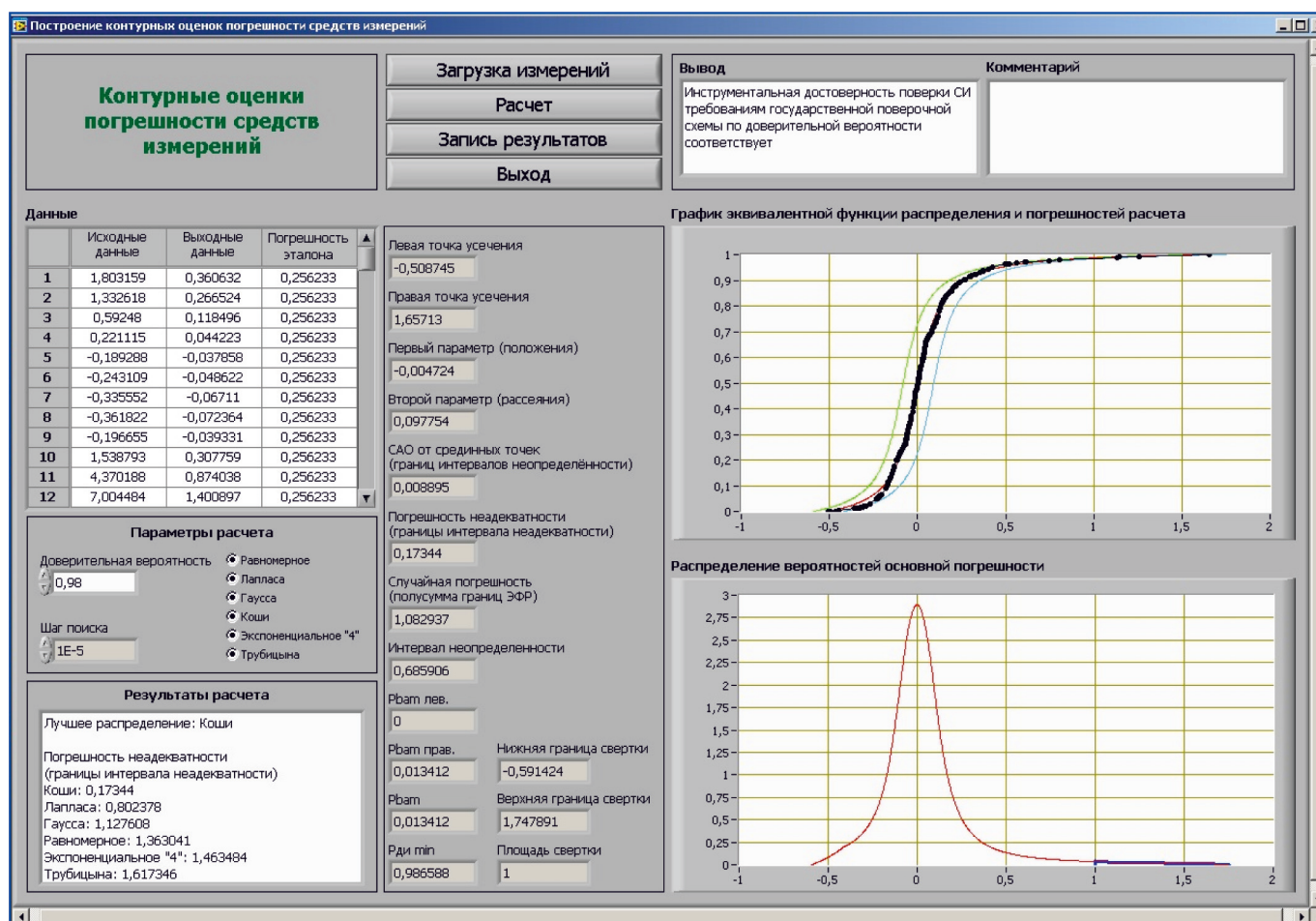


Рис. 2. Программа «ММИ-поверка» – вероятностная оценка исправленного результата $P_{\text{ДИ min}} = 0,986588$

Fig. 2. The program "MMI-verification" – probabilistic estimation of the corrected result $P_{\text{DI min}} = 0.986588$

критериев выбора структуры и метода оценивания параметров модели; $\bar{d}_g$ – среднее абсолютное отклонение (CAO); $(\bar{\varepsilon}_g^{[s]} - \bar{d}_g)$ – оценка параметра Ω_p [20].

Согласно Р 50.2.004-2000 в рамках метода максимума компактности (ММК) лучший результат при СМПН=7,2496428 мкВ (рис. 1) был получен методом наименьших квадратов (МНК) в схеме перекрёстного наблюдения погрешности неадекватности (алгоритм ММКМНК):

$$\begin{aligned} \tilde{V}_{x_1}^{[3]}(x_1, x_3) = & 9,6428305 \cdot 10^{-2} x_1 - 6,1723839 \cdot 10^{-2} x_3 + \\ & + 6,6903257 \cdot 10^{-4} x_1 x_3 + 5,1158760 \cdot 10^{-5} x_3^3 + \\ & + 3,3861183 \cdot 10^{-5} x_1 x_3^2 + 2,0787706 \cdot 10^{-7} x_1^2 x_3. \end{aligned} \quad (2)$$

Для $[s] \leq 3$ идентификация медианным методом в схеме перекрёстного наблюдения погрешности неадекватности (алгоритм ММКМНК) даёт менее точное решение при СМПН=28,393633 мкВ. В то же время при степени сложности $[s] \leq 5$ алгоритм ММКМНК даёт модель $\tilde{V}_{x_1}^{[5]}(x_1, x_3)$ с СМПН=1,6971166 мкВ, но она содержит 20 членов представления (1) и характеризуется недопустимо большими инструментальными погрешностями функции поправки.

Полученная согласно МИ 2916-2005 вероятностная оценка свёртки исправленного результата для нормализованных значений погрешности модели (2) по программе «ММИ-поверка» представлена на рис. 2. При этом в расчётах границы свёртки распределений нормализованных составляющих погрешности исправленного результата для случайной составляющей был принят «веер» типовых усечённых распределений по В. В. Налимову, а для ненаблюдаемых составляющих – эквивалентные равномерные распределения согласно МИ 1317-2004.

Аналогичным образом задача калибровки решается для нижней границы температурного диапазона, и остаётся внести соответствующие изменения в память компьютера, подключаемого к усилителю УП-АЭ.

Заключение. Возникновение проблемы калибровки СИ в отечественной метрологии связано не столько с появлением перевода «Руководства по выражению неопределённости измерения», сколько с отсутствием в его примерах практических приемов проверки неадекватности «уравнения измерения». А отсутствие ещё и логики статистического вывода при построении функции поправок превратило примеры «калибровки по GUM» в образцы формального применения регрессионного анализа.

Для СИ модульного типа можно создавать измерительные системы, в которых основное СИ дополняется измерительными каналами влияющих величин с подключением к внешнему компьютеру через интерфейс USB. В этом случае калибровка основного СИ существенно упрощается, вплоть до использования внешнего компьютера для решения задачи идентификации калибровочной кривой или функции поправок при испытаниях в целях утверждения типа или при периодической калибровке.

Охват калибровкой рабочих условий для СИ показал, что разработка методик поверки и калибровки основана на математическом аппарате метода совместных измерений. На практике калибровку слишком часто проводят по методикам поверки из-за путаницы, вносимой расхождением определений в нормативных документах, и из-за незнания действующих нормативных документов прошлого века.

Список источников

1. Гаврилов Б. М. и др. Развитие деятельности по калибровке средств измерений. Доклад рабочей группы Межотраслевого совета по прикладной метрологии и приборостроению Российского союза промышленников и предпринимателей / Под ред. А. С. Кривова. М.: РСПП, 2016. 16 с.
2. 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. 80 с.
3. Руководство по выражению неопределённости измерения / Перевод с англ. / Под науч. ред. проф. В. А. Слаева. СПб.: ВНИИМ им. Д. И. Менделеева, 1999. 134 с.
4. Колмогоров А. Н. Реальный смысл результатов анализа // Труды II Всесоюзного совещания по математической статистике. Ташкент, 1949 г. Ташкент: Изд-во АН УзССР, 1949. С. 240–268.
5. Алимов Ю. И. О практической ценности теории оценок // Автоматика. 1981. № 2. С. 84–94.
6. Колмогоров А. Н. О таблицах случайных чисел // Семiotика и информатика. 1982. Вып. 18. С. 3–13.
7. Вопросы кибернетики. ВК-94. Статистические методы в теории обеспечения эксплуатации. М.: АН СССР, Научный совет по комплексной проблеме «Кибернетика», 1982. 152 с.
8. Адлер Ю. П., Грановский Ю. В., Маркова Е. В. Теория эксперимента: прошлое, настоящее, будущее. М.: Знание, 1982. 64 с.
9. Новицкий П. В., Зограф И. А. Оценка погрешностей результатов измерений. Л.: Энергоатомиздат. Ленингр. отделение, 1985. 248 с.
10. Левин С. Ф., Блинов А. П. Научно-методическое обеспечение гарантированности решения метрологических задач вероятностно-статистическими методами // Измерительная техника. 1988. № 12. С. 5–8.
11. Статистическая идентификация, прогнозирование и контроль РЭА. Методические рекомендации. М.: МО СССР, 1990. 80 с.

12. Мостеллер Ф., Тьюки Дж. Анализ данных и регрессия. Выпуск 2: Пер. с англ. Б. Л. Розовского / Под ред. и с предисловием Ю. П. Адлера. М.: Финансы и статистика, 1982. 239 с.

13. Хьюбер П. Робастность в статистике: Пер. с англ. И. А. Маховой, В. И. Хохлова / Под ред. И. Г. Журбенко. М.: Мир, 1984. 304 с.

14. Вучков И., Бояджиева Л., Солаков Е. Прикладной линейный регрессионный анализ: Пер. с болг. Ю. П. Адлера. М.: Финансы и статистика, 1987. 239 с.

15. Хампель Ф., Рончетти Э., Рауссеу П., Штаэль В. Робастность в статистике. Подход на основе функций влияния: Пер. с англ. под ред. В. М. Золотарева. М.: Мир, 1989. 512 с.

16. Колмогоров А. Н. О логических основаниях теории вероятностей // Теория вероятностей и математическая статистика: [Сб. статей]. М.: Наука, 1986. С. 467–471.

17. Левин С. Ф. Метрология, математическая статистика – легенды XX-го века: Легенда о неопределённости // Партнеры и конкуренты. 2001. № 1. С. 13–25.

18. Шеффе Г. Дисперсионный анализ. Пер. с англ. Б. А. Севастьянова, В. П. Чистякова. М.: ФИЗМАТЛИТ, 1963. 628 с.

19. Левин С. Ф. Руководство по выражению неопределённости измерения: ревизия – смена парадигмы или новая санкция? // Законодательная и прикладная метрология. 2016. № 5. С. 31–44.

20. 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>

References

1. Gavrilov B. M., et fl., *Razvitie deyatel'nosti po kalibrovke sredstv izmerenij*, Doklad rabochej gruppy Mezhotraslevogo sove-ta po prikladnoj metrologii i priborostroeniyu Rossijskogo soyuza promyshlennikov i predprinimatelej, ed. A. S. Krivov, Moscow, RSPB Publ., 2016, 16 p. (In Russ.)
2. International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM), 3rd edition, available at: https://www.bipm.org/utis/common/documents/jcgm/JCGM_200_2012.pdf (accessed: 10.01.2020).
3. Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement: First edition, ISO, Switzerland, 1993, 101 p.
4. Kolmogorov A. N., Real'nyj smysl rezul'tatov analiza, *Trudy II Vsesoyuznogo soveshchaniya po matematicheskoy statistike*, Tashkent, AN UzSSSR Publ., 1949, pp. 240–268. (In Russ.)
5. Alimov Yu. I., O prakticheskoy cennosti teorii ocenok, *Avtomatika*, 1981, no. 2, pp. 84–94. (In Russ.)
6. Kolmogorov A. N., O tablicah sluchajnyh chisel, *Semiotika i informatika*, Moscow, VINITI Publ., 1982, Iss. 18, pp. 3–13. (In Russ.)
7. *Voprosy kibernetiki VK-94, Statisticheskie metody v teorii obespecheniya ekspluatacii*, Moscow, AN SSSR, Nauchnyj sovet po kompleksnoj probleme Kibernetika Publ., 1982, 152 p. (In Russ.)
8. Adler Yu. P., Granovskij Yu. V., Markova E. V., *Teoriya eksperimenta: proshloe, nastoyashchee, budushchee*, Moscow, Znanie Publ., 1982. 64 p. (In Russ.)
9. Novickij P. V., Zograf I. A., *Ocenka pogreshnostej rezul'tatov izmerenij*, Leningrad, Energoatomizdat Publ., 1985, 248 p. (In Russ.)

10. Levin S. F., Blinov A. P., *Measurement Techniques*, 1988, vol. 31, no. 12, pp. 1145–1150. <https://doi.org/10.1007/BF00862607>
11. *Statisticheskaya identifikaciya, prognozirovaniye i kontrol' REA. Metodicheskie rekomendacii*, Moscow, MO SSSR Publ., 1990, 80 p. (In Russ.)
12. Mosteller F., Tukey J., *Data analysis and regression. A second course in statistics*, USA, Addison-Wesley Publishing Company, 1977.
13. Huber P., *Robust Statistics*, New York, John Wiley and Sons, 1981.
14. Vuchkov I., Boyadzhieva L., Solakov E., *Prikladnoj linejnyj regressionnyj analiz*, translation from Bulgarian Yu. P. Adlera, Moscow, Finansy i statistika Publ., 1987, 239 p. (In Russ.)
15. Hampel F. R., Ronchetti E. M., Rousseeuw P. J., Stahel W. A., *Robust Statistics. The Approach Based on Influence Functions*, New York, Chichester, Brisbane, Toronto, Singapore, John Wiley & Sons Inc, 1986.
16. Kolmogoroff A. N., On logical foundations of probability, *Lectures Notes Mathematical*, 1983, no. 1021, pp. 1–5.
17. Levin S. F., Metrologij, matematicheskaj statistika – legendy XX veka: Legenda o neopredelyonnosti, *Partnery i konkurenty*, 2001, no. 1, pp. 13–25. (In Russ.)
18. Scheffe H., *The Analysis of Variance*, New York, John Wiley & Sons, 1958.
19. Levin S. F., Rukovodstvo po vyrazheniyu neopredelennosti izmereniya: reviziya – smena paradigmy ili novaya sankciya? *Zakonodatel'naya i prikladnaya metrologiya*, 2016, no. 5, pp. 31–44. (In Russ.)
20. Levin S. F., *Measurement Techniques*, 2021, vol. 64, no. 4, pp. 273–281. <https://doi.org/10.1007/s11018-021-01929-x>

Статья поступила в редакцию 29.04.2021; одобрена после рецензирования 02.06.2021; принята к публикации 02.06.2021.
The article was submitted 29.04.2021; approved after reviewing 02.06.2021; accepted for publication 02.06.2021.

Метод определения координат цифровых изображений фотограмметрических опорных знаков: разработка и оценка точности

Игорь Георгиевич Журкин¹, Григорий Геннадьевич Сычев²✉

^{1, 2} Московский государственный университет геодезии и картографии, Москва, Россия, ¹zhurkin@miigaik.ru,

²grisyshev@yandex.ru✉

Аннотация. Рассмотрена проблема обработки изображений, получаемых при дистанционном зондировании. Разработан метод автоматизированного измерения координат цифровых изображений центрально-симметричных искусственных объектов. Проанализирована применимость указанного метода в программных комплексах обработки изображений. Для реализации метода предложены два корреляционных алгоритма, позволяющих определить координаты центров изображений искусственных объектов с субпиксельной точностью. Исследовано влияние дискретной структуры растровых изображений на точность измерений. Рассчитаны погрешности измерения координат цифровых изображений. Описан эксперимент с использованием авторского программного обеспечения по автоматизированному определению координат центров изображений радиальных миш, полученных по материалам реальных съёмок. Эффективность предложенного метода подтверждена результатами эксперимента.

Ключевые слова: дистанционное зондирование, фотограмметрия, цифровое изображение, погрешность измерения, субпиксельная точность, функция корреляции

Финансирование: работа выполнена в рамках государственного заказа 0708-220-0001 Министерства образования и науки России.

Для цитирования: Журкин И. Г., Сычев Г. Г. Метод определения координат цифровых изображений фотограмметрических опорных знаков: разработка и оценка точности // Измерительная техника. 2021. № 11. С. 19–23. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-11-19-23>

Method for determining the coordinates of digital images of photogrammetric reference signs: development and evaluation of accuracy

Igor G. Zhurkin¹, Grigory G. Sychev²✉

^{1, 2} Moscow State University of Geodesy and Cartography, Moscow, Russia, ¹zhurkin@miigaik.ru, ²grisyshev@yandex.ru✉

Abstract. The method of automated measurement of coordinates of digital images of centrally symmetric artificial objects proposed by the authors is considered in order to analyze the possibility of its application in software complexes for processing images obtained by a remote sensing system. Two correlation algorithms are proposed for the implementation of the method that allows determining the coordinates of the centers of digital images of artificial objects with subpixel accuracy. The influence of the discrete structure of raster images on the measurement accuracy is investigated. Calculations of errors in measuring the coordinates of digital images are given. An experiment with the use of the author's software on automated determination of the coordinates of the centers of images of radial test-objects for measuring optical resolution obtained from real surveys is described, confirming the effectiveness of the proposed method.

Keywords: remote sensing, photogrammetry, digital image, measurement error, subpixel accuracy, correlation function

Financial Support: the work was carried out within the framework of the state order 0708-220-0001 of the Ministry of Education and Science of Russia.

Введение. Для сбора геопространственных данных о местности в настоящее время широко применяются беспилотные космические и воздушные системы. Аналоговые методы получения данных и их обработки повсеместно заменяются цифровыми. Указанные обстоятельства обуславливают развитие измерительной наземной инфраструктуры, обеспечивающей решение задач валидации, калибровки и координатно-временной привязки устанавливаемых на борт беспилотных летательных аппаратов средств дистанционного зондирования. Вопросы оценки качества цифровой аппаратуры, а также методы её калибровки рассматриваются, например, в статьях [1–3].

Одним из элементов, входящих в состав измерительной наземной инфраструктуры, является комплекс специально создаваемых искусственных наземных объектов (опорных знаков), например радиальных миш, выполняющих как функции тест-объектов для контроля оптических характеристик съёмочной системы, так и функции фотограмметрических опорных знаков и контрольных точек при построении цифровых ортофотопланов и цифровых моделей рельефа [4, 5]. При этом возникает задача измерения координат и оценки точности определения положения центров изображений опорных знаков на растре цифрового снимка. Определение точных

координат центра опорного знака осложняется тем, что в реальных условиях съёмки центр опорного знака часто плохо визуализируется вследствие недостаточного масштаба снимка, шумов изображения и дискретной структуры растрового изображения, что вызывает затруднения у оператора при нахождении центра даже с точностью до одного пиксела. Исследование влияния шумов изображений на точность субпиксельного измерения координат можно найти в [6].

Цель статьи – проанализировать влияние дискретной структуры растровых изображений на координатно-измерительные свойства цифровых изображений, разработать метод, алгоритмы и программное обеспечение для автоматизированного определения растровых координат центров опорных знаков с субпиксельной точностью и оценить среднее квадратическое отклонение (СКО) измерения координат на реальных снимках.

Метод определения координат центров опорных знаков.

Наибольшее распространение среди методов автоматизированного измерения координат точек на цифровых изображениях, в том числе с субпиксельной точностью, получили корреляционные методы. Например, в работах [7, 8] описаны методы определения координат объектов, размер изображения которых соизмерим с размерами пиксела. В рассматриваемом в настоящей статье случае размер изображения превышает размеры пиксела не менее чем на порядок. При этом центральная часть изображения может представлять собой размытое пятно в несколько пикселей. Предложенный метод определения координат центров опорных знаков основан на свойствах центральной симметрии изображений опорных знаков. Автоматическое определение координат центров изображений представляет собой поиск координат точки, в которой принимает максимальное значение коэффициент корреляции между точками, располагающимися центрально-симметрично относительно данной точки в окрестности предполагаемого положения центра опорного знака, причём размеры окрестности определяются размером изображения опорного знака.

Для всех точек изображения с координатами (x, y) в заданной области поиска вычисляется значение функции корреляции по формуле [9]:

$$r(x, y) = (\mathbf{V}_1(x, y), \mathbf{V}_2(x, y)) / [\|\mathbf{V}_1(x, y)\| \|\mathbf{V}_2(x, y)\|], \quad (1)$$

где $\mathbf{V}_1(x, y)$ – вектор, описывающий распределение оптического сигнала в окрестности точки (x, y) ; $\mathbf{V}_2(x, y)$ – вектор, аналогичный вектору $\mathbf{V}_1(x, y)$, отличающийся от последнего тем, что конфигурация расположения его соответствующих (имеющих равные номера) компонентов является центрально-симметричной относительно точки (x, y) по отношению к компонентам вектора $\mathbf{V}_1(x, y)$; внешние круглые скобки числителя обозначают скалярное произведение векторов, а двойные вертикальные скобки – евклидову норму вектора.

В качестве центра опорного знака выбирается точка, в которой значение $r(x, y)$ максимально.

Поиск центра изображения осуществляется в два этапа.

Этап 1 – поиск целочисленных координат точки (i_0, j_0) , соответствующих центрам пикселей растрового изображения, удовлетворяющих условию максимума функции (1) по всей окрестности поиска.

Этап 2 – поиск уточнённых координат (i_{0r}, j_{0r}) в пределах ± 1 пиксела от найденной целочисленной точки по каждой координате.

Алгоритмы и программное обеспечение для реализации метода определения координат центров опорных знаков. Используется два алгоритма поиска уточнённых координат. В каждом алгоритме применяется один и тот же указанный выше корреляционный критерий. Алгоритмы отличаются способами поиска точки максимума корреляционной функции, предполагающими необходимость интерполяции значений функции, которая описывает изображение в промежуточных (нецелочисленных) точках. Анализ различных методов субпиксельной интерполяции приведен в статьях [10, 11]. В настоящей работе используется билинейная интерполяция.

Алгоритм 1 заключается в прямом поиске максимума функции (1) в прямоугольной окрестности точки (i_0, j_0) от $(i_0 - 1, j_0 - 1)$ до $(i_0 + 1, j_0 + 1)$ с шагом 0,1 пиксела. Этот шаг можно уменьшать, однако увеличение точности более чем в 10 раз по сравнению с точностью до 1 пиксела для реальных изображений нецелесообразно, так как измерения на цифровых изображениях обычно производятся с точностью в один пиксел. Точка, в которой корреляция максимальна, принимается за центр изображения.

Алгоритм 2 строится на предположении, что корреляционная функция изображения выбранного опорного знака обладает круговой симметрией вблизи точки своего максимума. При этом симметричны и сечения этой функции любыми вертикальными плоскостями, в том числе и плоскостями, удовлетворяющими уравнениям $i = i_0, j = j_0$. Для этих плоскостей координаты максимумов сечений совпадают с координатами максимума двумерной корреляционной функции. По известным значениям корреляционной функции в целочисленных точках $r(i_0, j_0 - 1), r(i_0, j_0), r(i_0, j_0 + 1)$ находят уточнённое положение j_{0r} максимума симметричного сечения корреляционной функции плоскостью $i = i_0$, а по известным значениям $r(i_0 - 1, j_0), r(i_0, j_0), r(i_0 + 1, j_0)$ – уточнённое положение i_{0r} максимума симметричного сечения корреляционной функции плоскостью $j = j_0$. Найденные координаты (i_{0r}, j_{0r}) соответствуют уточнённому положению центра изображения. Быстродействие алгоритма 2 выше, чем у алгоритма 1 из-за отсутствия необходимости вычислять значения корреляционной функции для всех нецелочисленных точек.

Оценка погрешностей измерения координат на растровом изображении. Точность автоматического поиска положений центров опорных знаков определяется по результатам сравнения измеряемых значений расстояний между центрами тест-объектов на местности (так называемых «истинных величин») и значений расстояний, получаемых по цифровому изображению в режиме автоматизированного нахождения центров тест-объектов. Расстояния между центрами тест-объектов на местности измеряются

с погрешностью, значительно меньшей, чем проекция пиксела на местность, а расстояния, определяемые по цифровому изображению с помощью специального программного обеспечения, – с субпиксельной точностью.

При определении координат точек по растровому изображению в случае наведения маркера на требуемую точку погрешность измерения каждой координаты равна погрешности округления до целых пикселей. СКО каждой координаты составляет (в пикселах)

$$\sigma_x = \sigma_y = \sqrt{\int_{-1/2}^{1/2} x^2 dx} = \sqrt{1/12} \approx 0,289.$$

Суммарное СКО определения положения точки по двум координатам составляет (в пикселах)

$$\sigma_{xy} = \sqrt{\sigma_x^2 + \sigma_y^2} = \sqrt{1/6} \approx 0,408.$$

Рассмотрим отрезок AB на растровом изображении. Введём следующие обозначения: $X_{0A}, Y_{0A}, X_{0B}, Y_{0B}$ – целочисленные координаты точек A, B в пикселах; $X_{00} = X_{0A} - X_{0B}, Y_{00} = Y_{0A} - Y_{0B}$ – разности целочисленных координат точек A, B ; X_A, X_B, Y_A, Y_B – отклонения измеренных координат с точностью до целых пикселей от истинных. Тогда истинное расстояние L_0 между точками A и B можно представить как функцию четырех переменных X_A, X_B, Y_A, Y_B :

$$L_0(X_A, X_B, Y_A, Y_B) = \sqrt{(X_{00} + X_B - X_A)^2 + (Y_{00} + Y_B - Y_A)^2}.$$

Средняя длина отрезков в пикселах между всеми парами точек двух квадратов размером один пиксел с центрами в точках (X_{0A}, Y_{0A}) и (X_{0B}, Y_{0B}) определяется формулой

$$\bar{L} = \int_{-1/2}^{1/2} \int_{-1/2}^{1/2} \int_{-1/2}^{1/2} \int_{-1/2}^{1/2} L_0(X_A, X_B, Y_A, Y_B) dX_A dX_B dY_A dY_B.$$

При измерении длины L отрезка AB на изображении СКО измерения вследствие равномерного распределения случайных координат концов отрезка в пределах пиксела определяется выражением

$$\sigma_L = \sqrt{\int_{-1/2}^{1/2} \int_{-1/2}^{1/2} \int_{-1/2}^{1/2} \int_{-1/2}^{1/2} [\bar{L} - L_0(X_A, X_B, Y_A, Y_B)]^2 dX_A dX_B dY_A dY_B}. \quad (2)$$

Как СКО σ_L , так и отклонение D_L средней длины от расстояния между центрами пикселей (среднее значение погрешности измерения), представляющее собой систематическую погрешность, зависят от расстояний L между точками A, B :

$$D_L = L_{00} - \bar{L} = \sqrt{X_{00}^2 + Y_{00}^2} - \bar{L}.$$

Проанализируем влияние длины отрезка на погрешности его измерения на растровом изображении. Для этого построим зависимости СКО и средней погрешности от длины L . Значения σ_L, D_L усредним по различным положениям отрезка AB относительно растра при равномерном распределении его

смещения и углового положения для разных диапазонов расстояний L . На рис. 1, a приведены зависимости средних погрешностей измерения длины от расстояния между точками A, B в интервале расстояний $L = 1..5$ пикселей. При $L \geq 3$ пикселям СКО измерения длины за счёт округления до целых пикселей превышает среднюю погрешность более чем на порядок. Поэтому для реально определяемых расстояний среднюю погрешность можно не учитывать.

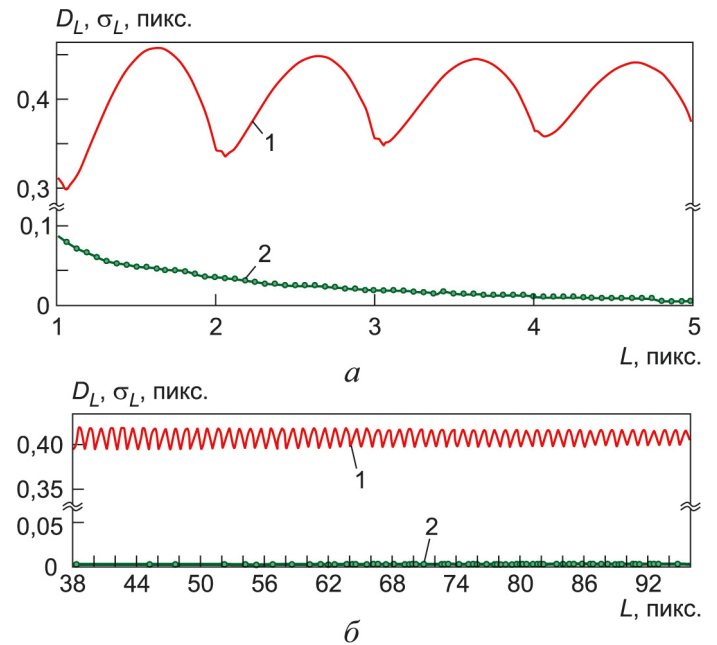


Рис. 1. Зависимости погрешностей измерения длины от расстояния L между точками A, B в интервалах 1–5 (a) и 38–96 (b) пикселей: 1 – СКО σ_L , 2 – средняя погрешность D_L

Fig. 1. The dependence of the errors in measuring the length in pixels on the distance between points A, B in the range from 1 to 5 pixels (a) and from 38 to 96 pixels (b): 1 – standard deviation σ_L , 2 – average error D_L

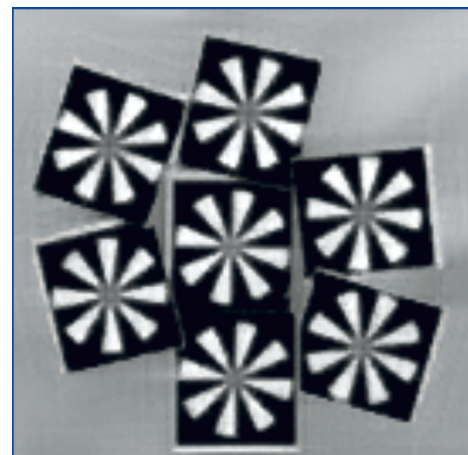


Рис. 2. Тест-объект со случайным расположением семи опорных знаков в виде радиальных мир

Fig. 2. Test object with a random arrangement of 7 reference signs

В экспериментах по автоматическому определению центров опорных знаков значения расстояний между центрами находились в диапазоне 38–96 пикселей. Погрешности для этого диапазона расстояний показаны на рис. 1, б. Здесь средняя погрешность практически совпадала с нулем, а СКО изменялось в зависимости от расстояния с периодом 1 пиксел и амплитудой около 0,01 пиксела, что более чем на порядок меньше среднего значения СКО. При этом СКО определения расстояния σ_L , вычисленное по формуле (2) для расстояний более 10 пикселей, оказалось приблизительно равным 0,408 пиксела, т. е. в $\sqrt{2}$ раз больше, чем СКО определения координат.

Таким образом, измерив координаты точек на изображении и вычислив расстояния между ними в пикселах, можно перейти к расстояниям в метрических единицах, и по множеству расстояний, оценив СКО измерения длин по изображению, найти СКО определения координат точек объекта.

Оценка СКО измерения координат на реальных снимках.

Для оценки точности определения координат использовали тест-объект со случайным расположением семи опорных знаков в виде радиальных мир (рис. 2) с измеренными с точностью до долей миллиметра расстояниями между их центрами. Расстояния между центрами мир приведены в табл. 1.

Таблица 1

Измеренные расстояния между центрами мир, мм

Номер точки	1	2	3	4	5	6	7
1	0	223,7	225,2	273,0	218,5	217,2	261,7
2	223,7	0	252,4	431,2	441,0	379,7	236,2
3	225,2	252,4	0	221,7	346,6	441,6	434,3
4	273,0	431,2	221,7	0	216,8	427,4	534,5
5	218,5	441,0	346,6	216,8	0	250,1	437,8
6	217,2	379,7	441,6	427,4	250,1	0	246,7
7	261,7	236,2	434,3	534,5	437,8	246,7	0

Таблица 2

Координаты, измеренные с точностью до целых пикселей

Номер точки	1	2	3	4	5	6	7
<i>i</i>	279	239	269	309	318	293	249
<i>j</i>	163	168	202	202	164	127	127

Производили съёмку тест-объекта со следующими параметрами: расстояние съёмки 64,38 м; фокусное расстояние камеры 50 мм; размер пиксела в плоскости объекта 5,60 мм. Размер пиксела на объекте определяли по расстояниям в пикселах между хорошо различимыми контрастными штрихами, располагавшимися на расстоянии около двух метров в плоскости снимаемого объекта вдоль строк и вдоль столбцов раstra. С помощью программы автоматизированного поиска получили целочисленные пиксельные координаты центров мир и координаты, уточнённые до долей пикселей с применением двух алгоритмов.

В качестве исходных данных для алгоритмов поиска использовали начальные координаты процесса поиска и размер области поиска, в которой находился центр мира. Начальные координаты задавал оператор путём приближённого наведения курсора на изображение мира, при этом размер области поиска определялся точностью наведения на центр мира и в данном эксперименте составлял ± 5 пикселей по каждой координате. Результаты автоматического измерения пиксельных координат центров приведены в табл. 2, 3.

По полученным данным рассчитаны расстояния между всеми парами центров опорных знаков (21 расстояние для каждого метода) и определены СКО расстояний, измеренных по изображениям, от точных значений (измеренных с точностью до долей миллиметра).

При целочисленном определении координат центров опорных знаков СКО составило 1,76 мм, т. е. приблизительно 0,315 пиксела. При использовании алгоритмов 1, 2 СКО составили 0,50 мм (приблизительно 0,089 пиксела) и 0,28 мм (приблизительно 0,050 пиксела) соответственно.

Результаты оценки точности измерения расстояний и определения координат центров изображений мир приведены в табл. 4.

Таким образом, программа поиска центров изображений опорных знаков в режиме субпиксельного автоматического определения координат обеспечила уменьшение СКО определения координат до 0,063 пиксела при применении алгоритма 1 и до 0,035 пиксела при применении алгоритма 2, что приблизительно в 4 и 6 раз соответственно меньше расчётного СКО при целочисленном поиске с точностью до пикселей. Более быстродействующий алгоритм 2 показал более точные (почти в 1,8 раза) результаты по сравнению с алгоритмом 1.

Таблица 4

Результаты оценки точности определения координат

Параметр	σ_L , мм	σ_L , пиксели	σ_x, σ_y , пиксели
Расчётные значения	2,28	0,408	0,289
Целочисленные координаты	1,76	0,315	0,223
Уточнённые координаты (алгоритм 1)	0,50	0,089	0,063
Уточнённые координаты (алгоритм 2)	0,28	0,050	0,035

Таблица 3

Координаты, измеренные с точностью до долей пикселей по двум алгоритмам

Алгоритм	Номер точки	1	2	3	4	5	6	7
1	<i>i</i>	279,10	239,50	269,20	308,70	318,10	293,40	249,30
	<i>j</i>	163,20	168,40	202,40	201,90	164,30	127,20	127,30
2	<i>i</i>	279,05	239,41	269,17	308,72	318,07	293,33	249,29
	<i>j</i>	163,31	168,35	202,29	202,02	164,31	127,25	127,28

Заключение. Анализ влияния дискретной структуры растровых изображений на координатно-измерительные свойства цифровых изображений показал, что расчётное СКО определения расстояний на растровом изображении из-за округления для длин более 10 пикселей составило около $\sqrt{1/6}$, т. е. приблизительно 0,408 пиксела, что в $\sqrt{2}$ раз превысило погрешность определения каждой координаты. При этом средняя погрешность практически равна нулю. Программа поиска центров изображений опорных знаков в режиме субпиксельного автоматического определения координат, разработанная на основе предложенного метода, обеспечила уменьшение СКО определения координат. При этом результаты применения алгоритма, основанного на свойстве круговой симметрии корреляционной функции, оказались более точными, чем результаты применения алгоритма прямого поиска точки максимума корреляции. Таким образом, оба алгоритма, реализовавших предложенный авторами метод, подтвердили его эффективность и возможность применения в аппаратно-программных комплексах для автоматизированного определения координат цифровых изображений фотограмметрических опорных знаков.

Список источников

1. Аникеева И. А. Контроль качества материалов космической съёмки, получаемых российскими оптико-электронными системами ДЗЗ картографического назначения // Дистанционное зондирование Земли из космоса в России. 2020. № 1. С. 26–32.
2. Чекалин В. Ф., Сухов А. А. Проблемы калибровки измерительных средств российских спутников дистанционного зондирования Земли // Геодезия и картография. 2019. № 6. С. 39–47. <https://doi.org/10.22389/0016-7126-2019-948-6-39-47>
3. Бабашкин Н. М., Кадничанский С. А., Нехин С. С. Исследовательские испытания программно-аппаратных комплексов Геоскан 101 и Геоскан 201 // Геодезия и картография. 2020. № 1. С. 19–25. <https://doi.org/10.22389/0016-7126-2020-955-1-19-25>
4. Патент № 2457435 РФ / И. Г. Журкин, Г. Г. Сычев, А. Т. Калинин // Изобретения. Полезные модели. 2012. № 21.
5. Журкин И. Г., Сычев Г. Г., Грузинов В. С., Чабан Л. Н. Экспериментальные исследования и перспективы развития системы валидационных подспутниковых наблюдений // Измерительная техника. 2015. № 3. С. 41–45.
6. Миронова Т. В. Ошибки измерений при обработке бинарных и полутоновых изображений. // Автометрия. 2014. № 5. С. 84–91.
7. Осадчий И. С. Метод субпиксельного измерения координат изображений звезд для приборов астроориентации космического базирования // Журнал радиоэлектроники. 2015. № 5. С. 1–25.
8. Щербинина Н. В. Алгоритм определения субпиксельных координат точечного объекта. // Научные ведомости Белгородского государственного университета. Серия: История. Политология. Экономика. Информатика. 2014. № 1 (172). С. 88–93.

9. Михайлов А. П., Чибуничев А. Г. Фотограмметрия. Учебник для высшей школы / Под ред. д. т. н. проф. А. Г. Чибуничева. М: Изд-во МИИГАиК, 2016. 294 с.

10. Максимов А. И., Сергеев В. В. Метод оптимального линейного сверхразрешающего восстановления изображений // Компьютерная оптика. 2021. Т. 45. № 5. С. 692–701. <https://doi.org/10.18287/2412-6179-CO-909>

11. Козлов В. Л. Оптимизация размера окна сканирования для измерений дальности по цифровым изображениям // Журнал Белорусского государственного университета. Физика. 2018. № 2. С. 133–140.

References

1. Anikeeva I. A., Kontrol' kachestva materialov kosmicheskoy s'yomki, poluchaemyh rossijskimi optiko-elektronnymi sistemami DZZ kartograficheskogo naznacheniya [Quality control of space survey materials obtained by Russian optoelectronic remote sensing systems for cartographic purposes], *Remote sensing of the Earth from space in Russia*, 2020, no. 1, pp. 26–32. (In Russ.)
2. Chekalin V. F., Sukhov A. A., *Geodesy and cartography*, 2019, vol. 80, no. 6, pp. 39–47. (In Russ.) <https://doi.org/10.22389/0016-7126-2019-948-6-39-47>
3. Babashkin N. M., Kadnichanskiy S. A., Nekhin S. S., *Geodesy and cartography*, 2020, vol. 81, no. 1, pp. 19–25. (In Russ.) <https://doi.org/10.22389/0016-7126-2020-955-1-19-25>
4. Zhurkin I. G., Sychev G. G., Kalinkin A. T., RF Patent no. 2457435, *Byull. Izobret.*, no. 21 (2012).
5. Zhurkin I. G., Sychev G. G., Gruzinov V. S., Chaban L. N., *Measurement Techniques*, 2015, vol. 58, pp. 303–308. <https://doi.org/10.1007/s11018-015-0704-4>
6. Mironova T. V., *Optoelectronics, Instrumentation and Data Processing*, 2014, vol. 50, no. 5, pp. 498–504. <https://doi.org/10.3103/S8756699014050082>
7. Osadchiy I. S., Metod subpiksel'nogo izmereniya koordinat izobrazhenij zvezd dlya priborov astroorientacii kosmicheskogo bazirovaniya [Method of subpixel measurement of coordinates of images of stars for space-based astroorientation devices], *Journal of Radio Electronics*, 2015, no. 5, pp. 1–25. (In Russ.)
8. Shcherbinina N. V., Algorithm for of determination subpixel coordinates of point targets, *Scientific bulletin of Belgorod State University. History, Political science, Economics, Information technologies Series*, 2014, no. 1 (172), pp. 88–93. (In Russ.)
9. Mikhailov A. P., Chibunichev A. G., *Fotogrammetriya, Uchebnik dlya vysshej shkoly* [Photogrammetry, Textbook for higher education], Moscow, MIIGAIK Publ., 2016, 294 p. (In Russ.)
10. Maksimov A. I., Sergeyev V. V., *Computer Optics*, 2021, vol. 45, no. 5, pp. 692–701. (In Russ.) <https://doi.org/10.18287/2412-6179-CO-909>
11. Kozlov V. L., Optimizing the scanning window size for the distance measuring from digital images, *Journal of the Belarusian State University, Physics*, 2018, no. 2, pp. 133–140. (In Russ.)

Статья поступила в редакцию 24.05.2021; одобрена после рецензирования 06.07.2021; принята к публикации 13.07.2021.
The article was submitted 24.05.2021; approved after reviewing 06.07.2021; accepted for publication 13.07.2021.

Миниатюрные электронно-оптические камеры для измерения временных характеристик оптических импульсов в нано- и пикосекундном диапазонах

Михаил Викторович Канзюба^{1✉}, Григорий Геннадьевич Фельдман², Виталий Борисович Лебедев³, Вячеслав Семенович Иванов⁴

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

¹mkanzyuba@vniiofi.ru[✉], <https://orcid.org/0000-0002-0975-3944>

²feld@vniiofi.ru, ³vlebedev@vniiofi.ru, ⁴vsivanov@vniiofi.ru

Аннотация. Рассмотрена задача исследования временной структуры оптических импульсов в нано- и пикосекундном диапазонах и измерения временных характеристик импульсов. Для решения этой задачи созданы средства измерений временных характеристик оптических импульсов – миниатюрные электронно-оптические камеры, обладающие пикосекундным временным разрешением. Описаны функциональные возможности и примеры применения указанных камер. Рассмотрены принцип их работы, конструкция, характеристики и функции. Описан технологический процесс изготовления времяанализирующих электронно-оптических преобразователей для данных камер, проводимый на уникальном высоковакуумном технологическом комплексе. Рассмотрены функциональные возможности программного обеспечения для управления процессом съёмки, а также для обработки и анализа изображений, полученных с помощью электронно-оптических камер. Приведены метрологические и основные технические характеристики миниатюрных электронно-оптических камер. С применением миниатюрной пикосекундной электронно-оптической камеры исследована временная структура излучения полупроводникового импульсного лазера, определена форма импульсов и измерена их длительность с оценкой погрешности измерений. Показано, что миниатюрные пикосекундные электронно-оптические камеры являются эффективным инструментом контроля параметров излучения нано- и пикосекундных импульсных лазеров в процессе их разработки, наладки, испытаний и применения. Информация о реальной временной форме лазерных импульсов, полученная с помощью электронно-оптических камер, актуальна для разработчиков импульсных лазеров, а также для специалистов в областях лазерной дальнометрии и спектроскопии.

Ключевые слова: электронно-оптическая камера, электронно-оптический преобразователь, импульсный лазер, длительность импульса, средство измерений, метрология лазерного излучения

Финансирование: работа выполнена с использованием оборудования ЦКП высокоточных измерительных технологий в области фотоники (skr.vniiofi.ru), созданного на базе ФГУП «ВНИИОФИ» при поддержке Минобрнауки России в рамках выполнения соглашения № 05.595.21.0005 (уникальный идентификатор RFMEFI59519X0005).

Для цитирования: Канзюба М. В., Фельдман Г. Г., Лебедев В. Б., Иванов В. С. Миниатюрные электронно-оптические камеры для измерения временных характеристик оптических импульсов в нано- и пикосекундном диапазонах // Измерительная техника. 2021. № 11. С. 24–29. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-11-24-29>

Miniature image converter streak cameras for measurement of temporal characteristics of optical pulses in nano- and picosecond ranges

Mikhail V. Kanzyuba^{1✉}, Grigory G. Feldman², Vitaly B. Lebedev³, Vyacheslav S. Ivanov⁴

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

¹mkanzyuba@vniiofi.ru[✉], <https://orcid.org/0000-0002-0975-3944>

²feld@vniiofi.ru, ³vlebedev@vniiofi.ru, ⁴vsivanov@vniiofi.ru

Abstract. The problem of investigating the temporal structure of optical pulses in nano- and picosecond ranges and measuring their temporal characteristics is considered. In order to solve the problem, measuring instruments of temporal characteristics of optical pulses have been created – the miniature image converter streak cameras having picosecond temporal resolution. The functional capabilities and application examples of the cameras are described. Operating principle, design, features and functions of the created cameras are considered. The technological process of manufacturing of the image converter streak tubes for the image converter streak cameras implemented on the unique high-vacuum technological complex is described. Features of the software used to control the image acquisition process as well as for processing and analysis of the images captured by the image converter streak

cameras, are considered. Metrological and main technical specifications of the miniature image converter streak cameras are given. Using the miniature image converter streak camera, the temporal structure of emission of a semiconductor pulsed laser was investigated, the pulse shape was determined and the pulse duration was measured with error estimation. It is demonstrated that the miniature picosecond image converter streak cameras are effective instruments for emission parameters control of nano- and picosecond pulsed lasers during their development, setup, tests and operation. The information about real temporal shape of laser pulses obtained by means of image converter streak cameras is relevant for designers of pulsed lasers as well as for specialists in laser ranging and spectroscopy.

Keywords: image converter streak camera, image converter streak tube, pulsed laser, pulse duration, measuring instrument, laser radiation metrology

Введение. Высокоскоростное метрологическое оборудование широко применяется в различных областях науки и техники для контроля временных характеристик оптических импульсов [1, 2]. В частности, в импульсной лазерной дальнометрии для повышения точности измерений расстояния необходимо уменьшать длительность зондирующего лазерного импульса [3]. Использование для этого пикосекундных импульсных лазеров, излучающих импульсы длительностью 10^{-12} – 10^{-9} с, вызывает потребность в средствах измерений временных характеристик одиночных оптических импульсов в указанном временном диапазоне.

Динамические характеристики оптических импульсов обычно измеряются устройством, состоящим из осциллографа и быстродействующего фотодиода. Полоса пропускания существующих осциллографов достигает 110 ГГц (Infiniium UXR-Series Oscilloscopes: [Электронный ресурс]. URL: <https://www.keysight.com/ru/ru/assets/7018-06242/data-sheets/5992-3132.pdf>), что соответствует временному разрешению 4 пс. Однако временное разрешение измерительной системы будет больше, поскольку лучшие образцы полупроводниковых фотодиодов для видимого диапазона имеют полосу пропускания порядка 40–50 ГГц (2021 Optoelectronics & Photonics – MACOM: [Электронный ресурс]. URL: https://www.macom.com/files/live/sites/ma/files/pdf/2021%20Opto_031021_r21_final_lr.pdf). Стробоскопические осциллографы, эффективная полоса пропускания которых может превышать 100 ГГц, можно применять только при повторяющемся импульсном сигнале. Альтернативой является использование фотохронографических электронно-оптических камер (ЭОК) [4], пригодных для исследования однократных сигналов и обладающих временным разрешением вплоть до 0,1 пс [5–7].

Принцип работы фотохронографической ЭОК проиллюстрирован рис. 1. Оптическое излучение 1 интенсивностью I , прошедшее через входную щель на фотокатод 2 электронно-оптического преобразователя (ЭОП), преобразуется в поток фотоэлектронов. Этот поток отклоняется (развёртывается) импульсным электрическим полем E в перпендикулярном щели направлении и попадает на люминесцентный экран 5, нанесённый на волоконно-оптическую пластину (ВОП), где преобразуется в световой поток. Развёрнутое по люминесцентному экрану ЭОП изображение 6 входной щели, яркость B которого пропорциональна мгновенной мощности излучения, регистрируется с помощью полупроводникового

матричного фотоприёмника (на рис. 1 не показан). По этому изображению можно определить форму оптических импульсов и измерить их временные характеристики.

Цель настоящего исследования – описание функциональных возможностей созданных во ВНИИОФИ миниатюрных ЭОК, позволяющих исследовать временную структуру оптических импульсов с пикосекундным временным разрешением, и опыта их применения для измерения временных характеристик лазерных импульсов в нано- и пикосекундном диапазонах.

Устройство ЭОК K016. ЭОК K016 разработаны и производятся во ВНИИОФИ на основе специализированного время-анализирующего ЭОП [8]. ЭОК представляет собой миниатюрную моноблочную конструкцию, её основные элементы (со снятыми внешними панелями корпуса и электромагнитными

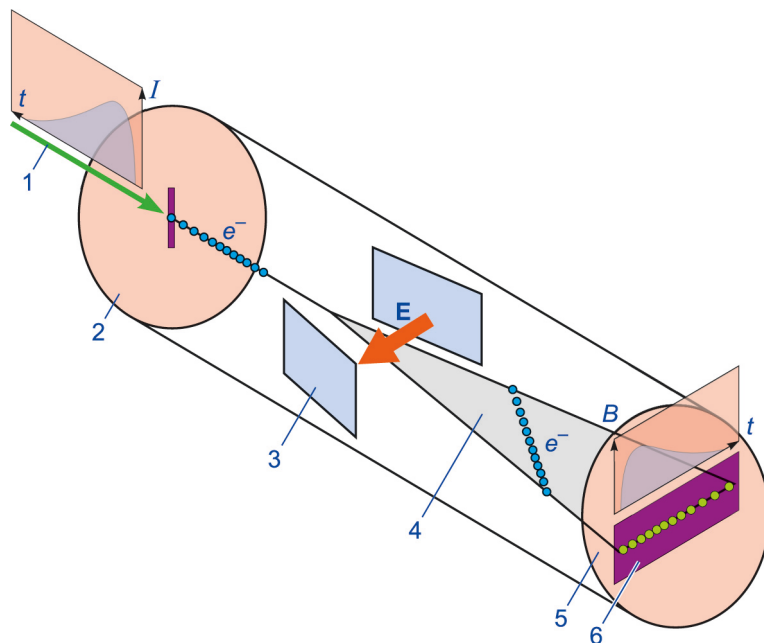


Рис. 1. Принцип работы фотохронографической ЭОК:

1 – входной оптический импульс; 2 – фотокатод; 3 – отклоняющая система конденсаторного типа; 4 – электронный луч; 5 – люминесцентный экран; 6 – изображение развертки оптического импульса; I – интенсивность падающего излучения; B – яркость люминесцентного экрана; t – время; e^- – фотоэлектроны; E – отклоняющее импульсное электрическое поле

Fig. 1. Operating principle of an image converter streak camera: 1 – input optical signal; 2 – photocathode; 3 – capacitor type deflection system; 4 – electron beam; 5 – phosphor screen; 6 – sweep image of the optical signal; I – input radiation intensity; B – phosphor screen brightness; t – time; e^- – photoelectrons; E – deflecting pulsed electric field

экранами) показаны на рис. 2. Блок входной оптики 3 включает пару объективов оборачивающей системы и набор нейтральных светофильтров между ними. В корпусе ЭОК расположены времяанализирующий ЭОП 4 с фотокатодом, отклоняющей системой и люминесцентным экраном на ВОП, электронно-оптический усилитель яркости 5 с ВОП на входе и выходе, считывающее устройство на базе полупроводникового матричного фотоприёмника 6 с ВОП на входе. ВОП позволяет передавать изображение исследуемого процесса через оптический контакт между времяанализирующим ЭОП, усилителем яркости и матричным фотоприёмником. Исключение промежуточных объективов позволяет минимизировать световые потери, существенно уменьшить массогабаритные размеры ЭОК. В блоках силовой и управляющей электроники 7 использована современная элементная база.

Изображение развёртки оптического сигнала регистрируется с помощью считывающего устройства на базе полупроводникового матричного фотоприёмника с волоконно-оптическим входом (Широкоформатное ПЗС считывающее устройство RU-07 с волоконно-оптическим входом и USB интерфейсом: [Электронный ресурс]. URL: <https://bifocompany.com/rus/p-rs-ru07.php.htm>). Для повышения яркости изображения в камере K016 дополнительно установлен электронно-оптический усилитель яркости с микроканальной пластиной, сочленённый волоконной оптикой с времяанализирующим ЭОП и считывающим устройством.

Изготовление и сборка времяанализирующего ЭОП. Для камеры K016 был разработан времяанализирующий ЭОП

ПВ-207, который является усовершенствованной металло-керамической версией ЭОП ПВ-206 (ПВ-206 – электронно-оптический преобразователь: [Электронный ресурс]. URL: <https://bifocompany.com/rus/p-tub-pv206.php.htm>). ЭОП ПВ-207 имеет фотокатод на увиолевом стекле, ускоряющий сеточный электрод вблизи фотокатода, фокусирующий электрод, отклоняющую систему с двумя парами пластин, отклоняющих электронный пучок во взаимно перпендикулярных направлениях, люминесцентный экран на ВОП.

ЭОП ПВ-207 изготовлен во ВНИИОФИ на уникальном высоковакуумном технологическом комплексе (ФГУП ВНИИОФИ: Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений – 31.08.2016 | Первый в России: [Электронный ресурс]. URL: <https://www.vniiofi.ru/news-list/pervyj-v-rossii.html>). Комплекс позволяет исследовать свойства фотоэмиттеров, эмиссионных усилителей тока, электронно-чувствительных матриц и других компонентов вакуумных фотоэлектронных приборов и изготавливать эти компоненты. С его помощью можно изготавливать и собирать высокоскоростные ЭОП с субпикосекундным временным разрешением. На рис. 3 схематически изображён технологический комплекс с местом оператора (расположено за комплексом). Технологический комплекс состоит из нескольких высоковакуумных камер 4, 7–9, вакуумных манипуляторов 3, системы холодной опрессовки 5 внутри высоковакуумного объёма, а также системы управления технологическим процессом, смонтированной в отдельно стоящую стойку 10. Высоковакуумные камеры имеют многоступенчатые системы откачки и соединены последовательно через вакуумные затворы 6.

Технологический процесс изготовления и сборки ЭОП происходит следующим образом. Подложка фотокатода размещается в контейнере и напаяется на откачной пост, в котором отдельно от остального конструктива ЭОП изготавливается фотокатод и оценивается его качество. Затем конструктив ЭОП без фотокатода располагается внутри технологического комплекса в специальной оснастке, находящейся в камере холодной опрессовки 4. Контейнер с фотокатодом помещается в вакуумную камеру 9. После прогрева и откачки всего комплекса контейнер с фотокатодом перемещается в вакуумную камеру 8, где вскрывается с помощью вакуумного манипулятора 3. После вскрытия контейнера подложка с фотокатодом перемещается в камеру холодной опрессовки, устанавливается напротив конструктива ЭОП и запрессовывается в специальное место этого конструктива. Управление и контроль технологическим процессом осуществляется оператором через стойку управления 10.

Программное обеспечение. Регистрируемое многоэлементным фотоприёмником изображение по интерфейсу USB вводится в компьютер с программным обеспечением Fast Glance. Основными функциями Fast Glance являются вывод на дисплей и обработка изображений, полученных с помощью ЭОК, а также измерение временных характеристик оптических импульсов в соответствии с ГОСТ Р ИСО 11554-2008

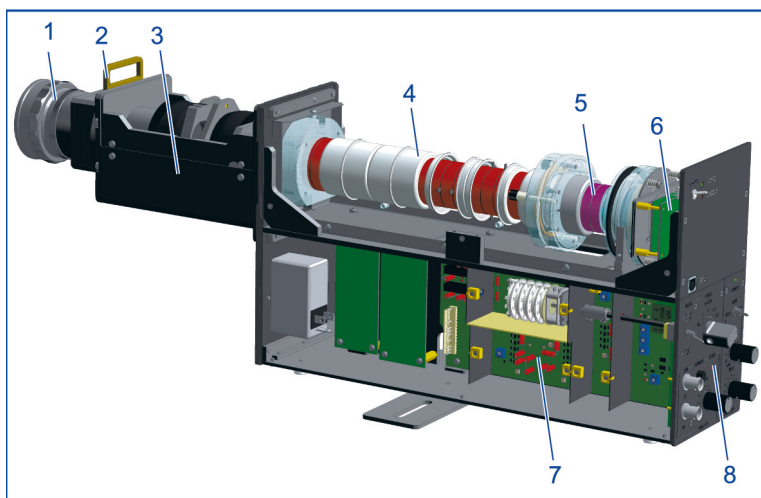


Рис. 2. Основные элементы конструкции ЭОК K016:

1 – входной объектив; 2 – сменная входная щель; 3 – блок входной оптики, включающий пару объективов оборачивающей системы и набор нейтральных светофильтров между ними; 4 – времяанализирующий ЭОП ПВ-207; 5 – электронно-оптический усилитель яркости; 6 – полупроводниковый матричный фотоприёмник; 7 – блоки силовой и управляющей электроники; 8 – элементы управления ЭОК

Fig. 2. Main structural elements of the K016 image converter streak camera: 1 – input objective; 2 – removable input slit; 3 – input optics unit, including the pair of objectives of the inverting system and the set of neutral density filters between them; 4 – PV-207 image converter streak tube; 5 – image intensifier; 6 – semiconductor image sensor; 7 – power and control electronics units; 8 – streak camera controls

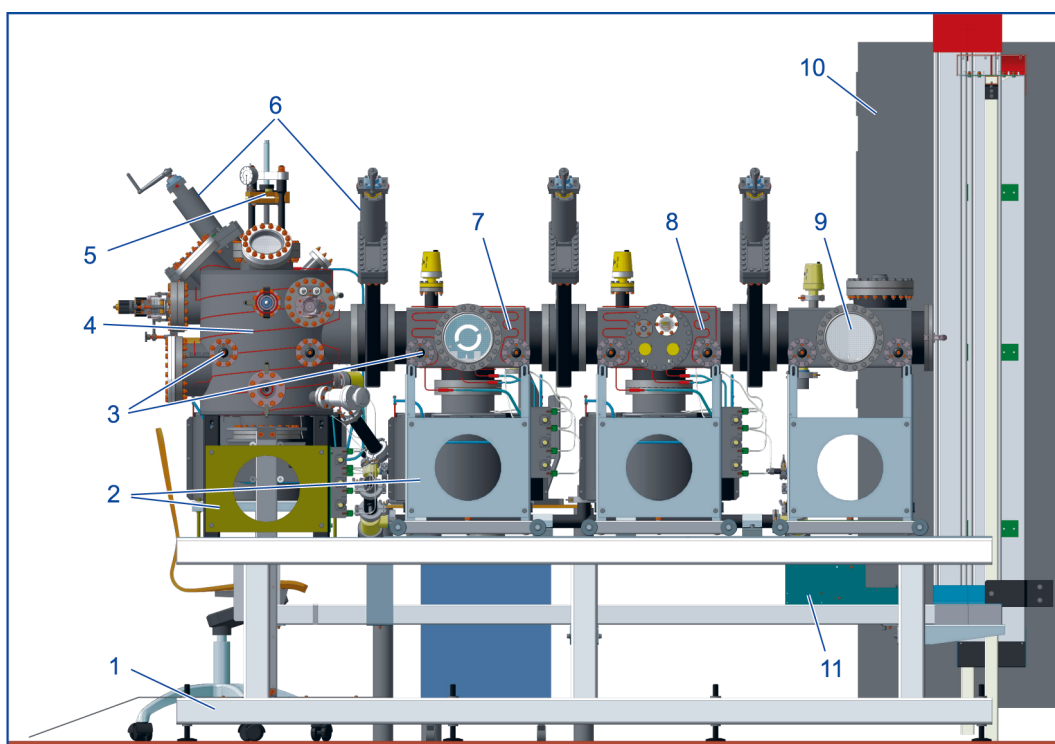


Рис. 3. Высоковакуумный технологический комплекс со стойкой управления и местом оператора: 1 – рама; 2 – регулируемые опоры; 3 – вакуумные манипуляторы; 4 – камера холодной опрессовки; 5 – система холодной опрессовки; 6 – вакуумные затворы; 7–9 – камеры соответственно передачи, вскрытия, и загрузки контейнеров; 10 – стойка управления; 11 – система пневмопитания

Fig. 3. The ultrahigh vacuum technological complex with the control rack and operator's workplace: 1 – frame; 2 – adjustable supports; 3 – vacuum manipulators; 4 – cold pressing chamber; 5 – cold pressing system; 6 – vacuum seals; 7–9 – container transfer, opening and loading chambers, accordingly; 10 – control rack; 11 – pneumatic supply system

«Лазеры и лазерные установки (системы). Методы испытаний лазеров и измерений мощности, энергии и временных характеристик лазерного пучка» (ISO 11554:2006 "Optics and photonics – Lasers and laser-related equipment – Test methods for laser beam power, energy and temporal characteristics"). Программа Fast Glance корректирует геометрические и фотометрические искажения изображения, возникающие в электронно-оптическом тракте камеры. Поддерживается съёмка с накоплением и усреднением, при этом возможна программная коррекция джиттера. Также можно выполнять арифметические операции с изображениями, определять различные числовые характеристики изображения, строить профили яркости вдоль пространственной и временной осей и измерять интервалы между курсорами, измерять временные характеристики одного или нескольких импульсов. Изображения на дисплее компьютера могут быть представлены в нескольких вариантах псевдоокрашивания, что увеличивает число визуально различимых уровней яркости. Функция экспорта изображения в графический формат TIFF позволяет при необходимости применять сторонние средства обработки изображений.

Характеристики ЭОК K016. ЭОК K016 прошла испытания с целью утверждения типа средств измерений (регистрационный № 71686-18) и зарегистрирована в качестве средства измерений временных характеристик оптических импульсов [9].

Основные технические характеристики ЭОК K016

Максимальная частота запуска камеры, не менее	8 Гц
Габаритные размеры* (высота×ширина×длина), не более	225×115×610 мм
Масса*, не более.....	10 кг
Напряжение питания от сети с частотой 50–60 Гц.....	85–264 В
Мощность, потребляемая от питающей сети, не более.....	35 Вт
Условия эксплуатации:	
температура окружающего воздуха.....	15–35 °C
относительная влажность воздуха, не более.....	80 %
атмосферное давление	94–106 кПа

*Указаны без учёта входного объектива

Более подробно технические характеристики ЭОК представлены на веб-странице (Пикосекундная электронно-оптическая камера K016: [Электронный ресурс]. URL: <https://bifocompany.com/rus/p-cam-k016.php.htm>).

ЭОК K016 обладает пикосекундным временным разрешением и способна выявлять тонкую временную структуру лазерного импульса. Эту структуру невозможно обнаружить при осциллографических измерениях из-за недостаточной ширины полосы пропускания осциллографа или фотодиода, используемого для преобразования оптического сигнала

в электрический [10]. Метрологические характеристики ЭОК K016 приведены в таблице.

Применение ЭОК K016 для измерения временных характеристик лазерных импульсов. Для иллюстрации возможностей ЭОК K016 на рис. 4 показана зарегистрированная с помощью камеры этого типа форма импульса пикосекундного полупроводникового лазерного излучателя L-04 (Пикосекундный лазерный генератор оптических импульсов L-04: [Электронный ресурс]. URL: <https://bifocompany.com/rus/p-light-L04.php.htm>), работающего в режиме модуляции усиления (англ. gain switching). Длительность импульса по уровню 0,5 максимума интенсивности, измеренная в соответствии

с ГОСТ Р ИСО 11554-2008 (ISO 11554:2006), составляет 34,9 пс. Нормированный предел погрешности измерения составляет $\pm 15\%$ (см. таблицу). Таким образом, результат измерения длительности импульса в данном примере (35 ± 5) пс. Измеренная длительность импульса по уровню 0,1 максимума интенсивности составила 420 пс.

Применению ЭОК K016 для измерения временных параметров импульсов излучения нано- и пикосекундных твердотельных лазеров посвящены публикации [10, 11].

Заключение. Рассмотренные характеристики ЭОК K016 и примеры применения позволяют сделать вывод, что подобные миниатюрные пикосекундные ЭОК являются эф-

фективным инструментом для контроля параметров излучения нано- и пикосекундных импульсных лазеров в процессе их разработки, наладки, испытаний и применения. Эти ЭОК можно использовать при контроле режима излучения лазера (одно- или многоимпульсный), а также при измерениях параметров лазерных импульсов (длительности, временного интервала между импульсами, соотношения интенсивностей импульсов в цуге).

Метрологические характеристики ЭОК K016

Характеристика	Диапазон развёртки, нс/см				
	0,1	0,3	1,0	3,0	10,0
Предел измерения временных интервалов, нс, не менее	0,16	0,50	1,70	5,00	18,00
Временное разрешение при ширине щели 50 мкм на длине волны 532 нм, пс, не более	5	7	17	50	150
Предел основной погрешности измерения временных интервалов при их длительности не менее двух временных разрешений на соответствующем диапазоне развёртки, %	± 15				
Область спектральной чувствительности, нм	400–800				

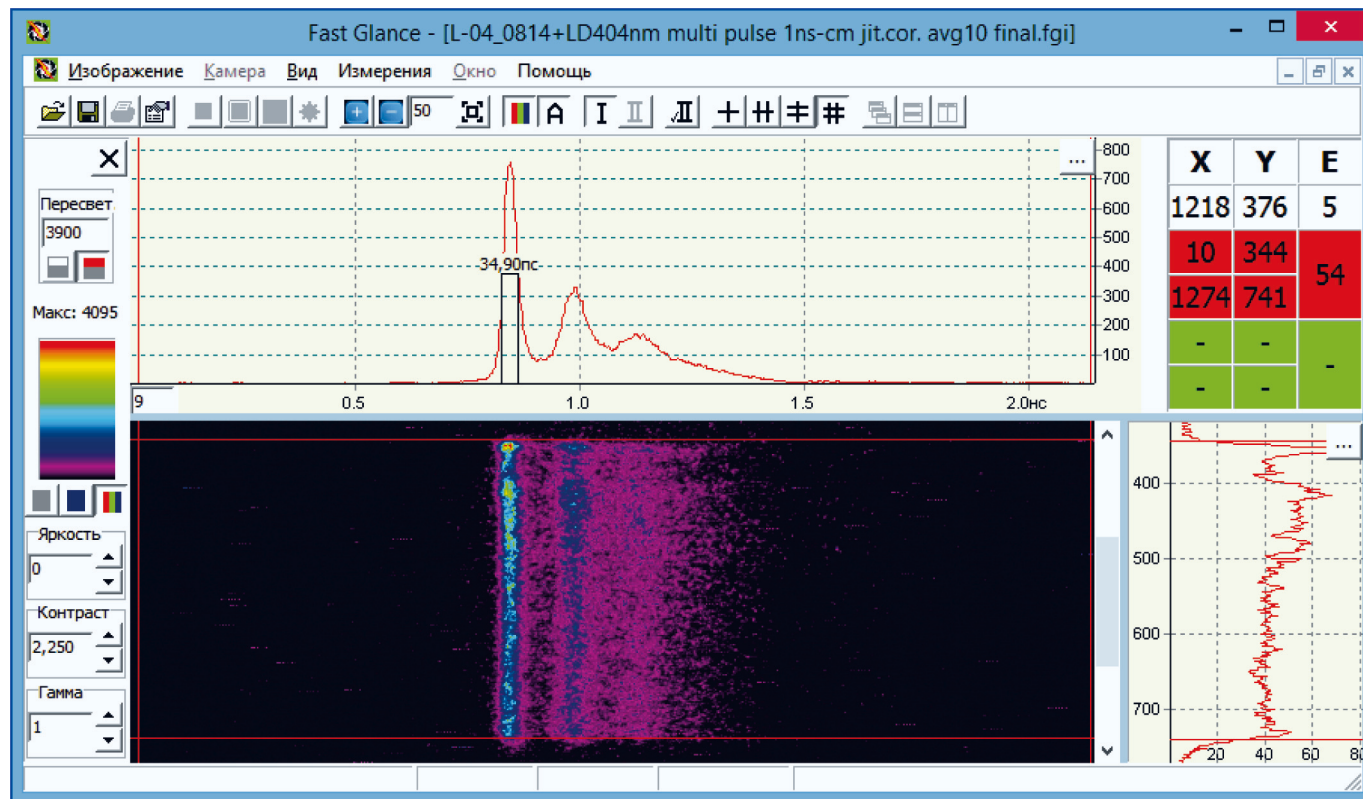


Рис. 4. Рабочее окно программы Fast Glance с изображением импульса пикосекундного полупроводникового лазерного излучателя L-04, зарегистрированного с помощью ЭОК K016, и полученной в результате анализа изображения формой импульса; диапазон и длительность развёртки ЭОК 1 нс/см и 2,12 нс соответственно

Fig. 4. Main window of the Fast Glance software showing the image of the pulse of the L-04 picosecond semiconductor laser, captured with the K016 image converter streak camera, and the pulse shape obtained as a result of the image analysis; sweep range and sweep duration are 1 ns/cm and 2.12 ns, accordingly

Кроме того, в импульсной лазерной спектроскопии существенное влияние на результат оказывают сверхкороткие пики внутри лазерных импульсов, что может приводить к нежелательным эффектам вследствие значительного превышения плотности энергии лазерных импульсов. Поэтому информация о реальной форме лазерных импульсов, полученная с помощью ЭОК, важна не только при разработке, но и при использовании нано- и пикосекундных лазеров.

Список источников

1. Андреев А. Н., Дубовик А. С., Дежурова В. П., Монастырский М. А., Щелев М. Я. Высокоскоростная фотография и фотоника в исследовании быстропротекающих процессов: учебное пособие для студентов вузов / Под ред. А. М. Прохорова. М.: Логос, 2002. 464 с.
2. Щелев М. Я. Пикосекундная электронно-оптическая диагностика в лазерных исследованиях // Труды ФИАН. 1985. Т. 155. С. 3–145.
3. Бокшанский В. Б., Бондаренко Д. А., Вязовых М. В. Лазерные приборы и методы измерения дальности: учеб. пособие / Под ред. В. Е. Карасика. Москва: Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2012. 96 с.
4. Завойский Е. К., Фанченко С. Д. Физические основы электронно-оптической хронографии // Доклады АН СССР. 1956. Т. 108. № 2. С. 218–221.
5. Degtyareva V. P., Belolipetski V. S., Bryukhnevich G. I., Ivanova S. R., Levina G. P., Makushina V. A., Polikarkina N. D., Semichastnova Z. M., Schelev M. Ya., *Proceedings of SPIE*, 2003, vol. 4948, pp. 281–290. <https://doi.org/10.1117/12.516876>
6. Ageeva N. V., Andreev S. V., Degtyareva V. P., Greenfield D. E., Ivanova S. R., Kaverin A. M., Kulechenkova T. P., Levina G. P., Makushina V. A., Monastyrskiy M. A., Polikarkina N. D., Schelev M. Ya., Semichastnova Z. M., Skaballanovich T. A., Sokolov V. E., *Proceedings of SPIE*, 2009, vol. 7126, 71261B. <https://doi.org/10.1117/12.821666>
7. Kinoshita K., Ishihara Y., Ai T., Hino S., Inagaki Y., Mori K., Goto M., Niikura F., Takahashi A., Uchiyama K., Abe S., *Proceedings of the 31st International Congress on High-Speed Imaging and Photonics*, Osaka, Japan, November 7–10, 2016, Osaka, Osaka University, 2016, pp. 305–310.
8. Lebedev V. B., Demchenko A. A., Krutikov V. N., Feldman G. G., *Proceedings of the 31st International Congress on High-Speed Imaging and Photonics*, Osaka, Japan, November 7–10, 2016, Osaka, Osaka University, 2016, pp. 271–276.
9. Канзюба М. В. Метрологическое обеспечение измерений временных характеристик импульсного лазерного излучения в пикосекундном диапазоне // Фотоника. 2019. № 7. С. 670–675. <https://doi.org/10.22184/1992-7296.FRos.2019.13.7.670.675>
10. Kanzyuba M. V., Lebedev V. B., Feldman G. G., *Proceedings of International Conference Laser Optics 2020 (ICLO 2020)*, St. Petersburg, Russia, November 2–6, 2020, New York, IEEE, 2020, p. 185. <https://doi.org/10.1109/ICLO48556.2020.9285478>

11. Kanzyuba M. V., Lebedev V. B., Feldman G. G. *Pulsed Lasers and Laser Applications (AMPL-2021): Abstracts of XV International Conference*, Tomsk, Russia, September 12–17, 2021, Tomsk, STT, 2021, p. 87.

References

1. Andreev A. N., Dubovik A. S., Degtyareva V. P., Monastyrskiy M. A., Schelev M. Ya. *Vysokoskorostnaya fotografiya i fotonika v issledovanii bystroprotekayushchikh protsessov: uchebnoe posobie dlya studentov vuzov* [High-speed photography and photonics in fast processes research: Textbook for university students], ed. A. M. Prokhorov, Moscow, Logos Publ., 2002, 464 p. (In Russ.)
2. Schelev M. Ya., Picosecond electron-optical diagnostics in laser research, *Trudy FIAN*, 1985, vol. 155, pp. 3–145. (In Russ.)
3. Bokshanskii V. B., Bondarenko D. A., Vyazovych M. V., *Lazernye pribory i metody izmereniya dal'nosti: ucheb. posobie* [Laser devices and methods of measuring distance: Textbook], ed. V. E. Karasik, Moscow, Bauman MSTU Publ., 2012, 96 p. (In Russ.)
4. Zavoisky E. K., Fanchenko S. D., Physical principles of electron-optical chronography, *Dokl. Akad. Nauk SSSR*, 1956, vol. 108, no. 2, pp. 218–221. (In Russ.)
5. Degtyareva V. P., Belolipetski V. S., Bryukhnevich G. I., Ivanova S. R., Levina G. P., Makushina V. A., Polikarkina N. D., Semichastnova Z. M., Schelev M. Ya., *Proceedings of SPIE*, 2003, vol. 4948, pp. 281–290. <https://doi.org/10.1117/12.516876>
6. Ageeva N. V., Andreev S. V., Degtyareva V. P., Greenfield D. E., Ivanova S. R., Kaverin A. M., Kulechenkova T. P., Levina G. P., Makushina V. A., Monastyrskiy M. A., Polikarkina N. D., Schelev M. Ya., Semichastnova Z. M., Skaballanovich T. A., Sokolov V. E., *Proceedings of SPIE*, 2009, vol. 7126, 71261B. <https://doi.org/10.1117/12.821666>
7. Kinoshita K., Ishihara Y., Ai T., Hino S., Inagaki Y., Mori K., Goto M., Niikura F., Takahashi A., Uchiyama K., Abe S., *Proceedings of the 31st International Congress on High-Speed Imaging and Photonics*, Osaka, Japan, November 7–10, 2016, Osaka, Osaka University, 2016, pp. 305–310.
8. Lebedev V. B., Demchenko A. A., Krutikov V. N., Feldman G. G., *Proceedings of the 31st International Congress on High-Speed Imaging and Photonics*, Osaka, Japan, November 7–10, 2016, Osaka, Osaka University, 2016, pp. 271–276.
9. Kanzyuba M. V., *Photonics Russia*, 2019, vol. 13, no. 7, pp. 670–675. (In Russ.) <https://doi.org/10.22184/1992-7296.FRos.2019.13.7.670.675>
10. Kanzyuba M. V., Lebedev V. B., Feldman G. G., *Proceedings of International Conference Laser Optics 2020 (ICLO 2020)*, St. Petersburg, Russia, November 2–6, 2020, New York, IEEE, 2020, p. 185. <https://doi.org/10.1109/ICLO48556.2020.9285478>
11. Kanzyuba M. V., Lebedev V. B., Feldman G. G., *Pulsed Lasers and Laser Applications (AMPL-2021): Abstracts of XV International Conference*, Tomsk, Russia, September 12–17, 2021, Tomsk, STT, 2021, p. 87.

Статья поступила в редакцию 30.08.2021; одобрена после рецензирования 05.09.2021; принята к публикации 12.09.2021.
The article was submitted 30.08.2021; approved after reviewing 05.09.2021; accepted for publication 12.09.2021.

Метод измерения расхода теплоносителя в системах контроля работы ядерных реакторов

Роман Вадимович Давыдов¹, Ирэна Михайловна Гуреева², Вадим Владимирович Давыдов³✉

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

³ Всероссийский научно-исследовательский институт фитопатологии, Большие Вязёмы, Московская область, Россия, davydov_vadim66@mail.ru ✉, <https://orcid.org/0000-0003-1958-4221>

¹ davydovroman@outlook.com, <https://orcid.org/0000-0001-8353-6553>

² irena-gureeva@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9530-4805>

Аннотация. Рассмотрена проблема обеспечения погрешности не более 1% при контроле расхода теплоносителя, протекающего в трубопроводе первого контура реактора атомных электростанций. Предложен метод измерения расхода теплоносителя на основе регистрации γ -излучения в процессе изменения кислородной активности теплоносителя. Создана измерительная конструкция для регистрации всплесков γ -излучения, содержащая датчики на основе оптического волокна, и описаны способы её размещения на трубопроводе. Для реализации предложенного метода разработан оптический расходомер для контроля расхода теплоносителя в трубопроводе при ламинарном и турбулентном режимах течения и различной температуре. Установлено оптимальное значение легирования сердцевины оптического волокна оксидом германия для измерений расхода теплоносителя при различной интенсивности кислородной активности. Предложен способ восстановления прозрачности оптического волокна при измерениях расхода теплоносителя под действием γ -излучения. Подробно рассмотрена методика измерения расхода теплоносителя и отмечены особенности её реализации. Представлены результаты исследования оптического расходомера на экспериментальном стенде.

Ключевые слова: оптический расходомер, теплоноситель, система контроля, ядерный реактор, кислородная активность, γ -излучение, лазерное излучение, оптическое волокно, расход, погрешность измерения

Для цитирования: Давыдов Р. В., Гуреева И. М., Давыдов В. В. Метод измерения расхода теплоносителя в системах контроля работы ядерных реакторов // Измерительная техника. 2021. № 11. С. 30–37. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-11-30-37>

Method of coolant expenditure measuring in work control system of nuclear reactor

Roman V. Davydov¹, Irena M. Gureeva², Vadim V. Davydov³✉

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

³ All Russian Research Institute of Phytopathology, B. Vyazemy, Moscow Region, Russia, davydov_vadim66@mail.ru ✉, <https://orcid.org/0000-0003-1958-4221>

¹ davydovroman@outlook.com, <https://orcid.org/0000-0001-8353-6553>

² irena-gureeva@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9530-4805>

Abstract. The article discusses a design of an optical flow meter for monitoring the flow rate of a coolant in a pipeline, both in laminar and turbulent flow regimes at different temperatures. A method for measuring the flow rate of the coolant based on the registration of γ -radiation from changes in its oxygen activity has been developed. The design of sensors for recording oxygen activity based on optical fiber and a method for their placement on the pipeline are proposed. The optimal value of doping the core of an optical fiber with germanium oxide for measuring the flow rate of the coolant q at various intensities of oxygen activity in it has been established. A method is proposed for restoring the transparency of an optical fiber when measuring q in the presence of γ -radiation. The technique for measuring q is considered in detail and the features of its implementation are noted. The results of investigating the operation of an optical flow meter on an experimental stand are presented.

Keywords: optical flowmeter, coolant, control system, nuclear reactor, oxygen activity, γ -radiation, laser radiation, optical fiber, expenditure, measurement error

Введение. Развитие промышленности, увеличение населения и многое другое постоянно требует для решения различных задач всё больше и больше электрической энергии. Атомные электростанции (АЭС) являются одним

из основных источников энергии необходимой мощности для различных отраслей промышленности, при оказании услуг населению и другим потребителям в любое время суток [1–3]. Традиционные источники электрической энергии

(гидро-, теплоэлектростанции) или исчерпали большинство возможностей по увеличению мощностей, или очень сильно зависят от цен на топливо (уголь, газ, продукты переработки нефти) и стабильности его поставок. Запасы топлива на Земле сокращаются, а применение возобновляемых источников энергии в силу различных причин [4] не гарантирует поставки электрической энергии большой мощности в любое время суток для функционирования всех систем в крупных городах и на промышленных предприятиях [5]. Поэтому, несмотря на высокую степень опасности при работе АЭС, атомная энергетика бурно развивается (разрабатываются и вводятся в эксплуатацию новые модели ядерных реакторов, модернизируется оборудование АЭС и пр.). Повышаются требования к системам безопасности эксплуатации АЭС. Для практической реализации указанных требований необходимо разрабатывать новые методы измерения и приборы, а также модернизировать действующие системы контроля на работающих АЭС.

Одной из наиболее сложных задач при эксплуатации АЭС является контроль с погрешностью не более 1 % расхода q теплоносителя, протекающего в трубопроводе в первом контуре реактора [1, 6–8]. В реакторах нового поколения ВВЭР-1000 и ВВЭР-1200, введённых в эксплуатацию на ряде АЭС (Воронежской, Калининской и др.) или в перспективных проектах, например Брест-300, или в реакторах с теплоносителем на основе солевого расплава [9, 10] от значения q зависит коэффициент теплопередачи k (критерий Нуссельта) во втором контуре реактора, отвод тепла от стержней реактора и много других параметров. Поэтому обеспечение значения q в заданном диапазоне изменения является одной из важных задач при эксплуатации АЭС, а также ядерных реакторов на морских подвижных объектах.

В работах [3, 6–8, 11–13] подробно рассмотрены проблемы, которые возникают при измерениях расхода различных теплоносителей механическими и электромагнитными расходомерами. Эти проблемы связаны с высокой химической активностью, температурой и скоростью протекания теплоносителя (например, в реакторе Брест-300 максимальная температура теплоносителя 650 °С, расход $q \approx 0,08 \text{ м}^3/\text{с}$). Поэтому разработки расходомеров, работающих на других физических принципах, являются актуальными. Особое место среди них занимают приборы, в которых полностью исключён контакт измерительных элементов с потоком теплоносителя – ядерно-магнитные, магнитные и оптические расходомеры [3, 6–8, 11, 12, 14]. На АЭС с реакторами ВВЭР-1000, ВВЭР-1200, а также с реакторами, теплоноситель которых основан на солевом расплаве, возникают проблемы с применением ядерно-магнитных и магнитных расходомеров по причине большого (вместе с термоизоляцией более 1 м) внешнего диаметра трубопровода. В таком объёме сложно реализовать однородное магнитное поле для регистрации сигналов ядерного магнитного резонанса от текущей среды с высоким отношением сигнал/шум в диапазоне изменения расхода минимум на порядок значений (минимальный диапазон измерения расходомера).

Цель настоящей работы – разработка оптического расходомера, реализующего метод измерения расхода теплоносителя

в трубопроводе различного диаметра в первом контуре реактора АЭС. Метод основан на регистрации γ -излучения в процессе изменения кислородной активности теплоносителя.

Метод измерения расхода теплоносителя с использованием γ -излучения. Проведённые различными учёными исследования показали, что под действием γ -излучения оптическое волокно темнеет – увеличиваются радиационно-наведённые потери [15, 16]. Для измерения коэффициента радиационно-наведённых потерь α_s используется классическая формула [15–17]:

$$\alpha_s = -10 \lg(P_{\text{вых}}/P_{\text{вх}})l^{-1}, \quad (1)$$

где $P_{\text{вых}}$, $P_{\text{вх}}$ – мощности лазерного излучения соответственно на выходе из оптического волокна и входе в него; l – длина оптического волокна.

Эффект увеличения коэффициента потерь α_s основан на образовании электронно-дырочных пар. Электрон занимает место кислорода в циклической пространственной структуре. Свободные носители заряда имеют высокую подвижность. Если экспозиционная доза облучения невысока, то число образовавшихся E' -центров (образований в кристаллической структуре сердцевинки оптического волокна, на которых происходит рассеяние лазерного излучения) невелико, и волокно темнеет слабо, т. е. достаточно долго сохраняется основное оптическое свойство волокна – прозрачность. С увеличением дозы облучения увеличиваются число образующихся E' -центров и скорость потемнения волокна. На рис. 1 представлены зависимости мощности лазерного излучения $P_{\text{вых}}$ на выходе из оптического волокна от времени t при воздействии γ -излучения (импульс длительностью 2 с,

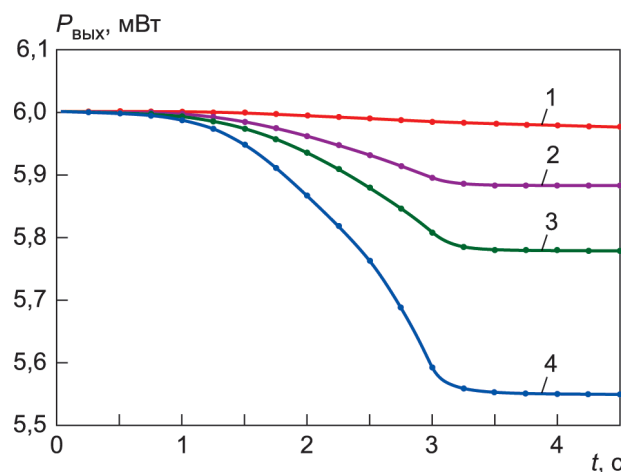


Рис. 1. Временные зависимости выходной мощности $P_{\text{вых}}$ лазерного излучения оптического модуля с длиной волны 1550 нм при $T = 294,2 \text{ К}$ для одномодового оптического волокна с сердцевинами из чистого кварца SiO_2 (1) и сплава $\text{SiO}_2\text{--GeO}_2$ при легировании 1,5; 4,0 и 15,0 % (2–4 соответственно)

Fig. 1. The dependence of the change in the laser radiation power P_{out} on time t at a wavelength of $\lambda = 1550 \text{ nm}$ for a single-mode fiber at $T = 294,2 \text{ K}$. Graphs 1–4 correspond to different types of optical fiber core: pure silica SiO_2 ; $\text{SiO}_2\text{--GeO}_2$ (alloying 1.5 %); $\text{SiO}_2\text{--GeO}_2$ (alloying 4 %), $\text{SiO}_2\text{--GeO}_2$ (alloying 15 %)

экспозиционная доза облучения 100 Гр) для волокна с различными типами сердцевин. В соответствии с рис. 1 волокно с сердцевиной из чистого кварца менее чувствительно к воздействию γ -излучения. С увеличением степени легирования сердцевин оптического волокна увеличиваются потери α_s и крутизна их нарастания.

После прекращения действия γ -излучения структура волокна со временем восстанавливается. Время, за которое происходит уменьшение концентрации E' -центров в e раз, является временем релаксации. Процессы восстановления прозрачности после воздействия γ -излучения в оптическом волокне протекают крайне медленно и длительность полного восстановления оптических свойств волокна может быть более 10^7 с.

Согласно исследованиям использование дополнительно лазерного излучения может существенно ускорить процесс релаксации E' -центров в оптическом волокне [17, 18]. На рис. 2 показан процесс управления релаксационными процессами E' -центров в оптическом волокне после прекращения мощного импульсного γ -излучения при сохранении радиоактивного фона. Полученные в настоящей работе результаты подтвердили предположение, о том, что с увеличением степени легирования оптического волокна увеличивается скорость релаксации E' -центров под действием вынужденного лазерного излучения. Поэтому в разработанной конструкции оптического расходомера применены специально изготовленные волокна с сердцевиной из материала $\text{SiO}_2\text{--GeO}_2$ (легирование оксидом германия 15 % или более) и реализован метод управления коэффициентом потерь α_s [17, 18].

Одной из особенностей работы указанных выше моделей ядерных реакторов является кислородная активность

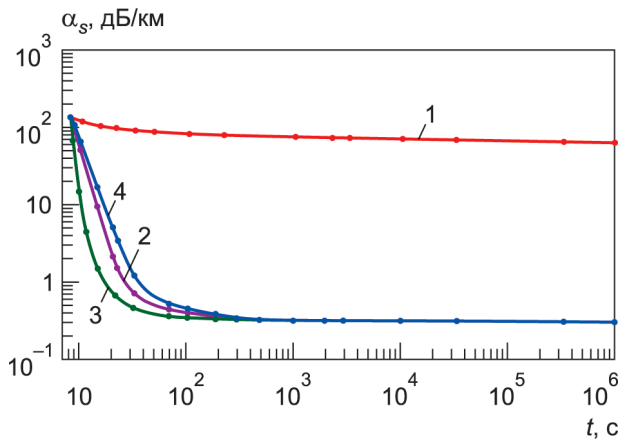


Рис. 2. Временные зависимости коэффициента радиационно-наведённых потерь α_s в одномодовом оптическом волокне с сердцевиной из сплава $\text{SiO}_2\text{--GeO}_2$ (легирование 1,5 %) на длине волны $\lambda_n=1550$ нм при $T=294,2$ К и различной мощности лазерного излучения с длиной волны $\lambda_n=1310$ нм: импульсное излучение мощностью 0; 200; 400 мВт – 1–3 соответственно; постоянное излучение мощностью 100 мВт – 4

Fig. 2. The dependence of the change in losses α_s on time t at a wavelength $\lambda=1550$ nm for a single-mode fiber core $\text{SiO}_2\text{--GeO}_2$ (doping 1.5 %) at $T=294.2$ K. Graphs 1–3 correspond to different power of pulsed laser radiation with $\lambda=1310$ nm in mW: 0; 200; 400. Graph 4 – constant level of laser radiation with a power of 100 mW

$^{16}\text{O}(n, p)^{16}\text{N}$ теплоносителя, протекающего в трубопроводе первого контура реактора. Кислородная активность повышается только при работе реактора на высоких энергетических уровнях мощности и снижается практически сразу после прекращения цепной реакции. Специалисты по эксплуатации ядерных реакторов знают об этой активности [9, 13, 19], но не контролируют её (поскольку не применяют это знание на практике), а контролируют только содержание изотопов ^{131}I , характеризующее отравление зоны реактора ксеноном.

При протекании по трубопроводу теплоносителя с кислородной активностью к естественному фону радиоактивного излучения добавляются дополнительные γ -кванты, обусловленные распадом ядер ^{16}N . Данная добавка к экспозиционной дозе облучения, действующей на оптическое волокно, носит импульсный характер и появляется в определённой зоне трубопровода. Это связано с неравномерностью распределения в теплоносителе нейтронов с энергией более 9 МэВ, которые при взаимодействии с ядрами кислорода, входящими в состав теплоносителя, образуют ядра ^{16}N в результате реакции (n, p) . Максимальный временной интервал между появлениями всплесков γ -излучения в этой зоне трубопровода составляет менее 200 с. Одна часть этих всплесков имеет малую экспозиционную дозу облучения, поэтому их невозможно зарегистрировать на установившемся радиационном фоне с использованием оптического волокна, несмотря на то, что оптическое волокно находится под действием высокой температуры T и в нём очень высокая скорость образования и разрушения E' -центров. Другая часть всплесков γ -квантов в области размещения катушек оптического волокна будет резко увеличивать количество E' -центров, при этом потери α_s увеличиваются, мощность $P_{\text{вых}}$ уменьшается. Если на трубопроводе расположить катушку с оптическим волокном, то увеличится площадь воздействия γ -квантов, а мощность $P_{\text{вых}}$ более резко уменьшится. Если на трубопроводе на расстоянии L друг от друга по течению теплоносителя разместить две разделённые защитными экранами катушки с оптическим волокном, то выходная мощность во второй катушке начнёт уменьшаться через некоторое время Δt . Время Δt соответствует времени протекания сегмента теплоносителя с кислородной активностью по трубопроводу от первой катушки до второй. При одинаковом граничном значении спада $P_{\text{вых}}$ и одним источником лазерного излучения с одинаковой мощностью для обеих катушек можно с помощью схем сравнения определить Δt . С учётом времени Δt можно найти расход теплоносителя по формуле

$$q = \frac{\pi d^2}{4} \frac{L}{\Delta t}, \quad (2)$$

где d – внутренний диаметр трубопровода.

После измерения Δt потери α_s восстанавливают до первоначального значения (до появления в зоне катушек всплесков γ -излучения с высокой экспозиционной дозой облучения от протекающего теплоносителя) методом управления скоростью релаксации E' -центров в оптическом волокне [17, 18]. Затем можно опять измерять q (если не будут

восстановлены оптические свойства волокна, то измерять q невозможно).

Конструкция оптического расходомера и особенности измерений расхода теплоносителя. Для реализации предложенного метода измерения q теплоносителя на основе регистрации γ -излучения разработан оптический расходомер (рис. 3). При создании расходомера учтены результаты анализа конструкций приборов и систем для измерений расходов жидких металлов и расплавов при высоких температурах [3, 6–8, 11–14, 20–22]. Теплоноситель протекает по трубопроводу 1. Данные трубопроводы для ядерных реакторов изготавливают из сплава углеродной стали со специальными добавками. Процесс коррозии внутри такого трубопровода начинается не ранее чем через 20–25 лет (и даже позднее) при сроке эксплуатации реактора 50–60 лет. Поэтому погрешность измерения расхода на протяжении более половины цикла эксплуатации реактора не будет зависеть от коррозии внутри трубопровода.

Катушки 2, 3 с оптическим волокном размещены поверх слоя теплоизоляции трубопровода, что позволяет полностью исключить контакт измерительных элементов (оптическое волокно) расходомера с теплоносителем и стенками трубопровода, а также обеспечить эксплуатацию оптического волокна при температуре порядка 300–350 °С или ниже. Таких оптических волокон в настоящее время выпускается очень много. Максимальная температура эксплуатации современного оптического волокна, при которой сохраняются его функциональные возможности составляет порядка 850 °С. Поэтому температурная деградация оптического волокна будет медленной, одинаковой для обеих катушек и существенно не повлияет на результаты измерения Δt .

Предложенная схема размещения катушек предусматривает два возможных варианта – расстояние L фиксируется или может варьироваться, для этого необходимо использовать полимерные каркасы, устойчивые к высоким температурам, которые легко перемещаются вдоль трубопровода поверх слоя термоизоляции. Это позволяет расширить возможности расходомера при измерении q . Изменение расстояния L крайне сложно и не всегда целесообразно при эксплуатации АЭС, но крайне важно при исследовании режимов работы экспериментальной модели реактора, так как в ряде случаев расход теплоносителя необходимо варьировать в большом диапазоне.

От передающего оптического модуля 20 непрерывное излучение (длина волны $\lambda_n = 1550$ нм, регулируемая мощность излучения 0,1–10 мВт) через оптический делитель 9 ($N=2$) поступает на входы мультиплексоров 10, 11. На другие входы этих мультиплексоров в определённые моменты времени подаётся импульсное лазерное излучение (длина волны $\lambda_n = 1310$ нм, регулируемая мощность излучения 10–500 мВт) полупроводникового лазера 15 с импульсным драйвером питания 16. Выходы мультиплексоров 10, 11 подключены к катушкам оптического волокна 2, 3 соответственно, откуда лазерные лучи с длинами волн λ_n , λ_n поступают на выходы мультиплексоров 7, 6. Входы этих мультиплексоров подключены соответственно к входам измерителей мощности

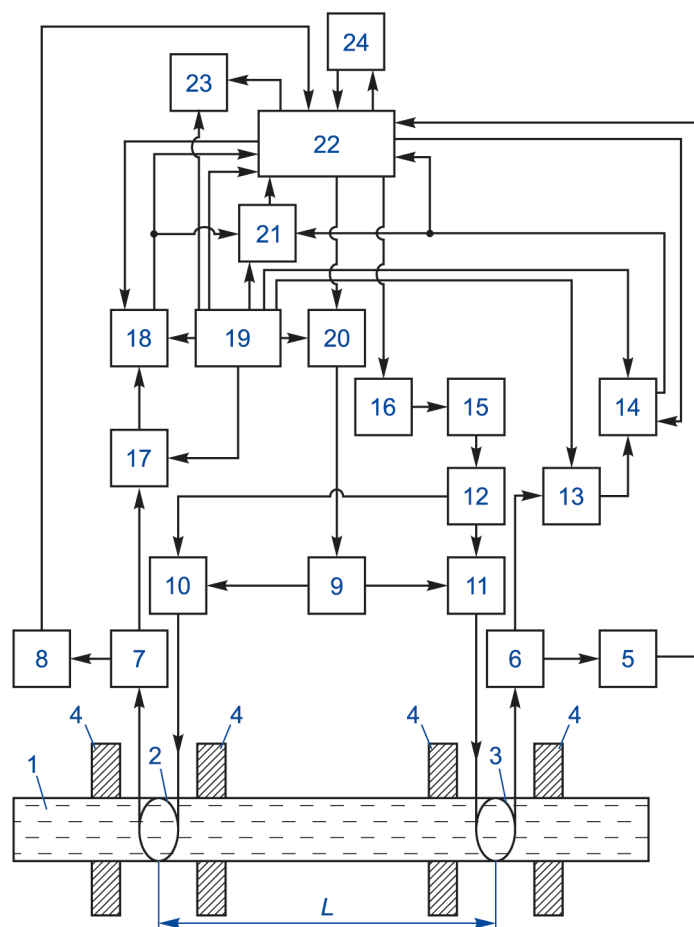


Рис. 3. Структурная схема лабораторного макета оптического расходомера:

1 – трубопровод с теплоносителем; 2, 3 – катушки с оптическим волокном (датчики); 4 – защитные радиационные экраны; 5, 8 – измерители оптической мощности; 6, 7, 10, 11 – мультиплексоры; 9, 12 – оптические делители $N:2$; 13, 17 – фотоприёмники; 14, 18 – компараторы; 15 – полупроводниковый лазер; 16 – импульсный драйвер питания; 19 – многофункциональный драйвер питания; 20 – передающий оптический модуль; 21 – логическое устройство; 22 – устройство обработки и управления; 23 – устройство индикации; 24 – центральный компьютер

Fig. 3. Block diagram of a laboratory model of an optical flow meter:
1 – pipeline with a coolant; 2, 3 – spools with optical fiber (sensors); 4 – protective radiation shields; 5, 8 – optical power meters; 6, 7, 10, 11 – multiplexers; 9, 12 – optical dividers $N:2$; 13, 17 – photodetectors; 14, 18 – comparators; 15 – semiconductor laser; 16 – pulse power driver; 19 – multifunctional power driver; 20 – transmitting optical module; 21 – logical device; 22 – processing and control device; 23 – display device; 24 – central computer

8, 5 и фотоприёмников 17, 13. На измерители мощности поступает лазерное излучение с длиной волны λ_n , на фотоприёмники – с длиной волны λ_n . Измерители мощности необходимы для контроля состояния оптического волокна (определения коэффициента радиационно-наведённых потерь α_s) с использованием выражения (1). В разработанной конструкции расходомера значение l – это расстояния между выходами мультиплексоров 10 или 11 и 7 или 6. В дальнейшем по значению α_s контролируют достоверность результатов

измерений расхода q . Значения напряжений фотоприёмников 17 ($U_{\phi 1}$), 13 ($U_{\phi 2}$), содержащие информацию о мощности лазерного излучения с длиной волны λ_n , поступают на входы компараторов 18, 14 соответственно. На других входах компараторов установлен уровень напряжения U_k , по достижению которого происходит срабатывание и вместо нуля формируется логическая единица. На рис. 4 представлены временные зависимости изменения выходного напряжения фотоприёмников.

В зоне размещения катушек с оптическим волокном всегда присутствует γ -излучение. Регулируя мощность лазерного излучения оптического модуля, в оптическом волокне можно достигать баланса между образовавшимися новыми и исчезнувшими в процессе релаксации E -центрами [17, 18]. Поскольку температура оптического волокна нестабильна, то в режиме баланса двух процессов значение α_s всё

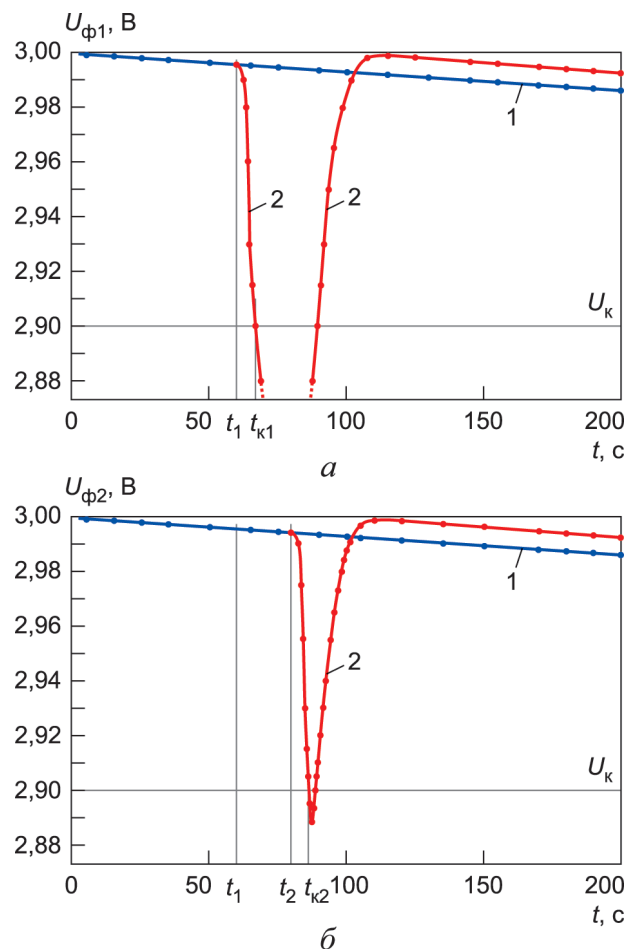


Рис. 4. Временные зависимости напряжений $U_{\phi 1}$, $U_{\phi 2}$ фотоприёмников 17 (а), 12 (б) при отсутствии в трубопроводе теплоносителя с кислородной активностью (1) и при прохождении через трубопровод с размещённой на нём катушкой с оптическим волокном теплоносителя с кислородной активностью (всплеск γ -квантов) (2)

Fig. 4. The dependence of voltage change $U_{\phi 1}$, $U_{\phi 2}$ on time t on photodetectors 17 (a), 12 (b). Graph 1 corresponds to the case when there is no coolant with oxygen activity in the pipeline. Graph 2 – the passage through the zone of the pipeline, on which the coil with the optical fiber is located, of the coolant with oxygen activity (burst of γ -quanta)

равно будет увеличиваться, но очень медленно (см. рис. 4, кривые 1). Под воздействием на волокно только фонового радиоактивного излучения и слабых всплесков γ -квантов напряжения $U_{\phi 1}$, $U_{\phi 2}$ уменьшаются медленно и за время $t=200$ с не достигают значения U_k (см. рис. 4). Поэтому на выходе компараторов значение напряжения не изменяется и соответствует нулю. На входы исключающего ИЛИ, входящего в состав логического устройства 21, с выходов компараторов поступают нули. На выходе устройства 21 формируется ноль, который поступает на устройство управления и обработки 22. В момент времени t_1 (появление большого числа γ -квантов от распада ядер ^{16}N в зоне катушки 2, см. рис. 3) коэффициент потерь α_s резко возрастает, напряжение $U_{\phi 1}$ уменьшается и через некоторое время достигает U_k на втором входе компаратора 18. Компаратор срабатывает, и на его выходе появляется логическая единица, которая поступает на один из входов устройства исключающего ИЛИ. На выходе устройства 21 формируется сигнал, соответствующий единице. Через некоторое время Δt данный процесс происходит во втором плече оптического расходомера (см. рис. 3, катушка 3). После того, как на второй вход устройства исключающего ИЛИ с выхода компаратора 14 поступает сигнал, соответствующий логической единице, на выходе исключающего ИЛИ формируется сигнал, соответствующий логическому нулю. В итоге на выходе устройства 21 формируется прямоугольный импульс длительностью $\Delta t = t_{k1} - t_{k2}$, которая соответствует времени протекания сегмента теплоносителя с кислородной активностью по трубопроводу на расстояние L (см. рис. 1). Эта информация поступает в устройство обработки и управления 22, где по формуле (2) определяется значение q . Кроме того, с помощью данного устройства регулируют мощности лазерного излучения оптического модуля и полупроводникового лазера, а также уровень напряжений U_k компараторов. Это регулирование необходимо, так как в процессе эксплуатации в зоне радиоактивного воздействия γ -излучения оптическое волокно медленно деградирует, как и все оптические элементы. Информация о расходе q в требуемых единицах измерения (например, в литрах в секунду) поступает в устройство индикации 23 для визуального контроля и передаётся в центральный компьютер 24 АЭС или подвижного объекта.

После поступления в устройство 22 прямоугольного импульса в нём формируется команда запуска импульсного драйвера питания 16, и излучение полупроводникового лазера с длиной волны λ_n поступает через делитель 12 на входы мультиплексоров 10, 11, а далее в оптическое волокно. Это излучение разрушает образовавшиеся под действием γ -излучения E -центры (релаксация ускоряется). Релаксация становится намного быстрее образования новых E -центров, даже в присутствии новой кислородной активности в зоне катушки с оптическим волокном. Мощность лазерного излучения с длиной волны λ_n , прошедшего через оптическое волокно катушек 2, 3, измеряется оптическими измерителями 8, 5, поступает в устройство 22, где по формуле (1) определяется значение α_s . При достижении коэффициентом потерь α_s заранее установленного значения,

соответствующего состоянию оптического волокна до появления мощных всплесков γ -квантов в зоне его размещения, импульсный драйвер питания отключается.

Во время восстановления свойств (прозрачности оптического волокна) полупроводниковый лазер с длиной волны λ_n работает в непрерывном режиме. В определённый момент времени напряжение фотоприёмников, которое поступает на первые входы компараторов, будет больше опорного напряжения на двух вторых входах компараторов. Компараторы вернутся в исходное состояние (на выходе компаратора уровень напряжения будет соответствовать нулю). Это изменение на компараторах произойдёт одновременно, так как процесс восстановления свойств оптического волокна в двух катушках идентичен. После этого разработанный оптический расходомер готов к следующему измерению расхода q .

Время появления кислородной активности в зоне размещения катушек с оптическим волокном точно установить невозможно, поэтому в работе прибора есть ряд особенностей. В основном эти особенности связаны с тем, что в момент восстановления свойств оптического волокна сегмент теплоносителя с кислородной активностью находится в зоне катушки оптического волокна или между двумя катушками по направлению потока теплоносителя в трубопроводе. Авторами настоящей статьи установлены три случая, которые могут возникнуть при измерениях q и повлиять на достоверность их результатов. В работе предложенного оптического расходомера возникновение этих случаев учтено.

Первый случай – сегмент теплоносителя с мощным всплеском γ -квантов находится в момент восстановления оптического волокна в зоне катушки 3 (см. рис. 3). Информация от измерителя мощности 5 позволяет восстановить оптическое волокно в катушке после выхода из её зоны сегмента теплоносителя с кислородной активностью. Пока на двух измерителях мощности её значения не будут одинаковыми, импульсный драйвер питания не выключается – это учтено в работе расходомера.

Второй случай – сегмент теплоносителя в момент окончания восстановления свойств оптического волокна находится между катушками 2, 3. В этом случае логическая единица поступит в устройство 21 только с выхода компаратора 14 и результат измерения расхода будет недостоверным. Для исключения этого сигналы с выходов компараторов также поступают в устройство 22, в котором установлен счётчик и определитель последовательности прихода логических единиц с входов компараторов. Если с выхода второго компаратора логическая единица пришла раньше, чем изменился ноль на логическую единицу на выходе первого компаратора, включается импульсный драйвер питания, который восстанавливает оптические свойства волокна в двух катушках и переводит компараторы в состояние логического нуля на выходах. Прибор готов к измерению расхода. Необходимо отметить, что в таком режиме работы прямоугольный импульс в устройстве 21 на выходе исключаяющего устройства ИЛИ не сформировался, расход не измерялся, ошибки при работе прибора не произошло.

Третий случай – сегмент теплоносителя в момент восстановления свойств оптического волокна оказался в зоне первой катушки с оптическим волокном. Пока мощные всплески γ -квантов оказывают воздействие на волокно в первой катушке, коэффициент потерь α_s не восстановлен до исходного значения, импульсный драйвер питания включён, логическая единица на выходе компаратора 18 не формируется. В момент прекращения этого воздействия (сегмент теплоносителя с кислородной активностью оказался между двумя катушками в промежутке между экранами) оптические свойства волокна в первой катушке быстро восстанавливаются, на выходе компаратора формируется ноль, прибор готов к работе. Далее режим работы расходомера соответствует второму случаю.

В итоге измерения расхода q будут проводиться только в случае, когда мощные всплески γ -квантов, находящиеся в сегменте теплоносителя с кислородной активностью, поступают в зону первой катушки, а потом в зону второй катушки (потери в оптическом волокне двух катушек до момента поступления в их зону данного сегмента теплоносителя соответствуют первоначальному уровню).

Разработанный расходомер (лабораторный макет прибора) с катушками диаметром более 1 м апробирован с использованием двух источников рентгеновского излучения, которые ранее применялись для исследований оптического волокна в [17, 18]. Данные источники поочерёдно включали через определённые промежутки времени. Эти включения имитировали протекание по трубопроводу через зону катушек теплоносителя с кислородной активностью. Измеренные временные интервалы включения источников рентгеновского излучения сравнивали со значениями Δt , полученными с помощью разработанного оптического расходомера. Использовались временные интервалы, соответствующие 2; 4,5; 6 и 10 с, т. е. временам протекания теплоносителя между двумя катушками, размещёнными на расстоянии $L=5$ м. Различия между значениями измеренных временных интервалов составили менее 1 %, что подтверждает адекватность предложенного метода измерения расхода теплоносителя. При увеличении расстояния L до 10 м расхождения результатов измерений временных интервалов также не превысили 1 %.

Закключение. Согласно результатам проведённого исследования разработанная конструкция оптического расходомера с реализованным методом измерения расхода теплоносителя обеспечивает погрешность измерений менее 1 % в реальном времени в широком диапазоне изменения q без ограничения на диаметр трубопровода и обязательной градуировки после каждого выключения прибора.

Единственным недостатком разработанного прибора в силу особенностей его конструкции и специфики формирования дополнительных γ -квантов в теплоносителе является неперiodичность измерений расхода. Выполненные расчёты показали, что при самом неблагоприятном сценарии формирования всплесков γ -квантов в теплоносителе с кислородной активностью временной интервал между измерениями составляет не более 540 с.

Список источников

1. Алексеев П. Н., Гагаринский А. Ю., Калугин М. А. и др. К стратегии развития ядерной энергетики в России // Атомная энергия. 2019. Т. 126. Вып. 4. С. 183–187.
2. Климов Д. А., Гулевич А. В., Каграманян В. С. и др. Вызовы и стимулы развития натриевых быстрых реакторов в современных условиях // Атомная энергия. 2018. Т. 125. Вып. 3. С. 131–135.
3. 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. Вып. 5. С. 250–255.
4. Шпейсман В. В., Николаев В. И., Поздняков А. О., Бобыль А. В., Тимашов Р. Б., Аверкин А. И. Прочность пластин монокристаллического кремния для солнечных элементов // Журнал технической физики. 2020. Т. 90. № 1. С. 79–84.
5. Bobyl A., Malyshkin V., Dolzhenko V., Grabovets A., Chernovanov V., *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 2019, vol. 390, no. 1, 012047. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/390/1/012047>
6. Вельт И. Д., Михайлова Ю. В. Магнитный расходомер жидких металлов // Измерительная техника. 2013. № 3. С. 24–28.
7. Looney R., Priede J., *Flow Measurement and Instrumentation*, 2019, vol. 65, pp. 128–135. <https://doi.org/10.1016/j.flowmeasinst.2018.11.019>
8. Вельт И. Д., Дьяконова Е. А., Михайлова Ю. В., Терехина Н. В. Магнитный расходомер для быстрых натриевых реакторов. // Атомная энергия. 2017. Т. 122. Вып. 4. С. 203–209.
9. Семенихин А. В., Саунин Ю. В., Рясный С. И. Методика определения достоверности внутриреакторного контроля ВВЭР в режиме реального времени // Атомная энергия. 2018. Т. 124. Вып. 1. С. 8–13.
10. Сорокин А. П., Кузина Ю. А. Физическое моделирование гидродинамики и теплообмена в быстрых натриевых реакторах с жидкометаллическим теплоносителем // Атомная энергия. 2020. Т. 128. Вып. 5. С. 259–268.
11. Давыдов В. В., Дудкин В. И., Карсеев А. Ю. Малогабаритный ядерно-магнитный релаксометр для экспресс-контроля состояния жидких и вязких сред // Измерительная техника. 2014. № 8. С. 44–48.
12. Firth J., Ladouceur F., Brodzeli Z., Wyres M., Silvestri L., *Flow Measurement and Instrumentation*, 2016, vol. 48, pp. 15–19. <https://doi.org/10.1016/j.flowmeasinst.2016.01.006>
13. Абрамов Л. В., Бакланов А. В., Бахметьев А. М. и др. Опыт АО «ОКБМ Африкантов» в развитии методов и программ анализа надежности и вероятностного анализа безопасности ядерных установок // Атомная энергия. 2020. Т. 129. Вып. 2. С. 105–110.
14. 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.
15. Kashaykin P. F., Tomashuk A. L., Salgansky M. Y., Guryanov A. N., Dianov E. M., *Journal of Applied Physics*, 2017, vol. 121, no. 21, 213104. <https://doi.org/10.1063/1.4984601>

16. Kashaykin P. F., Tomashuk A. L., Vasiliev S. A., Zarenbin A. V., Semjonov S. L., *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 2020, vol. 67, no. 10, pp. 216–2171. <https://doi.org/10.1109/TNS.2020.3019404>
17. Dmitrieva D. S., Pilipova V. M., Dudkin V. I., Davydov V. V., Rud V. Yu., *Journal of Physics: Conference Series*, 2020, vol. 1697, no. 1, 012145. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1697/1/012145>
18. Dmitrieva D. S., Pilipova V. M., Davydov V. V., Valiullin L. R., *Journal of Physics: Conference Series*, 2020, vol. 1695, no. 1, 012130. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1695/1/012130>
19. Филимонов П. Е., Семченков Ю. М., Малышев В. В. и др. Испытания ВВЭР-1200 при эксплуатации в режиме суточного графика нагрузки на 6-м энергоблоке Нововоронежской АЭС // Атомная энергия. 2020. Т. 129. Вып. 3. С. 123–129.
20. Архаров И. А., Какорин И. Д. Методика расчёта расхода криогенных двухфазных потоков в бессепарационных расходомерах на базе сужающего устройства // Измерительная техника. 2020. № 7. С. 34–42. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2020-7-34-42>
21. Давыдов В. В. Ядерно-магнитный спектрометр для исследования потоков жидких сред // Измерительная техника. 2016. № 11. С. 46–51.
22. Ахобадзе Г. Н. Структурные методы повышения точности измерения расхода веществ в трубопроводах // Измерительная техника. 2020. № 5. С. 30–35. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2020-5-30-35>

References

1. Alekseev P. N., Gagarinskii A. Y., Kalugin M. A., Fomichenko P. A., Asmolov V. G., *Atomic Energy*, 2019, vol. 126, no. 4, pp. 207–212. <https://doi.org/10.1007/s10512-019-00538-w>
2. Klinov D. A., Gulevich A. V., Kagramanyan V. S., Dekusar V. M., Usanov V. I., *Atomic Energy*, 2019, vol. 125, no. 3, pp. 143–148. <https://doi.org/10.1007/s10512-018-00457-2>
3. Davydov V. V., Myazin N. S., Kiryukhin A. V., *Atomic Energy*, 2020, vol. 127, no. 5, pp. 274–279. <https://doi.org/10.1007/s10512-020-00623-5>
4. Shpeizman V. V., Nikolaev V. I., Pozdnyakov A. O., Timashov R. B., Averkina A. I., *Technical Physics*, 2020, vol. 65, no. 1, pp. 73–77. <https://doi.org/10.1134/S1063784220070191>
5. Bobyl A., Malyshkin V., Dolzhenko V., Grabovets A., Chernovanov V., *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 2019, vol. 390, no. 1, 012047. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/390/1/012047>
6. Velt I. D., Mikhailova Yu. V., *Measurement Techniques*, 2013, vol. 56, no. 3, pp. 283–288. <https://doi.org/10.1007/s11018-013-0196-z>
7. Looney R., Priede J., *Flow Measurement and Instrumentation*, 2019, vol. 65, pp. 128–135. <https://doi.org/10.1016/j.flowmeasinst.2018.11.019>
8. Velt I. D., D'yakonova E. A., Mikhailova Y. V., Terekhina N. V., *Atomic Energy*, 2017, vol. 122, no. 4, pp. 243–251. <https://doi.org/10.1007/s10512-017-0262-8>
9. Semikhin A. V., Saunin Y. V., Rysanyi S. I., *Atomic Energy*, 2018, vol. 124, no. 1, pp. 8–13. <https://doi.org/10.1007/s10512-018-0367-8>

10. Sorokin A. P., Kuzina Y. A., *Atomic Energy*, 2020, vol. 128, no. 5, pp. 277–286. <https://doi.org/10.1007/s10512-020-00688-2>
11. Davydov V. V., Dudkin V. I. and Karseev A. Yu., *Measurement Techniques*, 2014, vol. 57, no. 8, pp. 912–918. <https://doi.org/10.1007/s11018-014-0559-0>
12. Firth J., Ladouceur F., Brodzeli Z., Wyres M., Silvestri L., *Flow Measurement and Instrumentation*, 2016, vol. 48, pp. 15–19. <https://doi.org/10.1016/j.flowmeasinst.2016.01.006>
13. Abramov L. V., Baklanov A. V., Bakmetiev A. M., Kiselev V. V., *Atomic Energy*, 2020, vol. 129, no. 2, pp. 103–108. <https://doi.org/10.1007/s10512-020-00611-2>
14. Marusina M. Ya., Bazarov B. A., Galaidin P. A., Silaev A. A., Marusin M. P., Zakemoskya E. Yu., Gilev A. G., Alekseev A. V., *Measurement Techniques*, 2014, vol. 57, no. 4, pp. 461–465. <https://doi.org/10.1007/s11018-014-0478-0>
15. Kashaykin P. F., Tomashuk A. L., Salgansky M. Y., Guryanov A. N., Dianov E. M., *Journal of Applied Physics*, 2017, vol. 121, no. 21, 213104. <https://doi.org/10.1063/1.4984601>
16. Kashaykin P. F., Tomashuk A. L., Vasiliev S. A., Zarenbin A. V., Semjonov S. L., *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 2020, vol. 67, no. 10, pp. 2162–2171. <https://doi.org/10.1109/TNS.2020.3019404>
17. Dmitrieva D. S., Pilipova V. M., Dudkin V. I., Davydov V. V., Rud V. Yu., *Journal of Physics: Conference Series*, 2020, vol. 1697, no. 1, 012145. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1697/1/012145>
18. Dmitrieva D. S., Pilipova V. M., Davydov V. V., Valiullin L. R., *Journal of Physics: Conference Series*, 2020, vol. 1695, no. 1, 012130. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1695/1/012130>
19. Filimonov P. E., Semchenkov Yu. M., Malyshev V. V., Gusev I. N., *Atomic Energy*, 2020, vol. 129, no. 3, pp. 143–148. <https://doi.org/10.1007/s10512-020-00672-2>
20. Arkharov I. A., Kakorin I. D., *Measurement Techniques*, 2020, vol. 63, no. 7, pp. 549–558. <https://doi.org/10.1007/s11018-020-01822-z>
21. Davydov V. V., *Measurement Techniques*, 2016, vol. 59, no. 11, pp. 1202–1209. <https://doi.org/10.1007/s11018-017-1116-4>
22. Akhobadze G. N., *Measurement Techniques*, 2020, vol. 63, no. 5, pp. 361–367. <https://doi.org/10.1007/s11018-020-01796-y>

Статья поступила в редакцию 10.03.2021; одобрена после рецензирования 10.04.2021; принята к публикации 17.04.2021.
 The article was submitted 10.03.2021; approved after reviewing 10.04.2021; accepted for publication 17.04.2021.

Эталонный адиабатический калориметр: аппаратная реализация и алгоритмы управления

Татьяна Алексеевна Андреева¹, Николай Юрьевич Быков², Виктория Владимировна Власова³,
Татьяна Андреевна Компан^{4✉}, Валентин Иванович Кулагин⁵, Александр Яковлевич Лукин^{6✉}

^{1, 2} Национальный исследовательский университет ИТМО, Санкт-Петербург, Россия,

^{3, 4, 5} Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева, Санкт-Петербург, Россия

^{1, 6} Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, Санкт-Петербург, Россия

¹andreeva_ta@spbstu.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7280-2975>

²nbykov2006@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0003-0041-9971>

³V.V.Vlasova@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9160-0826>

⁴T.A.Kompan@vniim.ru✉, <https://orcid.org/0000-0003-2072-3997>

⁵V.I.Kulagin@vniim.ru

⁶lukin_aya@spbstu.ru✉, <https://orcid.org/0000-0002-8479-1836>

Аннотация. Описаны конструкция и система управления эталонного адиабатического калориметра, входящего в состав Государственного первичного эталона единицы удельной теплоёмкости твёрдых тел ГЭТ 60-2019. Подробно рассмотрены состав оборудования и алгоритмы управления, обеспечивающие необходимую точность измерений удельной теплоёмкости. Цифровая система управления обеспечивает адиабатический режим работы калориметра в диапазоне 30–600 °С – поддержание заданной разности температур с погрешностью менее 0,06 °С в динамическом режиме и менее 0,001 °С в статическом. Для управления используется предиктивный пропорционально-интегрально-дифференцирующий регулятор, параметры которого определены на основе математической модели.

Ключевые слова: эталон, теплоёмкость, адиабатический калориметр, цифровое управление

Финансирование: адиабатический калориметр КА-С4 создан в рамках мероприятий по совершенствованию эталона ГЭТ 60-74 по договору о предоставлении субсидий (соглашение № 172-11-008 от 07 июня 2017 г.) с Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии. Обработка данных измерений, разработка и анализ математической модели выполнены за счёт гранта Российского научного фонда № 21-11-00296 (<https://rscf.ru/project/21-11-00296/>)

Для цитирования: Андреева Т. А., Быков Н. Ю., Власова В. В., Компан Т. А., Кулагин В. И., Лукин А. Я. Эталонный адиабатический калориметр: аппаратная реализация и алгоритмы управления // Измерительная техника. 2021. № 11. С. 38–45. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-11-38-45>

Reference adiabatic calorimeter: hardware implementation and control algorithms

Tatiana A. Andreeva¹, Nikolay Yu. Bykov², Viktoriya V. Vlasova³, Tatiana A. Kompan^{4✉}, Valentin I. Kulagin⁵,
Alexander Ya. Lukin^{6✉}

^{1, 2} ITMO University, St. Petersburg, Russia

^{3, 4, 5} D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), St. Petersburg, Russia

^{1, 6} Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University, St. Petersburg, Russia

¹andreeva_ta@spbstu.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7280-2975>

²nbykov2006@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0003-0041-9971>

³V.V.Vlasova@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9160-0826>

⁴T.A.Kompan@vniim.ru✉, <https://orcid.org/0000-0003-2072-3997>

⁵V.I.Kulagin@vniim.ru

⁶lukin_aya@spbstu.ru✉, <https://orcid.org/0000-0002-8479-1836>

Abstract. The paper describes the design of the control system of the reference adiabatic calorimeter, which is part of the state standard for the unit of specific heat of solids GET 60-2019. The hardware implementation and control algorithms that ensure

the required measurement accuracy are considered in detail. The digital control system provides an adiabatic mode of operation of the calorimeter in the range of 30–600 °C by maintaining the set temperature difference with an error of less than 0.06 °C in the dynamic mode and less than 0.001 °C in the static one. A predictive PID controller is used for control, the parameters of which are determined on the basis of a mathematical model.

Keywords: standard, heat capacity, adiabatic calorimeter, digital control

Financial support: the KA-S4 adiabatic calorimeter was created as a part of measures to improve the GET 60-74 standard under a subsidy agreement (agreement No. 172-11-008 dated June 07, 2017) with the Federal Agency for Technical Regulation and Metrology. Processing of measurement data, development and analysis of a mathematical model is financially supported by The Russian Science Foundation, Agreement No. 21-11-00296 (<https://rscf.ru/project/21-11-00296/>).

Введение. В 2017–2019 гг. в рамках ведомственной программы Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии был усовершенствован Государственный первичный эталон единицы удельной теплоёмкости твёрдых тел ГЭТ 60-74. В состав нового утверждённого Государственного первичного эталона единицы удельной теплоёмкости твёрдых тел ГЭТ 60-2019 входят разработанный адиабатический калориметр КА-С4 и средства передачи единицы удельной теплоёмкости – меры удельной теплоёмкости [1, 2]. Работа калориметра КА-С4 основана на высокоточном адиабатическом методе измерений с периодическим вводом теплоты. Стандартная конструкция калориметров такого типа усовершенствована с учётом опыта эксплуатации других высокоточных калориметров [3–7].

Цель работы – описание усовершенствованной конструкции и системы управления разработанного калориметра.

Конструкция калориметра. Эталонный калориметр состоит из собственно калориметрической адиабатической системы со сменным блоком для измерений в области отрицательных температур; блока управления; средств, обеспечивающих функционирование КА-С4.

Устройство калориметра показано на рис. 1. Адиабатическая калориметрическая система представляет собой наборную из дисков ячейку 6 из серебра марки Ср 99,99, помещённую внутри двух охранных оболочек 4, 5 и защитного колпака 3. Ячейка включает 22 диска толщиной 5 мм и диаметром 40 мм, для стяжки которых использованы винты из нержавеющей стали.

По всей длине ячейки просверлены цилиндрические каналы: четырнадцать – для размещения образцов или мер удельной теплоёмкости твёрдых тел; три – для трёх платиновых термометров сопротивления (ПТС) – основного измерительного и двух ПТС системы автоматического регулирования; тридцать два малого диаметра – для собственного нагревателя. Ячейка с помощью держателя подвешивается к крышке и располагается в закреплённые на станине охранные оболочки. Конструкция охранных оболочек и размещение их в калориметре подобраны так, чтобы минимизировать тепловые потери, вызванные разными механизмами передачи тепловой энергии. Каждая оболочка представляет собой закрываемый крышкой стакан из серебра марки Ср 99,99, который устанавливается на диск из теплоизоляционного материала. На внешней стороне стенки стакана располагается нагреватель.

На рис. 2 показана ячейка (вид сверху) и тридцать два вертикальных канала 2 для нагревателя 1. В каждом канале проложен нагреватель – нихромовая проволока, проведённая в прямом и обратном направлениях через двухканальную керамическую изоляцию. Такая конструкция нагревателя позволяет обеспечить равномерный нагрев исследуемых образцов.

Станина калориметра 7 (см. рис. 1) изготовлена из пористого теплоизоляционного материала, покрытого защитным слоем против истирания. Через станину выполнена коммутация силовых и измерительных цепей посредством герметичного разъёма, а также вакуумно-газовая коммутация всего прибора. Из того же материала изготовлена теплоизоляция печи 2, расположенная между внешним корпусом и защитным колпаком. Двустенный колпак имеет вид цилиндра из нержавеющей стали с ленточным нагревателем из нихрома, намотанным на внешнюю поверхность внутренней стенки. Этот нагреватель предназначен для вывода всей системы на заданный температурный уровень. Печь поднимается и опускается в автоматическом режиме с помощью моторизованного привода 1.

Система измерений отрицательных температур включает блок для измерения в области отрицательных температур и криотермостат. Блок для измерения в области отрицательных температур (рис. 3), представляет собой термостат, основными элементами которого являются двустенный колпак 2 и размещённый на его наружной поверхности теплоизоляционный материал 1. Блок устанавливается на калориметрическую систему 3 (калориметрическую ячейку с адиабатическими оболочками) вручную с помощью вспомогательной системы направляющих при поднятой и зафиксированной в верхнем положении печи 4.

Криотермостат, обеспечивающий циркуляцию охлаждающей жидкости через термостат, имеет встроенную систему управления, которая адаптирует параметры регулирования под тип рабочей жидкости с учётом градиента температуры по объёму ванны. Криотермостат состоит из следующих элементов: нагнетающего насоса; системы самодиагностики; независимой системы защиты от перегрева; таймера; датчика, реализующего механизм автоматического отключения прибора при снижении уровня рабочей жидкости; крана для слива рабочей жидкости.

Для исключения возможного окисления образца при нагревании воздух в установке замещается инертным газом. Система замещения содержит вакуумный насос, датчик давления, клапаны откачки и напуска. В работе [8] оценена поправка на теплоёмкость газа, вводимая при измерениях.

Блок управления криотермостата включает стойку, в которой установлены средства измерений, управляемые источниками питания, элементы коммутации и преобразователи интерфейсов. Для охлаждения приборов в стойку вмонтированы вентиляторы.

Температуры ячейки и оболочек измеряются четырьмя платиновыми термометрами ПТС-100 (с номинальным сопротивлением 100 Ом). Сопротивление ПТС-100 измеряется

цифровыми мультиметрами и в управляющей калориметром программе пересчитывается в значение температуры по формулам согласно Международной температурной шкале МТШ-90 с учётом полученных при аттестации ПТС добавочных калибровочных коэффициентов. Сопротивления ПТС, используемых в системе автоматического управления,

измеряются многоканальным мультиметром Keithley 2700 (Keithley Instruments, LLC, США), обеспечивающим сканирование каналов с периодом 2,5 с. Сопротивление центрального ПТС, показания которого используются при вычислении теплоёмкости, измеряется одноканальным мультиметром Keithley 2002 (Keithley Instruments, LLC, США) с увеличенной разрядностью и временем измерения.

Питание нагревателя ячейки осуществляется прецизионным программируемым цифровым источником Keysight N6700C (Keysight Technologies Malaysia Sdn. Bhd., Малайзия), оснащённым встроенным измерителем мгновенной мощности. Значения выходного тока и напряжения измеряются одновременно двухканальным аналого-цифровым преобразователем и передаются в управляющую программу каждые 10 мс, что обеспечивает достаточную точность численного интегрирования и определения суммарного количества выделившегося в ячейке теплового излучения. Источники питания нагревателей оболочек – управляемые с помощью многоканального цифроаналогового преобразователя МУ110-224.6У (ОВЕН, Россия) блоки питания EL-SA 1000 (Элим, Россия). К управляющему компьютеру подключено всё оборудование: мультиметр Keithley 2700 – непосредственно через USB-порт; N6700C – через преобразователь GPIB-USB; мультиметр Keithley 2002 и преобразователь МУ 110-6У – через преобразователь USB-RS-232/485 Moxa UPort 1450 (Moxa Inc., Тайвань).

Метрологически значимыми величинами являются температура ячейки, мощность нагревателя и количество теплоты, поступившее в ячейку. Температуры оболочек используются в системе управления для обеспечения адиабатического режима.

Система управления. Работой эталонного калориметра управляет цифровая система. Основная задача этой системы – обеспечение адиабатического режима работы калориметра, т. е. управляя температурой оболочек, обнулять суммарный тепловой поток в ячейку и/или из неё. При выключенном нагревателе ячейки критерием выхода на адиабатический режим является постоянство температуры ячейки – дрейф температуры не должен превышать 5 мК/с в течение 5 мин. В идеале адиабатический режим должен достигаться при равенстве температур ячейки и окружающей её внутренней оболочки. В реальной системе из-за невозможности обеспечить полное отсутствие тепловых потоков адиабатический режим устанавливается при некоторой малой разности температур, зависящей от температуры ячейки. В процессе измерения теплоёмкости, когда работает нагреватель ячейки и увеличивается её температура, адиабатический режим поддерживается за счёт соблюдения заданной малой разности температур между ячейкой и оболочкой.

Система управления калориметром обеспечивает следующие режимы работы.

1. Выход на заданную начальную температуру. Нагреватель ячейки работает в непрерывном режиме, температура ячейки увеличивается; система управления

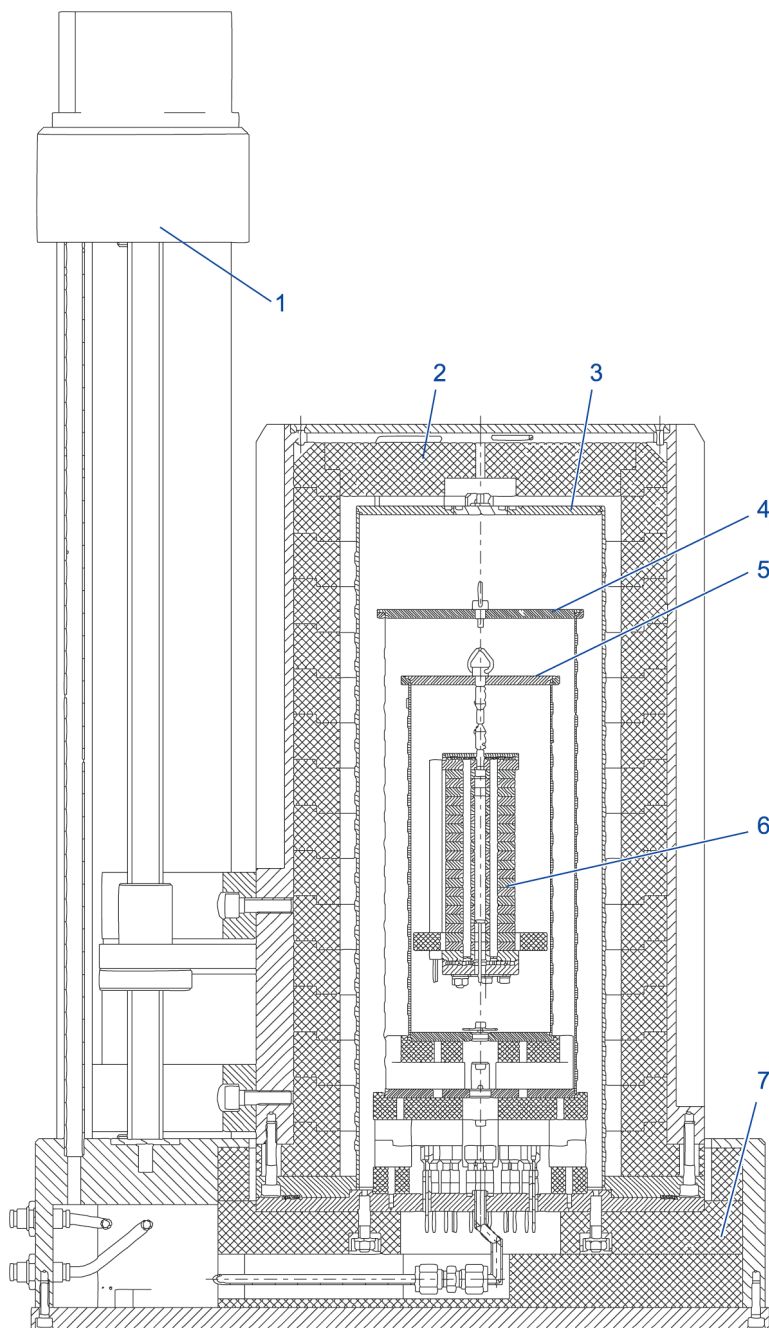


Рис. 1. Устройство калориметра:

1 – моторизованный привод подъёма корпуса; 2 – теплоизоляция; 3 – защитный колпак; 4, 5 – внешняя и внутренняя адиабатические оболочки; 6 – измерительная ячейка; 7 – станина

Fig. 1. The device of the calorimeter:

1 – motorized housing lifting drive; 2 – thermal insulation; 3 – protective cap; 4 – outer adiabatic shell; 5 – inner adiabatic shell; 6 – measuring cell; 7 – base

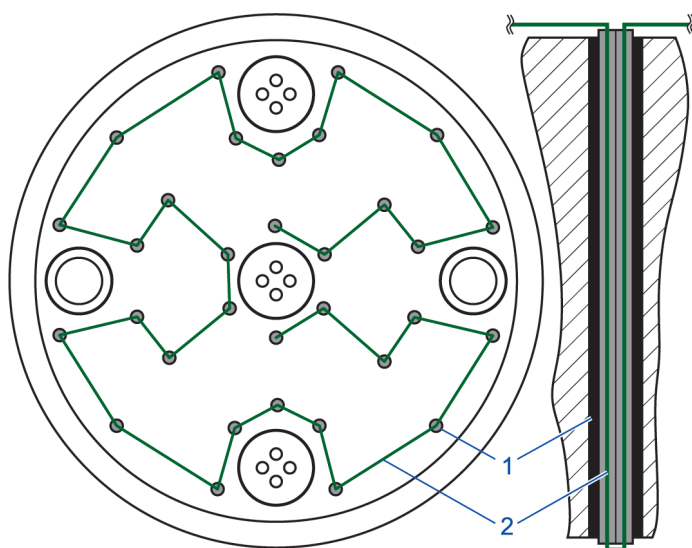


Рис. 2. Схема укладки нихромового нагревателя в калориметрической ячейке: 1 – нагреватель; 2 – каналы для укладки нагревателя

Fig. 2. Layout of a nichrome heater in a calorimetric cell: 1 – heater; 2 – holes for laying the heater

поддерживает адиабатический режим, регулируя температуру оболочек.

2. Адиабатический режим (ожидание). Устанавливается температура оболочек, при которой скорость изменения температуры ячейки не превышает 5 мК/с. Для ускорения выхода на адиабатический режим соответствующая ему разность температур ячейки и оболочки устанавливается по результатам ранее проведённых измерений.

3. Адиабатический режим (измерение теплоёмкости). Прецизионный блок питания подаёт напряжение на нагреватель ячейки для выделения заданного количества теплоты. Блок питания программируется на линейный рост (спад) мощности в начале (конце) процесса нагрева. Плавное изменение мощности нагрева позволяет системе регулирования поддерживать заданную разность температур с большей точностью. В процессе нагрева прецизионный источник питания 100 раз в секунду измеряет выходные ток и напряжения, данные передаются в компьютер, где численно интегрируются методом трапеций. Управляемый источник питания реализует заданный закон изменения мощности (плавное нарастание, постоянное значение и плавный спад) серией «ступенек» различной высоты. В пределах каждой «ступеньки» мощность остаётся постоянной, поэтому погрешность интегрирования (пропорциональная для метода трапеций квадрату шага и второй производной функциональной зависимости мощности от времени) пренебрежимо мала. Основной вклад в погрешность вносят переходы между «ступеньками». В худшем случае, когда время перехода мало по сравнению с шагом интегрирования Δt , эта погрешность не превышает $\Delta t \Delta P$, где ΔP – приращение мощности. Суммируя по времени нарастания и спада мощности, получаем максимальную погрешность интегрирования $2P_{\max} \Delta t$. При максимальной достижимой мощности 6,3 Вт это составляет 0,1 Дж – менее 0,004 % теплоты, получаемой ячейкой в процессе измерения (при нагреве на 10 К).

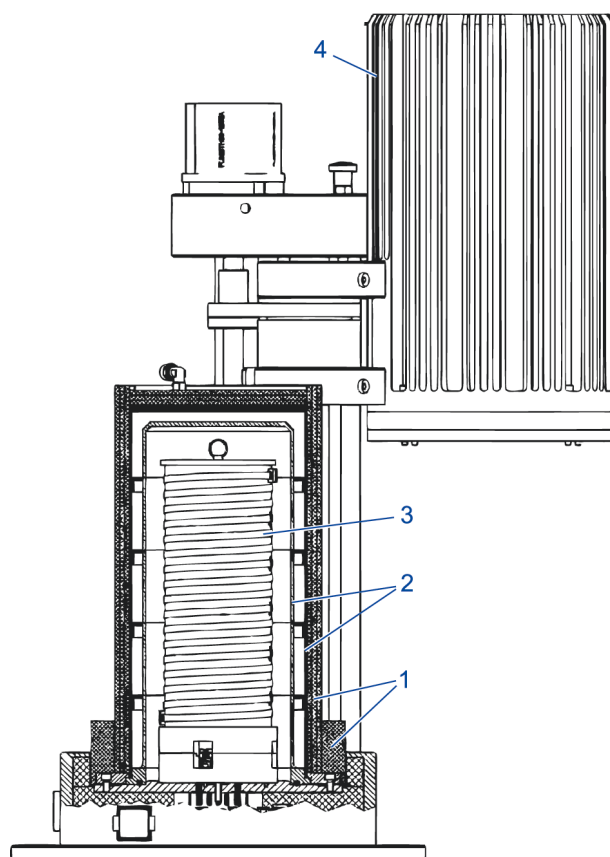


Рис. 3. Схема калориметрической системы со сменным блоком для измерений в области отрицательных температур: 1 – теплоизоляционный материал; 2 – двустенный колпак; 3 – калориметрическая система (калориметрическая ячейка с адиабатическими оболочками); 4 – печь

Fig. 3. Diagram of a calorimetric system with a replaceable unit for measurements in the region of negative temperatures: 1 – thermal insulation; 2 – refrigerator; 3 – calorimetric system (calorimetric cell with adiabatic shells); 4 – furnace

После завершения нагрева система продолжает поддерживать температуры оболочек, соответствующие адиабатическому режиму. Теплоёмкость образца определяется по приращению его температуры, малый температурный дрейф в начале и в конце измерения учитывается при последующей обработке результатов измерений (поправка на «неадиабатичность»).

После общего включения установка находится в режиме ожидания – нагреватели выключены, измеряется температура. При необходимости (после установки нового образца или после длительной паузы) оператор может заместить воздух инертным газом или азотом. Можно начинать или измерения при текущей температуре (сразу переходить к выходу на адиабатический режим, используя текущую температуру в качестве заданной), или нагрев (режим выхода на заданную температуру). После перехода установки в режим готовности к измерениям можно измерять теплоёмкость – адиабатический нагрев ячейки. По окончании каждого измерения установка возвращается

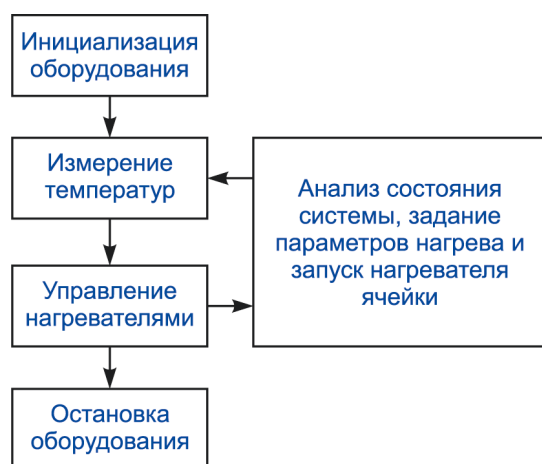


Рис. 4. Общий алгоритм работы программного обеспечения калориметра

Fig. 4. General algorithm of the calorimeter software operation

в режим готовности к измерениям при новой температуре ячейки. Новое измерение можно начинать при текущей температуре или задавать новое значение.

Программное обеспечение. Для реализации данного алгоритма разработано программное обеспечение «Измерения», аттестованное ВНИИМ им. Д. И. Менделеева (Свидетельство об аттестации программного обеспечения № ПО ИМ-06-2019 от 21.11.2019).

Алгоритм работы программы содержит два параллельных процесса (рис. 4). После начала работы программы производится инициализация внешнего оборудования и запускается циклический процесс измерения температур и выдачи управляющих сигналов на нагреватели для поддержания адиабатического режима ячейки. Результаты измерений и управляющие воздействия записываются в файл протокола. Оператор наблюдает значения температур и графики их изменения в окне программы, дополнительно выводятся коэффициенты линейной регрессии для температуры ячейки.

Управление нагревателями осуществляется ПИД-регулированием с предиктивным каналом [9, 10]. Для каждого нагревателя задаются пропорциональный коэффициент, постоянные времени интегрирования и дифференцирования. При непосредственном отслеживании температуры ячейки из-за значительной (10 с) постоянной времени платиновых термометров и инерционности процессов передачи теплоты от нагревателей невозможно обеспечить необходимое для адиабатического режима равенство температур между ячейкой и внутренней оболочкой в начале и в конце нагрева ячейки. Поэтому в сигнал управления для нагревателей добавляется предиктивная составляющая, пропорциональная мощности нагревателя ячейки и её производной – дополнительно задаются пропорциональный и дифференциальный коэффициенты связи с нагревателем ячейки.

Математическая модель. Рассмотрим процесс формирования сигналов управления подробнее. В нулевом приближении система уравнений, описывающих прецизионный

калориметр, содержит только четыре уравнения для измеряемых температур T_i :

$$\left. \begin{aligned} C_0 \frac{dT_0}{dt} &= a_{01}(T_1 - T_0) + P_0; \\ C_1 \frac{dT_1}{dt} &= a_{01}(T_0 - T_1) + a_{12}(T_2 - T_1) + P_1; \\ C_2 \frac{dT_2}{dt} &= a_{12}(T_1 - T_2) + a_{23}(T_3 - T_2) + P_2; \\ C_3 \frac{dT_3}{dt} &= a_{23}(T_2 - T_3) + a_{34}(T_4 - T_3) + P_3. \end{aligned} \right\} \quad (1)$$

где C_i – суммарная теплоёмкость i -го элемента конструкции; a_{ij} – коэффициенты теплообмена; P_i – мощность i -го нагревателя; индексы 0–4 относятся соответственно к ячейке, внутренней и внешней охранным оболочкам, фоновой (колпак) оболочке, корпусу.

Прецизионный цифровой источник питания управляет нагревателем (мощностью P_0) по специально заданному временному закону, обеспечивая поступление заданного количества теплоты в ячейку с исследуемым образцом. Нагреватели P_1 – P_3 управляются компьютером в соответствии с данными температурных датчиков и поддерживают необходимый температурный режим: температура внутренней оболочки T_1 поддерживается равной температуре ячейки T_0 или отличающейся от неё на малую поправку ΔT_{10} . Таким образом реализуется адиабатический режим нагрева ячейки. Температура внешней оболочки поддерживается немного ниже температуры ячейки ($\Delta T_{20} = -3$ К) с целью достижения необходимого для эффективного управления теплоотвода от нагревателя внутренней оболочки без значительных температурных градиентов внутри. Температура колпака также соотносится с температурой ячейки, но с отставанием на несколько десятков градусов.

Пренебрежём малой разностью температур для адиабатического режима, положим $T_3 - \Delta T_{30} = T_2 - \Delta T_{20} = T_1 = T_0$, тогда все слагаемые в правой части (1), учитывающие теплообмен с ячейкой, обращаются в нуль. С учётом равенства производных в левой части (1) получим выражение для предиктивной составляющей мощности нагревателей:

$$\tilde{P}_i = P_0 C_i / C_0; \quad i = 1, 2, 3. \quad (2)$$

Мощность, требуемая для компенсации разности температур между внешней охранный оболочкой и колпаком, а также колпаком и окружающей средой, обеспечивается интегральной составляющей ПИД-регулятора. Значения теплоёмкостей C_0 – C_2 определяются по результатам предварительных исследований, значение C_0 корректируется с учётом теплоёмкости исследуемого образца.

Предварительный анализ результатов измерений показал, что такой упрощённый подход описывает систему с недостаточной точностью. В частности, нагреватели, расположенные на внешних сторонах адиабатических оболочек, непосредственно воздействуют и на соседнюю оболочку. Кроме того, нулевое приближение не описывает задержку

между изменением режима работы нагревателя и измеренным значением температуры. Поэтому в качестве первого приближения рассмотрим систему уравнений (1), дополненную температурами нагревателей:

$$\left. \begin{aligned} C_{0h} \frac{dT_{0h}}{dt} &= a_{00}(T_0 - T_{0h}) + P_0; \\ C_{00} \frac{dT_0}{dt} &= a_{00}(T_{0h} - T_0) + a_{01}(T_1 - T_0); \\ C_{ii} \frac{dT_i}{dt} &= a_{ii}(T_{ih} - T_i) + a_{i-1,i}(T_{i-1} - T_i); \\ C_{ih} \frac{dT_{ih}}{dt} &= a_{ii}(T_i - T_{ih}) + a_{i,i+1}(T_{i+1} - T_{ih}) + P_i; \\ i &= 1, 2, 3. \end{aligned} \right\} \quad (3)$$

Здесь индекс h соответствует нагревателям. Теплоёмкости ячейки C_i , оболочек C_{ij} и нагревателей C_{ih} теперь учитываются независимо: $C_i = C_{ij} + C_{ih}$.

В первом приближении также учитывается только взаимодействие с соседними элементами, поэтому матрица системы будет ленточной.

Теплоёмкости C_{ij} и коэффициенты теплообмена a_{ij} плавно зависят от температуры, однако в ограниченном температурном диапазоне могут считаться постоянными. Применим к системе (3) преобразование Лапласа с нулевыми начальными условиями, исключим неизвестные температуры нагревателей

T_{ih} и учтём, что теплообмен между компонентами адиабатической системы (ячейкой и оболочками) значительно хуже, чем между компонентами и их нагревателями:

$$a_{ij}/a_{ii} \ll 1. \quad (4)$$

Тогда для предиктивных составляющих мощности нагревателей оболочек $\tilde{P}_1, \tilde{P}_2$ в адиабатическом режиме получим следующие уравнения:

$$\left. \begin{aligned} B_{0h}s^2T_0 + C_0sT_0 &= P_0; \\ B_{ih}s^2T_0 + C_isT_0 &= \tilde{P}_i; \\ i &= 1, 2, 3, \end{aligned} \right\} \quad (5)$$

где $B_{ih} = C_{ih}C_{ij}/a_{ij}$.

После преобразований имеем

$$\tilde{P}_i = \frac{B_{ih}s + C_i}{B_{0h}s + C_0} P_0; \quad i = 1, 2, 3. \quad (6)$$

Отметим, что применять соотношения (5) для предиктора, вычисляя вторую производную от температуры, не имеет смысла, так как из-за транспортных задержек она не содержит необходимой информации.

Для определения неизвестных коэффициентов выражения (6) из системы (3) исключим неизвестные температуры

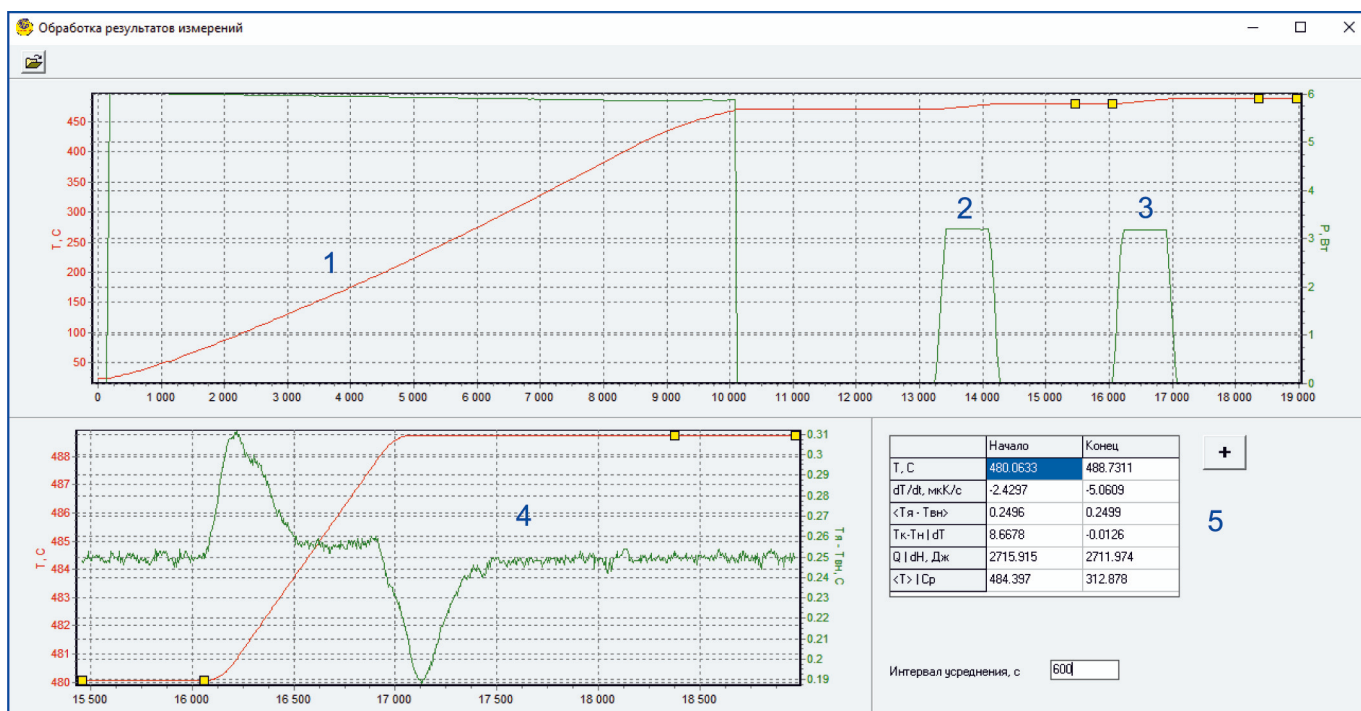


Рис. 5. Окно программы обработки результатов измерений:

1 – предварительный нагрев; 2, 3 – измерения; 4 – обработка измерения 3 (на графике – температуры ячейки и разность температур ячейки и внутренней адиабатической оболочки); 5 – таблица результатов обработки

Fig. 5. Program window for processing measurement results:

1 – preheating; 2, 3 – measurements; 4 – measurement 3 processing (on the graph – the cell temperature and the temperature difference between the cell and the inner adiabatic shell); 5 – table of processing results

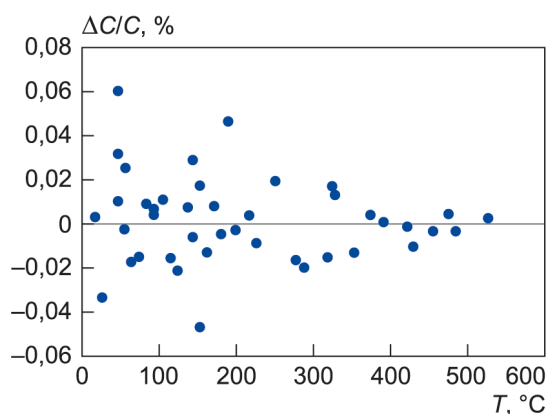


Рис. 6. Отклонение результатов измерения теплоёмкости пустого калориметра от аппроксимирующего их полинома

Fig. 6. Deviation of the results of measuring the heat capacity of the empty calorimeter from the polynomial approximating them

нагревателей и получим систему уравнений, содержащую также вторые и третьи производные от известных температур T_i . Коэффициенты этой системы можно определить с помощью линейной регрессии по экспериментальным данным.

В качестве пробного воздействия используем функцию Хевисайда – постоянную мощность, подаваемую на один из четырёх нагревателей. Для упрощения задачи можно учесть, что нагреватели имеют хороший тепловой контакт с соответствующими компонентами адиабатической системы, разница $T_{ih} - T_i$ существенна только при подаче мощности на нагреватель и пренебрежимо мала при медленном нагреве одного компонента (ячейки или оболочки) в результате работы нагревателя другого компонента. В этом случае система (3) преобразуется в четыре более простые системы, соответствующие работе разных нагревателей. В каждой из них остаётся только одна неизвестная температура T_{ih} и уравнения системы (3), которые её содержат, остальные уравнения заменяются на их аналоги из нулевого приближения (1). Полученные после исключения T_{ih} системы обладают существенными преимуществами, так как, во-первых, не содержат третьих производных, вычисление которых по зашумлённым экспериментальным данным неизбежно приводит к значительным погрешностям, и во-вторых, не содержит тройных произведений неизвестных коэффициентов. Поскольку во всех четырёх системах присутствуют одни и те же коэффициенты, то линейная регрессия построена по всей совокупности данных.

По результатам обработки тестовых измерений определены коэффициенты управления. В статическом режиме система управления поддерживает разность температур между ячейкой и внутренней охранной оболочкой ($T_0 - T_1$), равную программно заданному адиабатическому значению $(T_0 - T_1)_a$, с погрешностью $\Delta T_a = (T_0 - T_1) - (T_0 - T_1)_a < 0,001$ К. В режиме нагрева разность ΔT_a при низких температурах не превышает 0,01 К. На рис. 5 показан пример серии измерений как результат работы системы управления при температуре 485 °С – окно программы обработки результатов измерений, где зависимость 4 имеет антисимметричный вид, $\Delta T_a \leq 0,006$ °С.

Отклонение можно ещё уменьшить, если управление будет основываться на модели объекта, более точной, чем система (3), и учитывать постоянные времени датчиков температуры, задержки при распространении теплоты по элементам конструкции, дополнительные каналы теплообмена и т. д. Формирование такой модели и определение её коэффициентов по данным измерений планируется реализовать в будущем методами генеративного дизайна [11]. Адекватная модель позволит применить соответствующие методы управления [12].

Непосредственный вклад в погрешность измерений вносит интегральный параметр ΔT_e (от англ. *error*), учитывающий нарушение адиабатичности в результате отклонения ΔT_a от нуля, который удобно выразить как погрешность приращения температуры

$$\Delta T_e = \int \left(\frac{\partial}{\partial \Delta T_a} \frac{dT}{dt} \right) \Delta T_a dt \approx \left(\frac{\partial}{\partial \Delta T_a} \frac{dT}{dt} \right)_T \int \Delta T_a dt = K_T \int \Delta T_a dt. \quad (7)$$

Интеграл в правой части (7), вычисленный в процессе обработки результатов измерений, в большинстве случаев не превышает 1 К·с. В дополнительных экспериментах по измерению зависимости скорости изменения температуры ячейки от разности температур $T_0 - T_1$ получен коэффициент $K_T = 0,8 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ (в диапазоне до 350 °С – не более $0,3 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$). Таким образом $\Delta T_e \leq 0,0024$ К, что с учётом подъёма температуры за время нагрева примерно на 8 К даёт пренебрежимо малую погрешность 0,03 %.

Результаты. На рис. 6 показано отклонение результатов измерения теплоёмкости пустого калориметра от аппроксимирующего полинома четвёртой степени во всём рабочем диапазоне температуры. Среднее квадратическое отклонение результатов составляет менее 0,02 %, что соответствует приведённым выше оценкам.

Результаты измерения теплоёмкости различных материалов и их сравнение с существующими литературными данными приведены в статье [13], согласно которой расширенная неопределённость измерений основным адиабатическим калориметром КА-С4 эталонного комплекса в рабочем диапазоне температуры ГЭТ 60-2019 не превышает 0,27–0,36 % при коэффициенте охвата $k = 2$.

Закключение. Описываемая конструкция калориметра и системы управления, а также разработанный на основе математической модели алгоритм управления практически доказали эффективность при прецизионных измерениях. Результаты измерений согласуются как с имеющимися в литературе [7, 13] данными по стандартным материалам, так и с теоретическими прогнозами теплофизических свойств веществ [14], экспериментальные данные по которым в литературе отсутствуют. Статья может быть рекомендована разработчикам, производителям и пользователям высокоточных адиабатических калориметров.

Список источников

1. Компан Т. А., Кулагин В. И., Власова В. В., Кондратьев С. В., Лукин А. Я., Пухов Н. Ф. Государственный первичный эталон

единицы удельной теплоёмкости твёрдых тел ГЭТ 60-2019 // Измерительная техника. 2020. № 6. С. 3–8.
<https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2020-6-3-8>

2. Пат. № RU 2727342 C1 РФ / Т. А. Компан, В. И. Кулагин, В. В. Власова, В. П. Ходунков // Изобретения. Полезные модели. 2020. № 21.

3. Хеммингер В., Хене Г. Калориметрия: Теория и практика. М.: Химия, 1989. 175 с.

4. Pramann A., Krupke H.-W., Moriya Y., Rudtsch S., Sarge S. M., Phase transitions of gallium and indium, determined by adiabatic calorimetry, *Physikalisch-Technische Bunsentagung, Anmerkungen zur Konferenz PTB*, Saarbrücken, Germany, 1–3 May 2008, 279 p.

5. Zhi Cheng Tan, Quan Shi and Xin Liu, in book *Calorimetry – Design, Theory and Applications in Porous Solids*, ed. by Juan Carlos Moreno-Piraján, IntechOpen, 2018.

<https://doi.org/10.5772/intechopen.76151>

6. Nishiyama E., Tsukushia I., Fujimuraa J., Yokotaa M., *Thermochimica Acta*, 2020, vol. 692, 178151.

<https://doi.org/10.1016/j.tca.2020.178751>

7. Stolen S., Glockner R., Gronvold F., *J. Chem. Thermodynamics*, 1996, vol. 28, pp. 1263–1281.

<https://doi.org/10.1006/jcht.1996.0113>

8. Компан Т. А., Власова В. В., Кулагин В. И. Оценка влияния теплообменного газа в калориметре на погрешность измерений удельной теплоёмкости // Метрология 2020. № 3. С. 43–52. <https://doi.org/10.32446/0132-4713.2020-3-43-52>

9. Денисенко В. ПИД-регуляторы: вопросы реализации (часть 1) // Современные технологии автоматизации. 2007. № 4. С. 86–97.

10. Денисенко В. ПИД-регуляторы: вопросы реализации (часть 2) // Современные технологии автоматизации. 2008. № 1. С. 86–99.

11. Maslyayev M., Hvatov A., Kalyuzhnaya A. V., *J. Comp. Sci.*, 2021, vol. 53, 101345. <https://doi.org/10.1016/j.jocs.2021.101345>

12. Гайдук А. Р. Об управлении многомерными объектами // Автоматика и телемеханика. 1998. № 12. С. 22–37.

13. Компан Т. А., Кулагин В. И., Власова В. В., Кондратьев С. В., Пухов Н. Ф. Система метрологического обеспечения измерений единицы удельной теплоёмкости в диапазоне температур от 260 до 870 К. Государственный первичный эталон и средства передачи // Эталоны. Стандартные образцы. 2020. Т. 16. № 2. С. 21–29.

<https://doi.org/10.20915/2687-0886-2020-16-2-21-29>

14. Компан Т. А., Кулагин В. И., Власова В. В., Кондратьев С. В., Пухов Н. Ф. Измерение удельной теплоёмкости

бериллия в диапазоне температур 260–870 К // Измерительная техника. 2021. № 3. С. 29–32.

<https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-3-29-32>

References

1. Kompan T. A., Kulagin V. I., Vlasova V. V., et al., *Measurement Techniques*, 2020, vol. 63, no. 6, pp 407–413.

<https://doi.org/10.1007/s11018-020-01802-3>

2. Kompan T. A., Vlasova V. V., Kulagin V. I., Hodunkov V. P., RF Patent no. RU 2727342 C1 14, *Byull. Izobret.*, no. 21 (2020).

3. Hemminger W., Hohne G. W. H., *Calorimetry – Fundamentals and Practice*, VCH Verlag, Weinheim, 1984, 176 p.

4. Pramann A., Krupke H.-W., Moriya Y., Rudtsch S., Sarge S. M., Phase transitions of gallium and indium, determined by adiabatic calorimetry, *Physikalisch-Technische Bunsentagung, Anmerkungen zur Konferenz PTB*, Saarbrücken, Germany, 1–3 May 2008, 279 p.

5. Zhi Cheng Tan, Quan Shi and Xin Liu, in book *Calorimetry – Design, Theory and Applications in Porous Solids*, ed. by Juan Carlos Moreno-Piraján, IntechOpen, 2018.

<https://doi.org/10.5772/intechopen.76151>

6. Nishiyama E., Tsukushia I., Fujimuraa J., Yokotaa M., *Thermochimica Acta*, 2020, vol. 692, 178151.

<https://doi.org/10.1016/j.tca.2020.178751>

7. Stolen S., Glockner R., Gronvold F., *J. Chem. Thermodynamics*, 1996, vol. 28, pp. 1263–1281.

<https://doi.org/10.1006/jcht.1996.0113>

8. Kompan T. A., Vlasova V. V., Kulagin V. I., *Measurement Techniques*, 2020, vol. 63, no. 9, pp. 747–750.

<https://doi.org/10.1007/s11018-021-01849-w>

9. Denisenko V., PID-regulatory: voprosy realizacii (chast' 1), *Sovremennye tekhnologii avtomatizacii*, 2007, no. 4, pp. 86–97. (In Russ.)

10. Denisenko V., PID-regulatory: voprosy realizacii (chast' 2), *Sovremennye tekhnologii avtomatizacii*, 2008, no. 1, pp. 86–99. (In Russ.)

11. Maslyayev M., Hvatov A., Kalyuzhnaya A. V., *J. Comp. Sci.*, 2021, vol. 53, 101345. <https://doi.org/10.1016/j.jocs.2021.101345>

12. Gayduk A. R., Ob upravlenii mnogomernymi ob"ektami, *Automation and Remote Control*, 1998, vol. 59, no. 12, pp. 1715–1727. (In Russ.)

13. Kompan T. A., Vlasova V. V., Kulagin V. I. et al., *Measurement Standards. Reference Materials*, 2020, vol. 16 (2), pp. 21–29. (In Russ.) <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2020-16-2-21-29>

14. Kompan T. A., Kulagin V. I., Vlasova V. V., Kondratiev S. V., Pukhov N. F., *Measurement Techniques*, 2021, vol. 64, no. 3, pp. 205–209. <https://doi.org/10.1007/s11018-021-01919-z>

Статья поступила в редакцию 31.08.2021; одобрена после рецензирования 30.09.2021; принята к публикации 05.10.2021.
 The article was submitted 31.08.2021; approved after reviewing 30.09.2021; accepted for publication 05.10.2021.

Многомерная пространственная фильтрация для повышения точности измерений электродинамических характеристик излучения антенн

Михаил Алексеевич Озеров¹, Андрей Витальевич Титаренко²✉

^{1, 2} Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений, Менделеево, Московская обл., Россия

¹ozerov@vniiftri.ru, <https://orcid.org/0000-0002-9936-9777>

²titarenko@vniiftri.ru✉, <https://orcid.org/0000-0002-4196-6894>

Аннотация. Рассмотрена проблема уменьшения погрешностей измерений электродинамических характеристик излучения антенн с использованием измерительных комплексов в дальней зоне. Наиболее значимыми ограничениями при таких измерениях являются сферичность фазового фронта и многолучевые переотражения. Невозможность обеспечения указанных условий может приводить к недопустимым погрешностям измерений и необходимости использования комплексов других типов. Предложен метод повышения точности измерений диаграмм направленности антенн в зоне Френеля в условиях многолучевых переотражений. Рассматриваемый метод можно применять для расширения номенклатуры антенн, испытываемых с помощью измерительных комплексов дальней зоны. Реализация метода позволяет существенно снизить требования к характеристикам измерительных комплексов и, следовательно, уменьшить расходы на испытания антенных устройств и систем. Суть предлагаемого метода заключается в синтезировании пространственной (двух- или трёхмерной) импульсной характеристики антенны путём преобразования исходной частотно-угловой зависимости коэффициента передачи. Физический смысл преобразования можно интерпретировать как восстановление распределений эквивалентных полей на плоскости или в объёме, содержащем испытываемую антенну либо её геометрическую проекцию на плоскость вращения. Уменьшение погрешности, обусловленной многолучевым распространением электромагнитного поля, происходит за счёт фильтрации синтезируемой пространственной импульсной характеристики антенны от сигналов из-за переотражений, находящихся за пределами выделяемого объёма. Линейность используемых преобразований допускает возможность пересчёта синтезированной характеристики на произвольное расстояние. Таким образом, обеспечивается возможность восстановления диаграммы направленности в зоне Фраунгофера и уменьшение погрешности, обусловленной сферичностью фазового фронта электромагнитного поля. Особенность предложенного метода – существенное увеличение отношения сигнал-шум. Приведены основные теоретические соотношения и результаты экспериментальных исследований по опробованию метода.

Ключевые слова: антенна, антенные измерения, диаграмма направленности, временная область, зона Френеля, импульсная характеристика, многолучевые переотражения, стробирование

Для цитирования: Озеров М. А., Титаренко А. В. Многомерная пространственная фильтрация для повышения точности измерений электродинамических характеристик антенн // Измерительная техника. 2021. № 11. С. 46–54. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-11-46-54>

Multidimensional spatial filtering to improve the antennas electrodynamic characteristics measurements accuracy

Mikhail A. Ozerov¹, Andrey V. Titarenko²✉

^{1, 2} Russian Metrological Institute of Technical Physics and Radio Engineering, Mendeleev, Moscow region, Russia

¹ozerov@vniiftri.ru, <https://orcid.org/0000-0002-9936-9777>

²titarenko@vniiftri.ru✉, <https://orcid.org/0000-0002-4196-6894>

Abstract. The article describes the problem of reducing the measurement uncertainties of the electrodynamic characteristics of antenna radiation using the far-field measuring systems. The most significant limitations in such measurements are the sphericity of the phase front and multipath reflections. The impossibility of ensuring the specified conditions can lead to unacceptable measurement uncertainties and to the need of using another measurement system's type. A method is proposed for increasing the accuracy of measuring antenna radiation patterns in the Fresnel zone under conditions of multipath reflections. The considered method can expand the nomenclature of antennas tested by the far-field measuring systems. The use of this method can significantly reduce the requirements for the characteristics of measuring systems and, therefore, reduce the cost of antenna testing. The essence of the proposed method is to synthesize the spatial (two- or three-dimensional) impulse response of the antenna by transforming

the original frequency-angular dependence of the transmission coefficient. The physical meaning of the transformation can be interpreted as the reconstruction of the equivalent field distributions containing the test antenna or its geometric projection onto the rotation plane. The reducing of uncertainty caused by the multipath propagation of the electromagnetic field achieves by the filtering of the synthesized antenna spatial impulse response from the signals outside of the allocated volume. The used transformations linearity allows the possibility of recalculating the synthesized characteristic to an arbitrary distance. Thus, it is possible to reconstruct the antenna pattern in the Fraunhofer region and reduce the uncertainty caused by the electromagnetic field wavefront sphericity. The feature of the proposed method is the significant signal-to-noise ratio increase. The main theoretical relations and the results of experimental studies on testing the method are presented in this article.

Keywords: antenna, antenna measurements, antenna pattern, Fresnel zone, gating, impulse response, multipath reflections, time domain

Введение. Важнейшую роль при создании антенн играют результаты измерений, выполненных на специализированных антенных полигонах и измерительных комплексах, обеспечивающих имитацию условий дальней зоны и свободного пространства. Для этих целей используются безэховые камеры, радиоколлиматоры, устройства, осуществляющие сканирование электромагнитного поля в ближней зоне. Известным способом измерений свойственны те или иные ограничения и недостатки. Борьба за точность измерений электродинамических характеристик излучения антенн во многом сводится в приближении реальных условий измерений к идеальным – бесконечному расстоянию до источника сигнала и отсутствию многолучевых переотражений. Наиболее распространены измерения в дальней зоне, при выполнении которых предполагается, что сферичностью фазового фронта электромагнитного поля у апертуры приёмной антенны можно пренебречь. Такое допущение изначально является источником погрешности измерений. Другим ключевым источником погрешности измерений являются многолучевые переотражения, для уменьшения интенсивности которых используют безэховые камеры. На практике возникает противоречие между одновременным выполнением указанных условий, поскольку уменьшение сферичности фазового фронта требует увеличения длины безэховой камеры, а для уменьшения уровня многолучевых переотражений необходимо увеличение её ширины и высоты [1]. В итоге стоимость оборудования антенного полигона, в ключевой степени определяемая его габаритными размерами, может стать неприемлемой. Этот фактор серьёзно ограничивает номенклатуру антенн, характеристики которых измеряются в дальней зоне, и вынуждает использовать методы математической обработки результатов измерений.

Условие дальней зоны определяет минимальное расстояние $R_{\min}$ между антенной и точечным излучателем и предполагает, что неравномерность фазового распределения на апертуре антенны не превышает $\pi/8$ [2]:

$$R_{\min} = 2D^2/\lambda, \quad (1)$$

где D – максимальный размер апертуры антенны; λ – длина волны.

Измерения на меньших расстояниях характеризуются не полностью сформированными диаграммами направленности (ДН). Вследствие этого возникают погрешности измерений коэффициента усиления антенн и формы амплитудных ДН.

Общий характер погрешности измерений, возникающей из-за сферичности фазового фронта, можно описать как «заплывание» ДН. Физический смысл этого явления заключается в несфокусированности ДН, что препятствует точной оценке уровней боковых лепестков и угловых характеристик ДН. Высокая стоимость реализации условий, заданных формулой (1), для электрически больших антенн привела к распространению методов измерений в ближней зоне и созданию компактных полигонов на базе радиоколлиматоров. С появлением доступа к необходимым вычислительным ресурсам развиваются математические методы коррекции результатов измерений.

Переотражения, вызванные многолучевым распространением электромагнитного поля, также существенно влияют на результаты измерений пространственных характеристик антенн. Измеряемая ДН антенны в направлении источника переотражений искажается на величину, зависящую от комплексной суммы векторов полей, принятых апертурой антенны с разных направлений. Уровень многолучевых переотражений ограничивает диапазон измерений ДН и в значительной степени определяет суммарную погрешность. Помимо использования радиопоглощающих материалов для уменьшения погрешности из-за переотражений применяют стробирование сигналов по их временной задержке. Для обеспечения разрешения по времени можно использовать сверхкороткие видео- или радиоимпульсы, наибольшее же распространение получил метод стробирования в синтезированной временной области или дискретного частотного синтеза (ДЧС) [3]. Основное соотношение для стробирования с использованием ДЧС можно записать в непрерывном виде:

$$F'(\theta, \varepsilon, f) = \int_t \left(\frac{W(t)}{2\pi} \int_f F(\theta, \varepsilon, f) e^{j2\pi f t} d\omega \right) e^{-j2\pi f t} dt, \quad (2)$$

где $F(\cdot)$, $F'(\cdot)$ – измеренная и стробированная комплексные частотные зависимости ДН соответственно; $W(\cdot)$ – стробирующая функция; θ , ε – углы соответственно азимута и места; f , t – частота и временная задержка соответственно.

Из (2) следует, что применение ДЧС обеспечивает временное (продольное пространственное) разрешение для каждого угла установки по осям θ , ε . Достоинствами данного метода является простота реализации как в виде программной опции векторного анализатора цепей, так и в виде отдельных программных модулей. Эффективность стробирования

определяется совокупностью факторов: формами импульсных характеристик антенн, шириной полосы частот и шагом по частоте, геометрической конфигурацией антенного полигона. При определённом сочетании указанных факторов применение ДЧС позволяет снизить требования к уровням многолучевых переотражений в рабочей зоне антенного полигона до двух-трёх порядков. Поскольку для стробирования необходимо обеспечить временную задержку между сигналами, принимаемыми с разных направлений, то использование ДЧС не допускает удлинение полигона без увеличения его поперечных размеров и может потребовать сокращения расстояния между антеннами. Следовательно, погрешность из-за сферичности фазового фронта не сможет быть устранена.

Уменьшить погрешности измерений ДН, обусловленных сферичностью фазового фронта, можно, если пересчитать амплитуды и фазы компонентов электромагнитного поля из промежуточной в дальнюю зону на фиксированной частоте с использованием известных алгоритмов преобразования, основанных на теореме Кирхгофа-Гельмгольца [4–6]. Такие алгоритмы учитывают информацию об угловом распределении электромагнитного поля и характеризуются фильтрующими свойствами, кроме того, возможно последовательное применение метода ДЧС и алгоритма пересчёта в дальнюю зону. Необходимость сочетания разных

методов математической обработки для обеспечения высокой точности измерений делает актуальным разработку одного универсального метода, не требующего дополнительных измерений или аппаратной модернизации измерительного комплекса.

Цель работы – разработка метода математической обработки результатов измерений, обеспечивающего уменьшение погрешностей, обусловленных сферичностью фазового фронта и многолучевыми переотражениями.

Описание метода. Предлагаемый метод является развитием метода ДЧС для двух- и трёхмерных пространственных координат и позволяет одновременно и эффективно уменьшать погрешности измерений, возникающие из-за несоблюдения условий дальней зоны и свободного пространства. Суть метода фактически сводится к получению некоего аналога сглаженной импульсной характеристики (СИХ) антенны в двух- или трёхмерном пространстве. Для восстановления такой пространственной импульсной характеристики используется следующее соотношение (при трёхмерной задаче восстановления):

$$H(x, y, z) = \iiint_{\theta, \varepsilon, f} F(\theta, \varepsilon, f) e^{jk(f)r(x, y, z, \theta, \varepsilon)} df d\varepsilon d\theta, \quad (3)$$

где $k(f)$ – волновое число; $r(x, y, z, \theta, \varepsilon)$ – длина радиус-вектора от фазового центра облучателя до синтезируемого элемента СИХ.

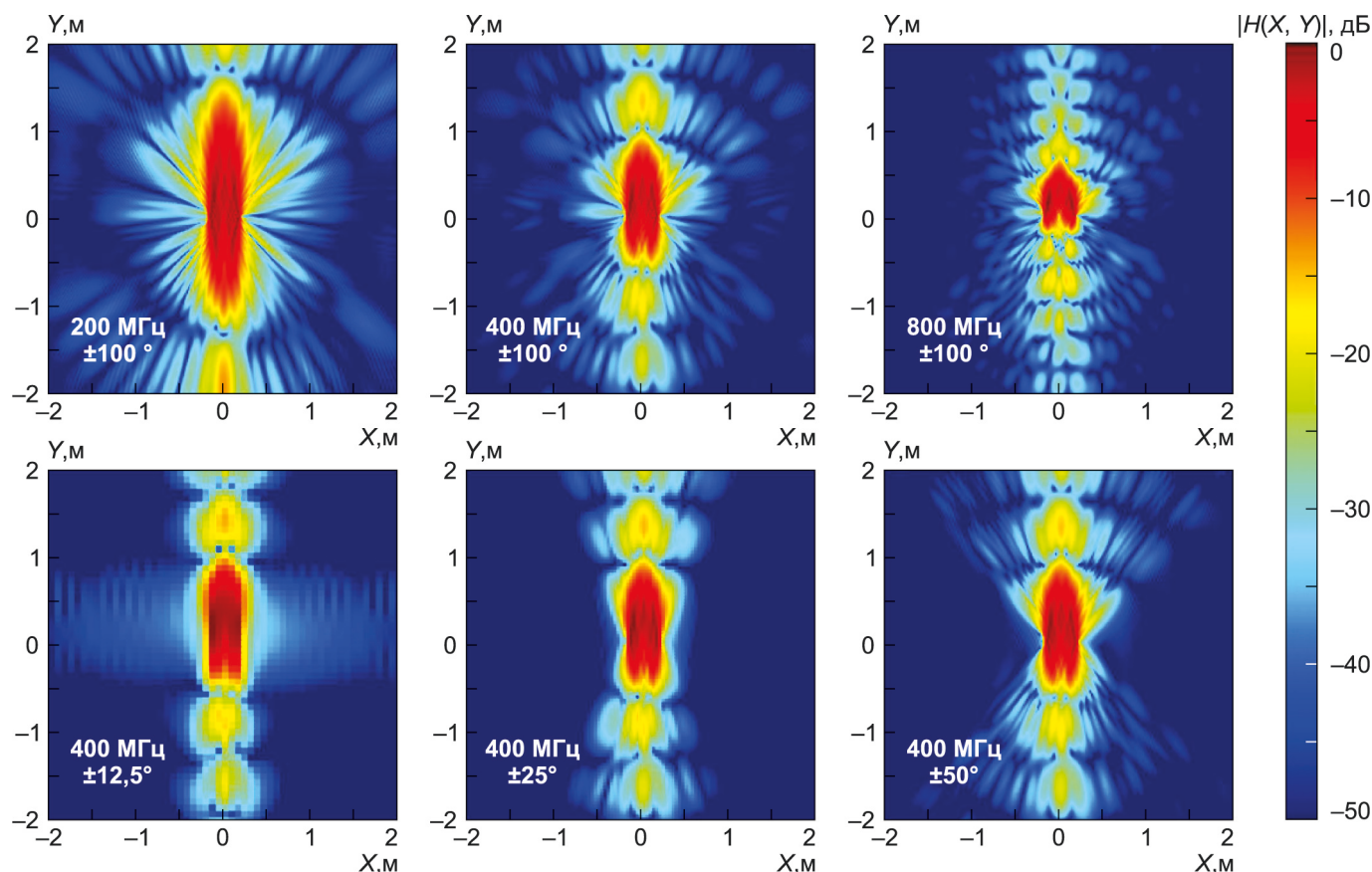


Рис. 1. Двумерная пространственная импульсная характеристика антенной решётки в разных полосах частот и диапазонах углов: сектор углов $\pm 100^\circ$ в полосах частот 800; 400; 200 МГц; полоса частот 400 МГц в секторах углов $\pm 50^\circ$; $\pm 25^\circ$; $\pm 12,5^\circ$

Fig. 1. Two-dimensional spatial impulse responses of the antenna array in the different frequency bands and angle sectors: angle sector $\pm 100^\circ$ with frequency bandwidths 800, 400 и 200 MHz; frequency bandwidth 400 MHz with angle sectors $\pm 50^\circ$; $\pm 25^\circ$; $\pm 12.5^\circ$

Приравнивая аргументы θ , ε к константам, можно увидеть приближение (3) к обратному преобразованию Фурье. Пространственная СИХ соответствует набору эквивалентных источников импульсов электромагнитного поля. Наиболее близкой из встречающихся на практике аналогий, поясняющих физический смысл предложенного преобразования, является синтезирование радиолокационного изображения объекта путём преобразования комплексной многочастотной диаграммы обратного рассеяния. Исходя из этого $H(x, y, z)$ можно назвать «электрическим изображением антенны», т. е. усреднённой по частоте плотности эквивалентных полей в заданном объёме (или их проекции на плоскость), формирующих распределение поля на поверхности, на которой производятся измерения. Способы приведения уравнения (3) к быстрому преобразованию Фурье рассмотрены в [7], критерии выбора углового шага и необходимой полосы частот исследованы в [8].

Примеры пространственных СИХ щелевой антенной решётки, синтезированных для разных частотных полос и угловых диапазонов, показаны на рис. 1. На представленных СИХ направление излучения совпадает с направлением оси ОУ. Разрешающая способность синтезированных СИХ увеличивается с расширением полосы частот и диапазона углов. В отличие от дальностных портретов, синтезируемых с использованием ДЧС, даже в сравнительно узких полосах частот (порядка сотен мегагерц) СИХ обеспечивает приемлемое для дальнейшего анализа сжатие сигнала.

Синтезирование пространственной СИХ антенны – промежуточный этап обработки результатов измерений. Для большинства исследуемых антенн синтезированные распределения эквивалентных полей быстро спадают за их физическими границами, следовательно, такие поля вне определённого объёма не несут значимой информации об объекте измерений. Поскольку геометрические характеристики исследуемой антенны априори известны, то следующим шагом является анализ и стробирование (3) интересующего объёма синтезированной пространственной СИХ пространственным окном $W(x, y, z)$:

$$H'(x, y, z) = H(x, y, z)W(x, y, z). \quad (4)$$

Особенностью полученных пространственных СИХ является расфокусирование вторичных источников полей, удалённых от центра СИХ, а следовательно, стробируемого объёма. Вследствие этого эффективность фильтрации близкорасположенных источников помех оказывается выше в сравнении с методом ДЧС.

Задача восстановления полей в дальней зоне может быть решена с использованием соотношения для произвольного расстояния между излучателем и исследуемой антенной:

$$F'(\theta, \varepsilon, f) = \iiint_{xyz} H'(x, y, z) e^{-jk(f)r(x, y, z, \theta, \varepsilon)} dz dy dx, \quad (5)$$

где $r(x, y, z, \theta, \varepsilon)$ – длина радиус-вектора от синтезированного элемента СИХ до заданной точки наблюдения.

Из (5) следует, что значение $r(\cdot)$ можно устанавливать произвольно. Принимая во внимание тот факт, что условие (1) описывает сферическое поле с неравномерностью фазы на апертуре равной $\pi/8$ и выполнение этого условия характеризуется соответствующей погрешностью, то целесообразно устанавливать значение длины радиус-вектора $r(\cdot) \gg R_{\min}$. При измерениях исходных данных для синтезирования СИХ требование по соблюдению условия дальней зоны не налагается, а информация о сферичности фазового фронта заложена в длину радиус-вектора $r(\cdot)$. Поэтому, применение рассматриваемого метода позволяет многократно снизить расстояние между антеннами и добиться меньшей погрешности из-за сферичности фазового фронта электромагнитного поля.

Одно из полезных свойств широкополосных методов измерений – увеличение отношения сигнал-шум. Поскольку преобразование измеренного частотного спектра во временную область эквивалентно сжатию сигнала, то выигрыш в отношении сигнал-шум можно оценить как отношение длительности синтезируемой временной развёртки к эффективной ширине окна, используемого для стробирования полезного сигнала. Например, при шаге между частотами 10 МГц длительность развёртки составляет 100 нс и при длительности строба 3 нс выигрыш в отношении сигнал-шум составит около 15 дБ. В случае фильтрации двух- или трёхмерной СИХ выигрыш может увеличиваться пропорционально количеству измеренных угловых отсчётов. Так как размеры синтезируемого пространства $[x, y, z]$ – задаваемая величина, то вычисление отношения синтезированной площади (объёма) к стробируемой не имеет смысла. Подробная оценка изменения отношения сигнал-шум при применении многомерной пространственной фильтрации в данной работе не проводилась.

Экспериментальные результаты. Приведённые далее результаты измерений получены в безэховой камере ВНИИФТРИ. Измерительный комплекс включает в себя векторный анализатор цепей и опорно-поворотное устройство на подвижном основании, которое перемещается по рельсовой дорожке и обеспечивает точную установку расстояния между антеннами. Габаритные размеры используемой камеры составляют 20×14×9 м. Поверхность стен камеры облицована радиопоглощающим материалом VHP-18NRL, однако вблизи плоскости азимутального вращения антенн присутствовали отражающие элементы. Эквивалентный уровень помех при измерениях составлял порядка –60 дБ.

Измерения проводили в X-диапазоне частот на согласованной поляризации. В качестве объектов измерений использовали пирамидальный рупор типа П6-139/3 и щелевую антенную решётку. Размеры раскрыва рупора П6-139/3 200×150 мм, а расстояние $R_{\min} = 2,67$ м (на частоте 10 ГГц), длина раскрыва антенной решётки в плоскости измерений 370 мм, а $R_{\min} = 8,72$ м (на частоте 9,55 ГГц). Для точного описания условий измерений необходим учёт характеристик вспомогательных антенн. В случае если апертура вспомогательной антенны сопоставима по размерам с апертурой испытываемой антенны, то оценка $R_{\min}$ должна увеличиться в четыре раза. В дополнение к этому на результат измерений также влияет направленность излучения вспомогательной

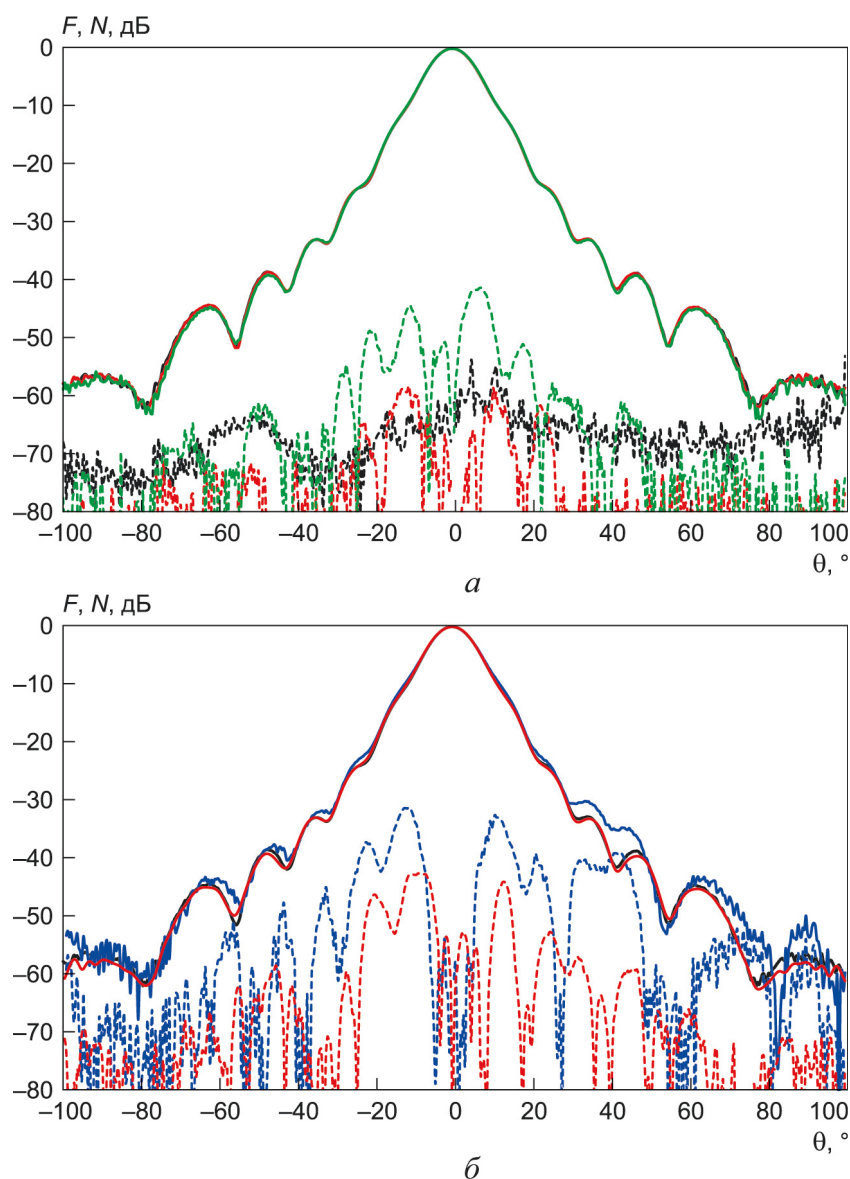


Рис. 2. Результаты измерений уровней амплитудных ДН пирамидального рупора в H -плоскости при расстояниях R между антеннами 13; 3 м соответственно a , b : — опорная ДН; — ДН без фильтрации; — ДН после одномерной фильтрации; — ДН после двумерной фильтрации; - - - ЭУП без фильтрации; - - - ЭУП после усреднений; - - - ЭУП после одномерной фильтрации; - - - ЭУП после двумерной фильтрации

Fig. 2. Results of measurements of the pyramidal horn H -plane amplitude pattern $R = 13$ m (a), $R = 3$ m (b):

— reference pattern; — pattern without filtering; — pattern after single-dimensional filtering; — pattern after two-dimensional filtering; - - - equivalent noise level without filtering; - - - equivalent noise level after averaging; - - - equivalent noise level after single-dimensional filtering; - - - equivalent noise level after two-dimensional filtering

антенны, неучтённая в алгоритмах преобразований. Поэтому при измерениях на максимальном удалении в качестве вспомогательной антенны применяли второй рупор типа П6-139/3, а для некоторых измерений в промежуточной зоне — открытый конец волновода.

На первом этапе измеряли сечения ДН пирамидального рупора в H -плоскости на расстоянии около 13 м с шагом

порядка одной длины волны. Путём арифметического скалярного усреднения десяти измеренных сечений ДН получена опорная ДН, используемая в качестве эталонной для сравнения с результатами последующих экспериментов. Погрешность измерений напрямую зависит от отношения уровня измеряемой ДН к уровню многолучевых переотражений и инструментальной погрешности измерительной системы. Обобщённым критерием качества выполненных измерений служит эквивалентный уровень помех (ЭУП), определяемый совокупностью методических и технических факторов и вычисляемый как

$$N(\theta) = 20 \lg[(\delta(\theta) - 1)/(\delta(\theta) + 1)] + 10 \lg|F(\theta)|,$$

где $\delta(\theta) \approx \max\{|F_i(\theta)|\} / \min\{|F_i(\theta)|\}$ — разброс значений для ансамбля диаграмм или $\delta(\theta) \approx (|F(\theta)|/\bar{F}(\theta))^2$ для отдельной диаграммы; $\bar{F}(\theta)$ — опорная ДН.

Оценим погрешность измерений уровней ДН на основе ЭУП:

$$\delta F(\theta) = 20 \lg[1 \pm 10^{0.05(N(\theta) - F_A(\theta))}],$$

где $F_A(\theta) = 10 \lg|F(\theta)|$ — уровни амплитудной ДН, выраженные в децибелах.

Эквивалентный уровень помех при измерениях опорной ДН составил $-65 \dots -70$ дБ. Полученные значения преимущественно обусловлены шумами векторного анализатора с уровнем относительно максимума ДН около -75 дБ, а также несколькими источниками многолучевых переотражений. В данном случае значения эквивалентного уровня помех, определённые через максимальные значения отклонений результатов измерений от среднего значения, описывают свойства измерительной установки. Поскольку измеренные диаграммы усреднены, то уровень помех для опорной ДН меньше и его можно оценить значением -70 дБ. Результаты измерений опорной ДН хорошо согласуются с проведёнными результатами электродинамического моделирования и различаются не более чем на 1,0 дБ в диапазоне $0 \dots -50$ дБ. При обработке какой-либо из диаграмм методами ДЧС и пространственной фильтрации отличия от опорной ДН не превысили соответственно 1,0 и

0,3 дБ. Результаты, полученные в ходе измерений на расстоянии между антеннами 13 м, представлены на рис. 2, a .

Для проверки свойств многомерной фильтрации поворотное устройство с испытываемой антенной перемещали по рельсовой дорожке в направлении неподвижной вспомогательной антенны. В отдельных пространственных точках повторно измеряли сечения ДН. Наиболее интересны результаты

измерений при минимальном расстоянии между антеннами, которое в ходе экспериментов составило около 3 м, что даже превышает значение $R_{\min}$. На данном расстоянии в качестве вспомогательной антенны использовали открытый конец волновода. Это обусловило не только более высокий уровень многолучевых переотражений из-за широкой ДН, но и меньший уровень сигнала на входе измерителя. Сравнение измеренной и восстановленной ДН с опорной ДН приведено на рис. 2, б. В результате обработки ЭУП для всего диапазона углов уменьшен на 10–15 дБ. Достигнутый эффект обусловлен совокупностью фильтрующих и восстанавливающих свойств метода.

Сравнивая результаты пространственной фильтрации (см. рис. 2), получим, что значения ЭУП на расстояниях 13 и 3 м различаются на 15 дБ. Такой результат может быть связан как с ограничениями используемого метода, так и с условиями проведения эксперимента – незначительным параллаксом при измерениях и неточным учётом расстояния между фазовыми центрами антенн. Тем не менее, представленные экспериментальные результаты подтверждают возможность увеличения диапазона измеряемых уровней ДН, что также позволяет повысить точность измерений или снизить требования по коэффициенту безэховости используемых безэховых камер.

Необходимо отметить, что амплитудная ДН рупорной антенны в H -плоскости формируется достаточно близко от раскрыва, и восстанавливающий эффект в указанной серии экспериментов показан недостаточно убедительно. В то же время фильтрующие свойства метода вполне очевидны благодаря тому, что уровни ДН в данной плоскости опускаются ниже уровней многолучевых переотражений. Применение ДЧС позволяет исключить значительную часть многолучевых переотражений, но даже в рассмотренном случае имевшие место заметные искажения формы главного лепестка остались бы незатронутыми.

Для более наглядного показа восстанавливающих свойств была проведена серия измерений сечений ДН щелевой антенной решётки, имеющей равномерное амплитудное распределение на апертуре. Протяжённость безэховой камеры позволяла разнести антенны на расстояние до $1,5R_{\min}$, но измерения опорной ДН по аналогии с П6-139/3 при таком расстоянии характеризовались бы искажениями формы из-за сферичности фазового фронта с набегом фазы порядка $\pi/9 - \pi/10$.

Сечения ДН антенной решётки измеряли на расстояниях 3–7 м с шагом 1 м, а в качестве вспомогательной антенны использовали открытый конец волновода. Характер искажений формы ДН в области главного и первых боковых лепестков свидетельствуют о доминировании погрешно-

сти из-за сферичности фазового фронта. Дальние боковые лепестки ДН характеризуются «запылением» нулей и искажением формы ввиду явной интерференции с многолучевыми переотражениями. Таким образом, погрешности измерений, результаты которых представлены на рис. 3, а, примерно в равной степени обусловлены двумя факторами: сферичностью фазового фронта и многолучевыми переотражениями. Результаты применения пространственной фильтрации представлены на рис. 3, б. Обработанные сечения ДН характеризуются высокой степенью сходимости как в области главного,

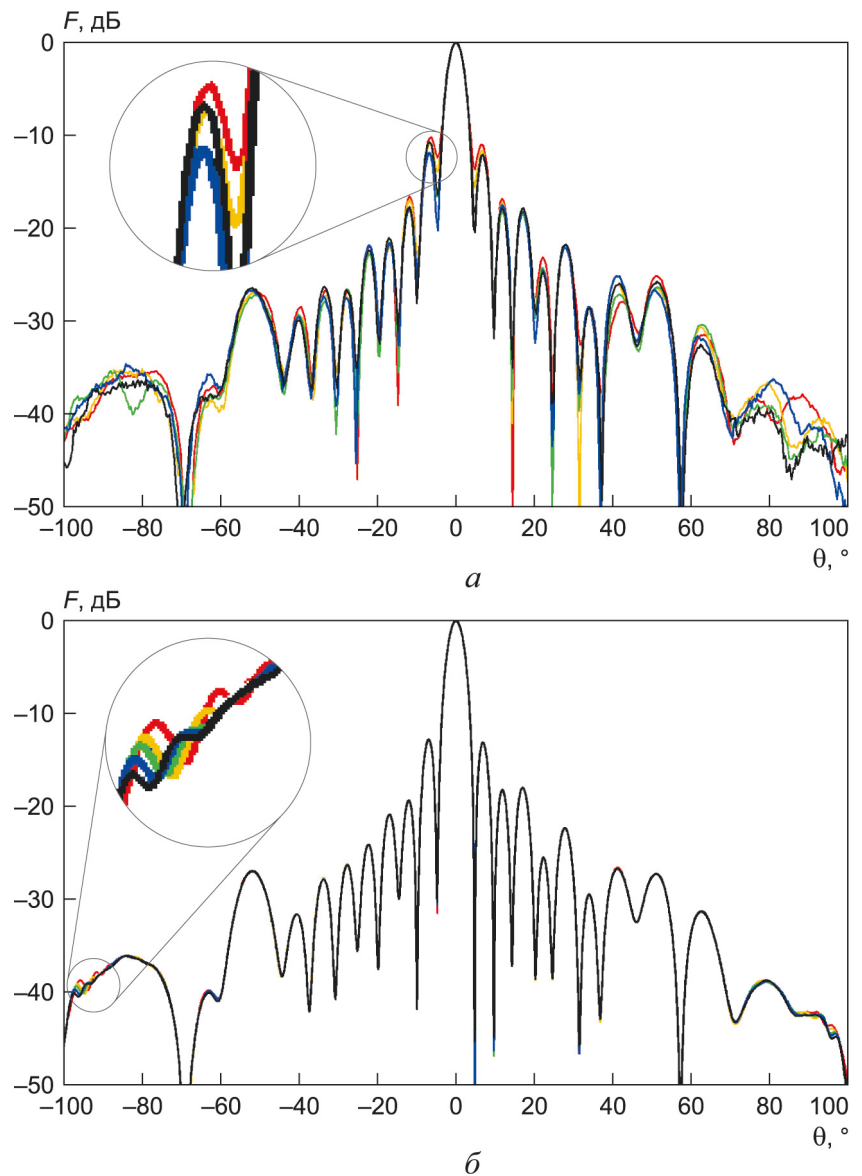


Рис. 3. Результаты измерений амплитудных ДН щелевой антенной решётки в зоне Френеля:

а, б – сечения ДН соответственно до и после обработки; $R=3; 4; 5; 6; 7$ м соответственно красные, жёлтые, зелёные, синие и чёрные кривые

Fig. 3. Slotted antenna array amplitude patterns Fresnel zone measurements results before and after processing:

а – before processing; б – after processing; $R=3; 4; 5; 6; 7$ m respectively red, yellow, green, blue and black curves

так и в области боковых лепестков. Отличия присутствуют при отстройке относительно максимума ДН на углы более 80° и связаны скорее всего с влиянием эффекта Гиббса при наложении пространственной оконной функции. Оценить эффективность применённого метода по значению ЭУП не представилось возможным ввиду отсутствия опорной ДН. В то же время характер совпадения восстановленных сечений ДН позволяет оценить уменьшение ЭУП не менее чем на 10–15 дБ во всём диапазоне углов.

Представленные результаты качественно подтверждают возможность уменьшения расстояния между антеннами в несколько раз относительно $R_{\min}$, при этом получаемые результаты характеризуются меньшими погрешностями из-за сферичности фазового фронта. Это позволяет уменьшить требования к габаритным размерам безэховых камер, которые обычно являются наиболее дорогим элементом антенного измерительного комплекса. Уменьшение расстояния также ведёт к уменьшению ослабления сигналов в радиочастотном

тракте и свободном пространстве, что особенно актуально для измерений в миллиметровом диапазоне длин волн.

Полезной особенностью методов пространственной фильтрации является увеличение отношения сигнал-шум. Некоррелированный характер шума обуславливает его равномерное распределение по временному (пространственному) спектру сигнала. Наложение строба на интересующую область приводит к исключению части шумов в результате последующего обратного преобразования в частотную или частотно-угловую область. В случае использования метода ДЧС возникающий эффект можно приблизительно оценить как отношение длительности всей развёртки к эффективной ширине используемого строба. В проведённой серии измерений с антенной П6-139/3 шаг по частоте составлял 8 МГц, а соответствующая ей длина развёртки пространственного спектра – 37,5 м. При фильтрации использовалась функция типа «окно Тьюки» с эффективной шириной около 1,2 м, а увеличение отношения сигнал-шум в результате стробирования должно было составить около 15 дБ. В случае многомерной фильтрации сжатие сигнала, поступающего на вход используемого преобразования, и последующее стробирование осуществляется двух- или трёхмерным стробом. В результате эффект от использования каждой из трёх возможных координат (продольное расстояние, углы азимута и/или места) является мультипликативным. Особенностью практической реализации рассматриваемого метода является произвольная установка границ восстанавливаемой развёртки по всем координатам с последующим выбором размеров и положения стробируемой площади или объёма. С учётом этого соотносить размеры строба и развёртки напрямую невозможно и подробно данный вопрос не рассматривался. Однако для подтверждения описываемого эффекта был проведён дополнительный эксперимент, суть которого заключалась в последовательном измерении сечений ДН при разных отношениях сигнал-шум. Уровень сигнала был уменьшен на 60 дБ путём ослабления

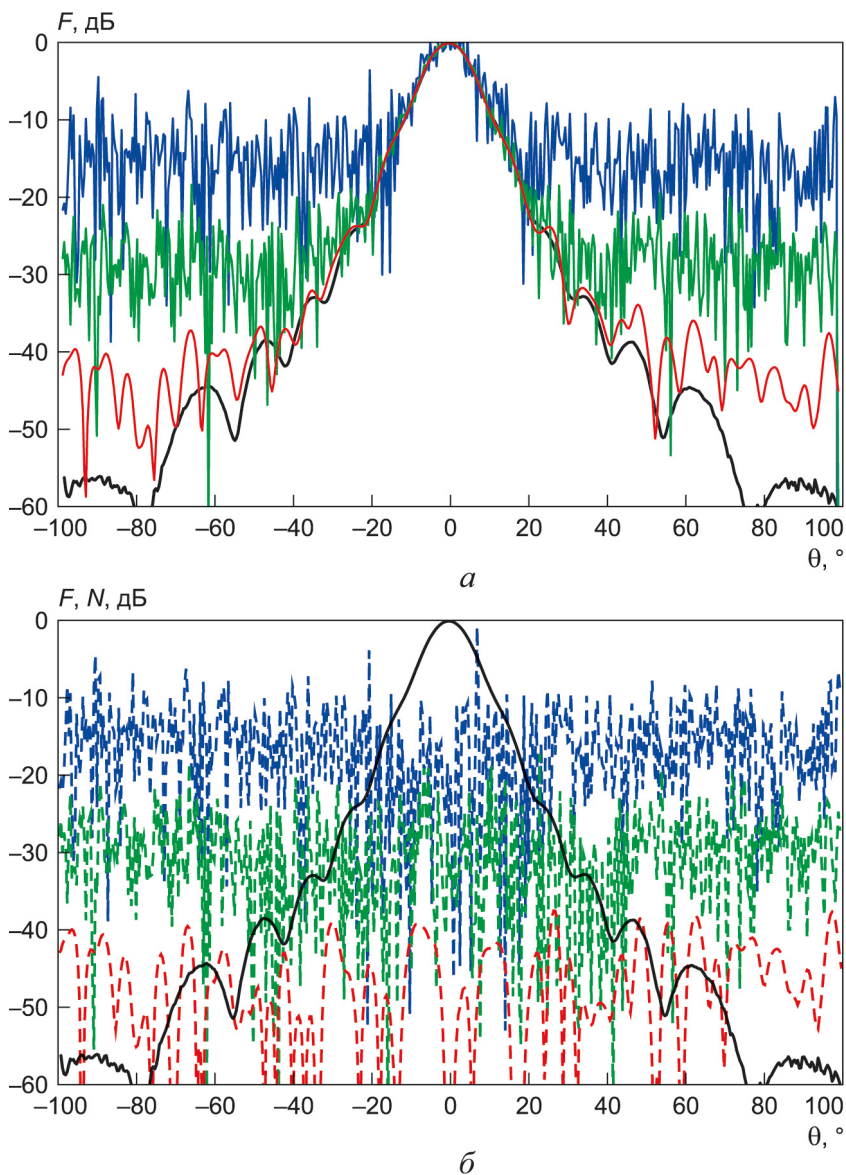


Рис. 4. Результаты измерений уровней ДН (а) и эквивалентные уровни помех (б) при малом отношении сигнал-шум:

— опорная ДН; — ДН без фильтрации; — ДН после одномерной фильтрации; — ДН после двумерной фильтрации; - - - ЭУП без фильтрации; - - - ЭУП после одномерной фильтрации; - - - ЭУП после двумерной фильтрации

Fig. 4. Horn amplitude pattern measurement results at a low signal-to-noise ratio: antenna patterns (a), equivalent noise levels (b); — reference pattern; — pattern without filtering; — pattern after single-dimensional filtering; — pattern after two-dimensional filtering; - - - equivalent noise level without filtering; - - - equivalent noise level after single-dimensional filtering; - - - equivalent noise level after two-dimensional filtering

выходной мощности передатчика векторного анализатора цепей. На рис. 4, а приведена опорная ДН и результаты измерений при уменьшенной мощности передатчика до и после фильтрации. Полученный эффект определялся путём арифметического усреднения значений ЭУП в ограниченном секторе углов (см. рис. 4, б). Измеренная ДН характеризовалась значением усреднённого ЭУП равным $-11,1$ дБ. Обработка методом ДЧС обеспечила уменьшение усреднённого ЭУП до $-25,6$ дБ, а полученный эффект оказался близок к ожидаемому и составил $14,5$ дБ. При выполнении двумерной фильтрации использовался строб в форме круга с плавным спадом, эффективный диаметр строга составлял около $1,2$ м. Полученное значение усреднённого ЭУП оказалось равным $-43,4$ дБ, что на $32,3$ дБ ниже исходного уровня шума (помех) и на $17,8$ дБ ниже уровня, полученного в результате одномерной фильтрации.

Несмотря на то, что современные векторные анализаторы цепей могут обеспечить на предельных настройках динамический диапазон измерений 120 – 140 дБ, при измерениях ДН антенн часто, особенно на частотах выше 10 ГГц, наблюдается нехватка мощности сигнала. Это связано с широким диапазоном изменения измеряемых уровней 30 – 50 дБ, потерями при распространении электромагнитного поля в свободном пространстве 20 – 40 дБ и в радиочастотном тракте 20 – 50 дБ, а также потребностью в уменьшении времени накопления относительно предельных настроек векторного анализатора цепей для обеспечения приемлемой скорости измерений 10 – 20 дБ и уменьшения мощности во избежание перенасыщения опорного канала 5 – 10 дБ. В некоторых случаях измерения в дальней зоне, несмотря на очевидные достоинства, становятся нереализуемыми или требуют применения дополнительного оборудования, например выносных смесителей, из-за возникающих ограничений динамического диапазона измерений. Поэтому показанный в ходе эксперимента выигрыш является весомым аргументом в пользу реализации данной схемы измерений, даже без учёта возможности уменьшения расстояния между антеннами. Уменьшение же расстояния позволяет дополнительно уменьшить потери мощности при распространении электромагнитного поля, а возникающие погрешности могут быть нивелированы за счёт восстанавливающих свойств рассмотренного метода.

Анализ результатов. Таким образом, суть метода заключается в восстановлении распределения полей в дальней зоне на основе синтезированного из результатов измерений в промежуточной зоне интегрального распределения эквивалентных полей в некоторой области пространства вокруг антенны. Многомерная фильтрация обеспечивает высокую эффективность уменьшения погрешностей измерений благодаря совместному использованию частотных и угловых зависимостей измеряемых электромагнитных полей. При переходе к анализу на одной частоте метод будет сводиться к известным алгоритмам восстановления ДН по результатам измерений в зоне Френеля, а при измерениях на одном угловом ракурсе – к широко распространённой фильтрации в синтезированной временной области.

Ограничения при реализации предложенного метода являются аналогичными таковым для фильтрации во временной области и заключаются в необходимости измерений с достаточно широкой полосой перестройки по частоте для обеспечения пространственного разрешения в радиальном направлении. Помимо этого, величина временной задержки прихода сигналов, обусловленных многолучевыми переотражениями, должна превышать длительность свёртки импульсных характеристик используемых антенн и фидерного тракта. Однако поскольку при восстановлении пространственной СИХ синтез производится не только за счёт перестройки частоты, но и за счёт углового перемещения, то метод менее требователен к ширине полосы частот, в которой происходит её перестройка. Также в результате математических преобразований могут появляться искажения, обусловленные эффектом Гиббса. Их уменьшение может быть достигнуто путём измерений с запасом по частотам и углам, аподизации массивов входных данных и использования сглаженных стробирующих функций.

Приведённый алгоритм преобразования использует априорную информацию о сферичности фазового фронта, заложенную в длине радиус-вектора $r'(\cdot)$. Аналогично может быть учтено ослабление поля в свободном пространстве. Однако информация о характеристиках направленности излучения вспомогательной антенны не учитывается, что ограничивает возможности уменьшения расстояния между антеннами. При сближении антенн также возрастают требования к точности оценки расстояний от фазового центра вспомогательной антенны до оси вращения, влияние которой в данной работе не рассмотрено.

Отличительной особенностью метода является возможность уменьшения расстояния между антеннами без увеличения сопутствующей погрешности измерений. Имеющийся опыт измерений свидетельствует о возможности уменьшения протяжённости измерительной трассы в пределах одного порядка относительно $R_{\min}$.

Получение исходных данных для многомерной фильтрации предполагает измерения в полосе частот с малым шагом, что длительнее измерений на одной или нескольких фиксированных частотах, но эквивалентно времени измерений с применением метода ДЧС, использующего такой же массив исходных данных. Вычисления согласно соотношениям (3)–(5) гораздо более ресурсоёмкие, чем (2). Вместе с тем, преобразования (3) и (5) могут быть сведены к быстрому преобразованию Фурье, допускают параллелизацию и не требуют использования сверхпроизводительного компьютера.

Заключение. Предложенный метод имеет важные практические достоинства. Во-первых, многомерная пространственная фильтрация обеспечивает более эффективное уменьшение влияния многолучевых переотражений на результаты измерений и, тем самым, расширение их динамического диапазона. Во-вторых, возможность восстановления результатов измерений из зоны Френеля в зону Фраунгофера позволяет в несколько раз уменьшить расстояние между измеряемыми антеннами без увеличения соответствующей погрешности измерений. В-третьих, многомерная

пространственная фильтрация обеспечивает существенное увеличение отношения сигнал-шум, что способствует уменьшению случайных погрешностей измерений и снижению требований к используемой измерительной системе. Представленные экспериментальные результаты подтверждают эффективность многомерной пространственной фильтрации при восстановлении диаграмм направленности антенн, измеренных в неидеальных условиях. Описанный метод обработки может быть внедрен в виде отдельных программных модулей на подавляющем большинстве эксплуатируемых антенных измерительных комплексов дальней зоны и не потребует их аппаратной доработки.

Список источников

1. Hollis J. S. et al., *Microwave Antenna Measurements*, Scientific – Atlanta, Inc., 1985. 604 p.
2. Rodrigues V. *Anechoic Range Design for Electromagnetic Measurements*, Boston, London, Artech House, 2019. 321 p.
3. Miller E. K. *Time-Domain Measurements in Electromagnetics*, New York, Van Nostrand Reinhold Company, 1986. 536 p.
4. Бахрах Л. Д., Кременецкий С. Д., Курочкин А. П., Усин В. А., Шифрин Я. С. Методы измерений параметров излучающих систем в ближней зоне. Л.: Наука, 1985. 272 с.
5. Виленко И. Л., Медухин А. А., Сусеров Ю. А., Тоболев А. К., Шишлов А. В. Восстановление диаграммы направленности антенны по измерениям в зоне Френеля // Антенны. 2005. № 1. С. 46–52.
6. Eibert T. F., Kilic E., Lopez C., Mauermayer R., Neitz O., Schnattinger G., *Progress In Electromagnetics Research*, 2015, vol. 151, pp. 127–150. <https://doi.org/10.2528/PIER14121105>
7. Озеров М. А., Титаренко А. В. Синтезирование пространственной импульсной характеристики антенны для восстановления диаграммы направленности, измеренной в неидеальных условиях // Вестник метролога. 2016. № 4. С. 14–18.

8. Озеров М. А., Титаренко А. В. Особенности формирования массивов исходных данных для построения трехмерных радиолокационных изображений // Труды XXIX Всероссийского симпозиума «Радиолокационное исследование природных сред». 2015. Вып. 11. С. 537–547.

References

1. Hollis J. S. et al., *Microwave Antenna Measurements*, Scientific – Atlanta, Inc., 1985, 604 p.
2. Rodrigues V. *Anechoic Range Design for Electromagnetic Measurements*, Boston, London, Artech House, 2019, 321 p.
3. Miller E. K. *Time-Domain Measurements in Electromagnetics*, New York, Van Nostrand Reinhold Company, 1986, 536 p.
4. Bakhrah L. D., Kremenetsky S. D., Kurochkin A. P., Usin V. A., Shifrin Ya. S. *Metody izmereniy parametrov izluchayushchikh sistem v blizhney zone [Methods for measuring the parameters of radiating systems in the near-field zone]*, Leningrad, Nauka Publ., 1985, 272 p. (In Russ.)
5. Vilenko I. L., Medukhin A. A., Suserov Yu. A., Tobolev A. K., Shishlov A. V., Reconstruction of the antenna pattern from measurements in the Fresnel zone, *Antenny (Antennas)*, 2005, no. 1, pp. 46–52. (In Russ.)
6. Eibert T. F., Kilic E., Lopez C., Mauermayer R., Neitz O., Schnattinger G., *Progress In Electromagnetics Research*, 2015, vol. 151, pp. 127–150. <https://doi.org/10.2528/PIER14121105>
7. Ozerov M. A., Titarenko A. V., Synthesizing the spatial impulse response of the antenna to restore the radiation pattern measured in non-ideal conditions, *Vestnik Metrologa*, 2016, no. 4, pp. 14–18. (In Russ.)
8. Ozerov M. A., Titarenko A. V., Features of the initial data arrays formation for the three-dimensional ISAR images, *Proceedings of the XXIX All-Russian symposium "Radar study of natural environments"*, 2015, vol. 11, pp. 537–547. (In Russ.)

Статья поступила в редакцию 12.07.2021; одобрена после рецензирования 15.09.2021; принята к публикации 20.09.2021.
The article was submitted 12.07.2021; approved after reviewing 15.09.2021; accepted for publication 20.09.2021.

Методика определения погрешности воспроизведения единицы комплексного коэффициента отражения в волноводных трактах

Александр Сергеевич Бондаренко^{1✉}, Александр Сергеевич Боровков², Иван Михайлович Малай³, Вадим Анатольевич Семёнов⁴

^{1, 2, 3, 4} Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений, Менделеево, Московская обл., Россия

² Национальный исследовательский университет «Московский институт электронной техники», Зеленоград, Москва, Россия

¹bondarenko@vniiftri.ru, ²alex101787@mail.ru, ⁴smnv@vniiftri.ru

Аннотация. Предложен метод и разработана методика определения среднего квадратического отклонения и неисключённой систематической погрешности воспроизведения единицы комплексного коэффициента отражения в волноводных трактах. Установлено, что погрешность воспроизведения зависит от значения измеряемого комплексного коэффициента отражения для конкретной частоты, а её доминирующая составляющая обусловлена погрешностью измерений глубины мер короткозамкнутых. Полученные результаты определения погрешности воспроизведения целесообразно использовать в виде таблиц для оценки погрешности результатов измерений комплексного коэффициента отражения. Предложенную методику можно применять для определения показателей точности измерений комплексного коэффициента отражения при создании государственного первичного эталона единицы комплексного коэффициента отражения в стандартизованных волноводных трактах на частотах до 178,4 ГГц.

Ключевые слова: комплексный коэффициент отражения, погрешность воспроизведения, волновод

Для цитирования: Бондаренко А. С., Боровков А. С., Малай И. М., Семёнов В. А. Методика определения погрешности воспроизведения единицы комплексного коэффициента отражения в волноводных трактах // Измерительная техника. 2021. № 11. С. 55–59.
<https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-11-55-59>

Method for assessing the reproduction error of a unit of the complex reflection coefficient in waveguides

Alexander S. Bondarenko^{1✉}, Alexander S. Borovkov², Ivan M. Malay³, Vadim A. Semyonov⁴

^{1, 2, 3, 4} Russian Metrological Institute of Technical Physics and Radio Engineering, Mendeleevo, Moscow region, Russia

² National Research University of Electronic Technology, Zelenograd, Moscow, Russia

¹bondarenko@vniiftri.ru, ²alex101787@mail.ru, ⁴smnv@vniiftri.ru

Abstract. A method has been proposed and a procedure has been developed for determining the standard deviation and non-excluded systematic error in reproducing of the complex reflection coefficient unit in waveguides. The reproduction error was found to be dependent on the value of the measured complex reflection coefficient for a specific frequency, and its dominant component is due to the error in measuring the depth of short-circuit measures. The obtained results of determining the reproduction error are advisable to use in the form of tables to assess the error in the measurement results of the complex reflection coefficient. The proposed procedure was shown to be used for determination of the indicators of the accuracy of measurements of the complex reflection coefficient in the creation of the State Primary Standard for the complex reflection coefficient unit in standardized waveguides at frequencies up to 178.4 GHz.

Keywords: complex reflection coefficient, reproduction error, waveguide

Введение. Освоение миллиметрового диапазона длин волн является одним из направлений совершенствования радиотехнических средств измерений (СИ) [1, 2]. Повышение помехоустойчивости и разрешающей способности радиолокационных систем достигается применением радиосигналов с несущей частотой более 100 ГГц. Основными линиями передачи электромагнитной энергии на таких частотах являются прямоугольные волноводы.

При разработке, производстве, испытаниях и эксплуатации радиотехнических систем сверхвысокочастотного (СВЧ) и крайне высокочастотного диапазонов в волноводном тракте одним из основных контролируемых параметров является комплексный коэффициент отражения (ККО). В настоящее время в РФ метрологическая прослеживаемость единицы ККО в стандартизованных прямоугольных волноводных трактах, изготовленных в соответствии с ГОСТ 13317-89

«Элементы соединения СВЧ-трактов радиоизмерительных приборов. Присоединительные размеры», обеспечивается только к Государственному эталону единиц комплексного коэффициента отражения (коэффициента стоячей волны в диапазоне от 1,01 до 4,5 и фазы коэффициента отражения в диапазоне от 0° до 360°) электромагнитных волн в волноводных трактах в диапазоне частот от 2,14 до 37,5 ГГц 3.1.ZZT.0020.2015 (УВТ 33-A-89). Единство измерений модуля ККО обеспечивает Государственный эталон единицы КСВН в полых прямоугольных волноводах в диапазоне частот от 17,44 ГГц до 78,3 ГГц 3.1.ZZT.0026.2013 (ИРЭИК-78). Эти эталоны не в полной мере удовлетворяют современным требованиям к диапазонам рабочих частот: проводимые при передаче единицы ККО операции трудоёмки; СИ в составе эталонов выработали свой ресурс. Поэтому разработка эталона ККО в волноводных трактах на частотах до 178,4 ГГц актуальна и необходима [3–5].

В основе современных эталонов ККО используется метод сравнения с мерой, где в качестве компаратора для сравнения измеряемой величины с эталонной мерой применяется векторный анализатор цепей (ВАЦ). Меры необходимы для градуировки шкалы измерений ККО на комплексной плоскости ВАЦ. В состав эталона единиц ККО предполагается включить набор мер типа RRM (reflect, reflect, match), содержащий меры коэффициента отражения Reflect 1 – плоский короткозамыкатель, Reflect 2 – волноводный короткозамкнутый отрезок длиной $\lambda_g/4$ (где λ_g – длина волны в волноводе), а также Match – нагрузку согласованную подвижную. Методика определения метрологических характеристик таких мер представлена в статье [6]. Любой эталон единицы физической величины характеризуется показателями точности. Погрешность воспроизведения – это составляющая погрешности измерений ККО [7]. Погрешность воспроизведения возникает из-за неточности определения характеристик эталонных мер и определяется точностью измерений геометрических размеров и параметров материалов токоведущих поверхностей эталонных мер. При разработке эталона погрешность воспроизведения необходимо нормировать для любых значений ККО во всём диапазоне рабочих частот.

Цель настоящей статьи – оценка погрешности воспроизведения единицы ККО в волноводных трактах на частотах до 178,4 ГГц.

Модель измерений ККО. С целью оценки погрешности воспроизведения были определены модель и полное уравнение

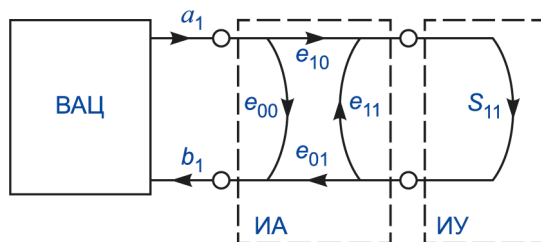


Рис. 1. Графы модели векторного анализатора цепей

Fig. 1. Signal flow graphs of vector network analyzer

измерений. Единая обобщённая модель измерений ККО с помощью ВАЦ [8] имеет вид

$$\dot{\Gamma}_и \rightarrow \dot{S}_{11и}(\dot{\Gamma}_и) \rightarrow \dot{\Gamma}(\dot{S}_{11и}),$$

где $\dot{\Gamma}_и$ – истинное значение ККО; $\dot{S}_{11и}$ – некорректированное значение ККО, определённое ВАЦ при измерении двухполюсника; $\dot{\Gamma}$ – измеряемое значение ККО.

Процедура измерений в соответствии с этой моделью включает две операции:

определение $\dot{S}_{11и}$ в некорректированной системе координат ВАЦ;

расчёт $\dot{\Gamma}$ по формуле [9, 10]:

$$\dot{\Gamma} = \frac{\dot{S}_{11и} - \dot{e}_{00}}{\dot{e}_{10}\dot{e}_{01} + \dot{e}_{11}(\dot{S}_{11и} - \dot{e}_{00})}, \quad (1)$$

где $\dot{e}_{00}$ – направленность; $\dot{e}_{11}$ – рассогласование источника сигнала; $\dot{e}_{10}\dot{e}_{01}$ – неравномерность тракта отражённого сигнала.

Согласно МИ 3411-2013 «Анализаторы цепей векторные. Методика определения метрологических характеристик» комплексные коэффициенты $\dot{e}_{00}$, $\dot{e}_{11}$, $\dot{e}_{10}\dot{e}_{01}$ – факторы систематической погрешности ВАЦ [11]. Комплексные коэффициенты определяют в процессе калибровки ВАЦ по модели измерений, приведённой в [12] и представленной на рис. 1:

$$\left. \begin{aligned} \dot{e}_{11} &= \frac{(\dot{S}_{11R2} - \dot{S}_{11M})(\dot{\Gamma}_{R1} - \dot{\Gamma}_M) - \dot{\Gamma}_{R2}(\dot{S}_{11R2} - \dot{S}_{11M})(\dot{\Gamma}_{R1} - \dot{\Gamma}_M) -}{- (\dot{S}_{11R1} - \dot{S}_{11M})(\dot{\Gamma}_{R2} - \dot{\Gamma}_M) - \dot{\Gamma}_{R1}(\dot{S}_{11R1} - \dot{S}_{11M})(\dot{\Gamma}_{R2} - \dot{\Gamma}_M)}; \\ \dot{e}_{10}\dot{e}_{01} &= \frac{(\dot{S}_{11R1} - \dot{S}_{11M})(1 - \dot{e}_{11}\dot{\Gamma}_{R1})(1 - \dot{e}_{11}\dot{\Gamma}_M)}{\dot{\Gamma}_{R1} - \dot{\Gamma}_M}; \\ \dot{e}_{00} &= \dot{S}_{11R1} - \frac{\dot{e}_{10}\dot{e}_{01}\dot{\Gamma}_{R1}}{1 - \dot{e}_{11}\dot{\Gamma}_{R1}} \end{aligned} \right\} \quad (2)$$

где $\dot{\Gamma}_{R1}$, $\dot{\Gamma}_{R2}$, $\dot{\Gamma}_M$ – действительные значения ККО мер Reflect 1, Reflect 2 и Match, определяемые по методике [6]; $\dot{S}_{11R1}$, $\dot{S}_{11R2}$, $\dot{S}_{11M}$ – нескорректированные измеренные значения ККО соответствующих мер.

Методика определения погрешности воспроизведения единицы ККО. Основой методики является метод статистического имитационного моделирования. Суть метода заключается в следующем: с использованием генератора случайных чисел задаются отклонения входных величин математической модели измерений в границах их погрешностей; многократно рассчитываются выходные величины модели; погрешности выходных величин определяются по их разбросам, полученным в результате многократных расчётов модели.

Методика определения неисключённой систематической погрешности (НСП) Θ для любого значения частоты рабочего диапазона включает шесть операций.

1. Определение комплексных коэффициентов отражения эталонных мер по методике [6]. Характеристическое

сопротивление r , активную $\text{Re}Z_H$ и реактивную $\text{Im}Z_H$ составляющие сопротивления (нагрузки) рассчитывают по формулам

$$r = \frac{b}{a} \sqrt{\frac{\mu_a}{\varepsilon_a} \left[1 - \left(\frac{\lambda_0}{2a} \right)^2 \frac{1}{\varepsilon \mu} \right]^{-1}}; \quad (3)$$

$$\text{Re}Z_H = \rho_y a_n^{-1} \left[4 + \sqrt{\pi f \sigma_m \mu_m \mu_0 (2,83 l_{k3} + b_n)} \right]; \quad (4)$$

$$\text{Im}Z_H = \frac{b_n}{a_n} \sqrt{\frac{\mu_a}{\varepsilon_a} \left(1 - \left(\frac{c}{2a_n f \varepsilon \sqrt{\mu}} \right)^2 \right)^{-1}} \times \\ \times \text{tg} \left(2\pi l_{k3} f \sqrt{\varepsilon - \left(\frac{c}{2af} \right)^2} c^{-1} \right), \quad (5)$$

где a, b – номинальные размеры соответственно широкой и узкой стенок волновода; $\varepsilon_a, \mu_a, \varepsilon, \mu$ – абсолютные и относительные диэлектрические и магнитные проницаемости среды соответственно; $\lambda_0 = c/(f\sqrt{\varepsilon})$ – длина волны в свободном пространстве; c – скорость света в вакууме; f – частота электромагнитных колебаний; ρ_y – удельное сопротивление вещества проводника; a_n, b_n – измеренные значения длин соответственно широкой и узкой стенок волновода; σ_m – проводимость материала, из которого изготовлены стенки волновода; μ_m – относительная магнитная проницаемость материала; μ_0 – магнитная постоянная; l_{k3} – длина отрезка волноводного короткозамыкателя.

Значения ККО эталонных мер коэффициента отражения рассчитываются по формуле

$$\dot{r} = \frac{\text{Re}Z_H + i\text{Im}Z_H - r}{\text{Re}Z_H + i\text{Im}Z_H + r}. \quad (6)$$

2. Определение по формулам (2) факторов систематической погрешности ВАЦ при использовании модели измерений, представленной на рис. 1.

3. Определение ККО $\dot{r}$ с использованием градуировочной характеристики (1). Расчёт необходимо проводить для значений действительной и мнимой частей ККО от -1 до $+1$ с шагом $0,02$ при условии $|\dot{r}| \leq 1$. Модуль $|\dot{r}|$ и фазу φ ККО вычисляют по формулам

$$|\dot{r}| = \sqrt{(\text{Re}\dot{r})^2 + (\text{Im}\dot{r})^2};$$

$$\begin{cases} \varphi = 90 - (180/\pi) \arcsin(\text{Re}\dot{r}/|\dot{r}|) & \text{при } \text{Im}\dot{r} \geq 0; \\ \varphi = -90 + (180/\pi) \arcsin(\text{Re}\dot{r}/|\dot{r}|) & \text{при } \text{Im}\dot{r} < 0. \end{cases}$$

4. Многократное (n раз) повторение операций пп. 1–3. При этом значения геометрических размеров мер Reflect 1, Reflect 2 задают следующим образом:

$$A = A_n + \Delta A,$$

где A_n – один из геометрических размеров эталонных мер; ΔA – случайное число, находящееся в пределах $\pm \Theta$ и задаваемое по прямоугольному закону распределения; Θ – пределы НСП СИ линейно-угловых величин.

В настоящей работе для измерения размеров мер использовали машину трёхкоординатную измерительную мультисенсорную DELTEC LEOS 200 (Ayonis SARL, Франция) и прибор универсальный для измерений длины Precimar ULM 520 S-E (Mahr GmbH, Германия). Допускаемая погрешность измерений с помощью DELTEC LEOS 200 широкой и узкой стенок волновода a, b находится в пределах $\pm 2,8$ мкм, глубины l (с применением Precimar) – в пределах ± 1 мкм. Экспериментально установленное количество операций $n \geq 1000$.

5. Определение НСП воспроизведения единицы ККО по разбросу результатов $\dot{r}_i$. За результат определения НСП модуля, фазы, действительной и мнимой частей ККО ($\Theta_{|r|}, \Theta_\varphi, \Theta_{\text{Re}}, \Theta_{\text{Im}}$) принимают значения, рассчитанные по формуле

$$\Theta_X = \max |X - X_i|,$$

где X, X_i – значения модуля, фазы, действительной и мнимой частей ККО, полученные в п. 3 без рандомизации входных величин и в п. 4 с рандомизацией входных величин соответственно.

6. Определение среднего квадратического отклонения (СКО) воспроизведения модуля, фазы, действительной и мнимой частей ККО ($S_{|r|}, S_\varphi, S_{\text{Re}}, S_{\text{Im}}$). Для этого повторяют операции пп. 1–3 n раз. Значения геометрических размеров мер Reflect 1, Reflect 2 задают в соответствии с выражением

$$B = B_n + \Delta B,$$

где B_n – один из геометрических размеров эталонных мер; ΔB – случайное число, определяемое по гауссовому (нормальному) закону распределения случайных величин для значения СКО результатов измерений геометрических размеров мер (S).

В настоящей работе $S = 1$ мкм для всех размеров мер при использовании любых СИ, приведённых в п. 4.

Далее проводится расчёт $S_{|r|}, S_\varphi, S_{\text{Re}}, S_{\text{Im}}$ согласно ГОСТ 8.381-2009 «Эталоны. Способы выражения точности» с использованием формулы

$$S_X = \sqrt{\sum_{i=1}^n (X_i - X_{cp})^2 / (n-1)},$$

где X_i – i -е результаты расчёта модуля, фазы, действительной или мнимой части ККО; X_{cp} – средние арифметические в ряду X_i ; n – количество результатов определения X_i .

В результате для волноводного тракта размерами $1,6 \times 0,8$ мм и значения частоты $178,4$ ГГц получены $\Theta_{|r|}, \Theta_\varphi, \Theta_{\text{Re}}, \Theta_{\text{Im}}$ в виде поверхностей, представленных на рис. 2. По итогам анализа полученных результатов сделаны следующие выводы:

погрешность измерений ККО во всём динамическом диапазоне определяется характеристиками эталонных мер и значениями частоты;

доминирующая составляющая Θ обусловлена погрешностью измерений глубины Δl мер короткозамкнутых;

значения $\Theta_{|r|}$ во всём диапазоне измерений для указанных в предложенной методике значений входных величин на частоте $178,4$ ГГц не превышают $0,013$.

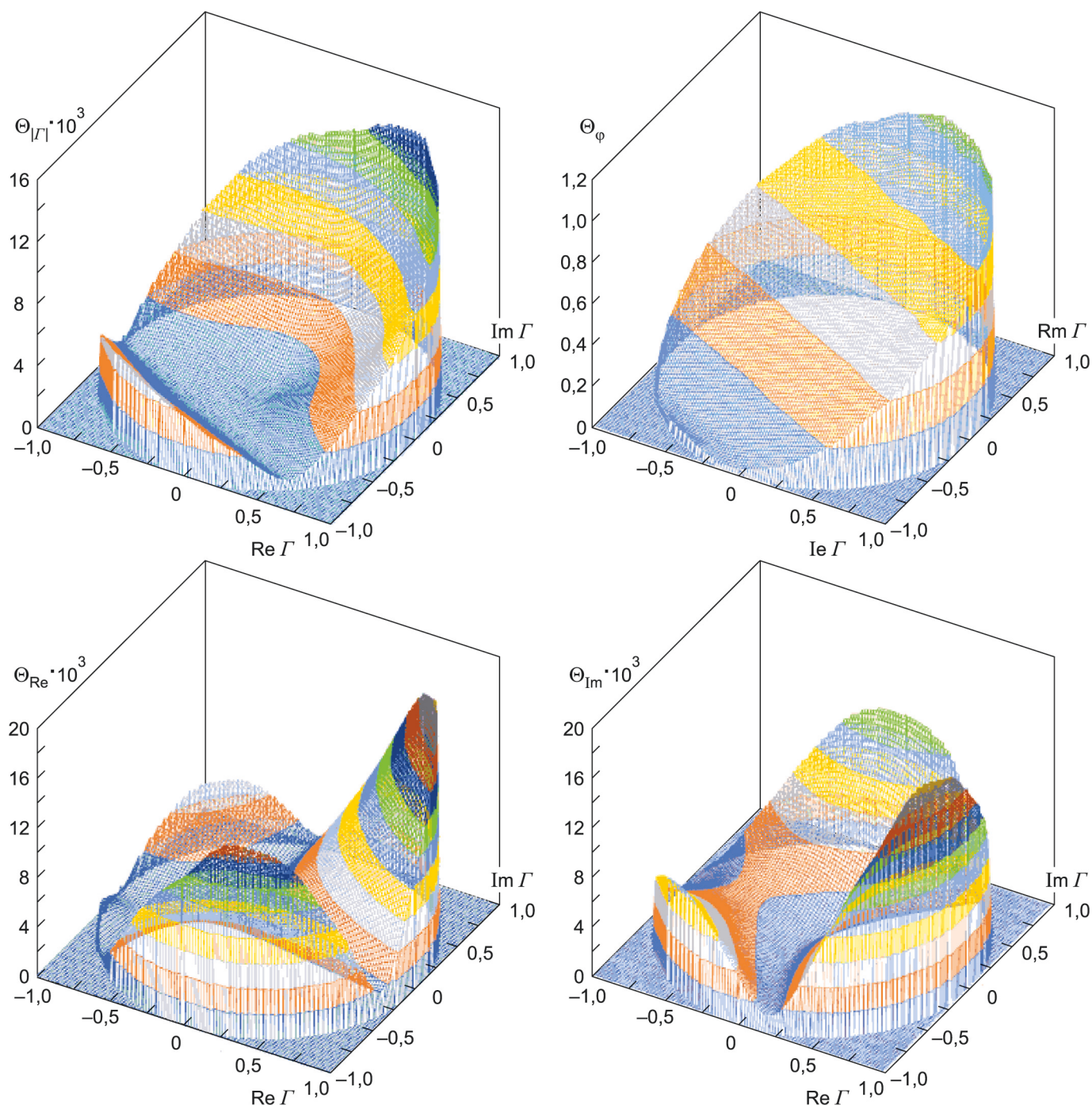
Рис. 2. НСП воспроизведения модуля $\Theta_{|\Gamma|}$, фазы Θ_{φ} , действительной Θ_{Re} и мнимой Θ_{Im} частей ККО

Fig. 2. Non-excluded systematic reproduction error of a unit of the complex reflection coefficient

В соответствии с разработанной методикой расчёта $\Theta_{|\Gamma|}$ определена её зависимость от значений погрешности Δl :

$$\Theta_{|\Gamma|} = \Theta_{|\Gamma|}(0,47 + 0,53\Delta l),$$

где $\Theta_{|\Gamma|}$ – значение НСП воспроизведения единицы ККО при $\Delta l = 1$ мкм.

Заключение. Определённые значения погрешностей воспроизведения для конкретных частот и ККО представлены

в виде поверхностей в трёхмерной системе координат. При нормировании показателей точности разрабатываемого государственного первичного эталона рекомендуется приписывать значения погрешности воспроизведения конкретным значениям ККО, рассчитанным по предлагаемой методике для каждого значения частоты и сведённым в таблицы.

По результатам выполненного исследования установлено, что погрешность измерений ККО во всём динамическом диапазоне определяется характеристиками эталонных мер, а её

доминирующая составляющая обусловлена пределами допускаемой погрешности измерений длины мер короткозамкнутых.

Список источников

1. Коудельный А. В., Малай И. М., Перепёлкин В. А., Чирков И. П. Рабочий эталон единицы мощности электромагнитных колебаний в диапазоне частот 37,5–220 ГГц // Измерительная техника. 2020. № 1. С. 52–57.
<https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2020-1-52-57>
2. Гусинский А. В. Измерительный комплекс поверки и калибровки измерителей мощности в миллиметровом диапазоне длин волн // Доклады Белорусского государственного университета информатики и радиоэлектроники. 2019. № 6 (124). С. 50–54.
3. Семёнов В. А., Коудельный А. В., Перепёлкин В. А., Чирков И. П. Перспективы развития эталонов в области измерений мощности СВЧ в радиочастотных трактах // Альманах современной метрологии. 2019. № 2 (18). С. 46–64.
4. Малай И. М. Задачи развития системы метрологического обеспечения в области радиотехнических измерений // Материалы XI Всероссийской научно-технической конференции «Метрология в радиоэлектронике», Менделеево, 19–21 июня 2018. Менделеево: ВНИИФТРИ, 2018. Т. 1. С. 5–18.
5. Кузнецов И. В., Малай И. М., Семёнов В. А. Состояние и перспективы развития методов воспроизведения единиц комплексного коэффициента отражения и передачи в волноводных трактах // Материалы XI Всероссийской научно-технической конференции «Метрология в радиоэлектронике», Менделеево, 19–21 июня 2018. Менделеево: ВНИИФТРИ, 2018. Т. 2. С. 75–82.
6. Бондаренко А. С., Боровков А. С., Малай И. М., Семёнов В. А. Методика определения метрологических характеристик эталонных мер единицы комплексного коэффициента отражения в волноводных трактах миллиметрового диапазона длин волн. // Измерительная техника. 2020. № 1. С. 58–62.
<https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2020-1-58-62>
7. Дойников А. С. Лекции по метрологии. Менделеево: ВНИИФТРИ, 2018. 292 с.
8. Сирая Т. Н. Методы обработки данных при измерениях и метрологические модели. // Измерительная техника. 2018. № 1. С. 9–14. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2018-1-9-14>
9. Дансмор Джоэль П. Настольная книга инженера. Измерения параметров СВЧ-устройств с использованием передовых методик векторного анализа цепей: Пер. с англ. М.: ТЕХНОСФЕРА, 2018. 736 с.
10. Хибель М. Основы векторного анализа цепей: Пер. с англ. С. М. Смольского под ред. Д. М. Сазонова и У. Филипп. 2-е изд., испр. и доп. М.: Издательский дом МЭИ, 2018. 501 с.
11. Губа В. Г., Ладур А. А., Савин А. А. Классификация и анализ методов калибровки векторных анализаторов цепей // Сборник докладов Томского государственного университета систем управления и радиоэлектроники ТУСУР. 2011. № 2 (24). Ч. 1. С. 149–155.

12. Губа В. Г., Савин А. А., Быкова О. Н., Иващенко И. А. Современный метод проверки точностных характеристик векторных анализаторов цепей. // Тезисы докладов IX Всероссийской научно-технической конференции «Метрология в радиоэлектронике», 17 – 19 июня 2014 г., Менделеево: ФГУП «ВНИИФТРИ», 2014. С. 94–105.

References

1. Koudelny A. V., Malay I. M., Perepelkin V. A. et al., *Measurement Techniques*, 2020, vol. 63, no. 1, pp. 53–58.
<https://doi.org/10.1007/s11018-020-01749-5>
2. Gusinskii A. V., Izmeritel'nyi kompleks poverki i kalibrovki izmeritelei moshchnosti v millimetrovom diapazone dlin voln, *Doklady belorusskogo gosudarstvennogo universiteta informatiki i radioehlektroniki*, Minsk, 2019, no. 6 (124), pp. 50–54. (In Russ.)
3. Semenov V. A., Koudel'nyi A. V., Perepelkin V. A., Chirkov I. P., *Perspektivy razvitiya ehtalonov v oblasti izmerenii moshchnosti SVCH v radiochastotnykh traktakh, Al'manakh sovremennoi metrologii*, 2019, no. 2 (18), pp. 46–64. (In Russ.)
4. Malai I. M., Zadachi razvitiya sistemy metrologicheskogo obespecheniya v oblasti radiotekhnicheskikh izmerenii, *Proceedings of the XI All-Russian Scientific and Technical Conference "Metrologiya v radioehlektronike"*, Mendeleevo, 19–21 June 2018, Mendeleevo, VNIIFTRI, 2018, vol. 1, pp. 5–18. (In Russ.)
5. Kuznetsov I. V., Malai I. M., Semenov V. A., Sostoyanie i perspektivy razvitiya metodov vosproizvedeniya edinit kompleksnogo koehffitsienta otrazheniya i peredachi v volnovodnykh traktakh, *Proceedings of the XI All-Russian Scientific and Technical Conference "Metrologiya v radioehlektronike"*, Mendeleevo, 19–21 June 2018, Mendeleevo, VNIIFTRI, 2018, vol. 1, pp. 75–82. (In Russ.)
6. Bondarenko A. S., Borovkov A. S., Malay I. M., Semyonov V. A., *Measurement Techniques*, 2020, vol. 63, no. 1, pp. 59–64.
<https://doi.org/10.1007/s11018-020-01750-y>
7. Doinikov A. S., *Leksii po metrologii*, Mendeleevo, VNIIFTRI, 2018, 292 p. (In Russ.)
8. Siraya T. N., *Measurement Techniques*, 2018, vol. 61, no. 1, pp. 9–14. <https://doi.org/10.1007/s11018-018-1380-y>
9. Joel P. Dunsmore, *Handbook of Microwave Component Measurements: with Advanced VNA Techniques*, John Wiley & Sons, Ltd, 2012, 611 p.
10. Michael Hiebel, *Fundamentals of Vector Network Analysis*, third edition, Rohde & Schwarz, Germany, 2008.
11. Guba V. G., Ladur A. A., Savin A. A., Klassifikatsiya i analiz metodov kalibrovki vektornykh analizatorov tsepei, *Collection of reports of the TUSUR*, Tomsk, TUSUR, 2011, no. 2 (24), pt. 1, pp. 149–155. (In Russ.)
12. Guba V. G., Savin A. A., Bykova O. N., Ivashchenko I. A., *Sovremenniy metod proverki tochnostnykh kharakteristik vektornykh analizatorov tsepei, Proceedings of the XI All-Russian Scientific and Technical Conference "Metrologiya v radioehlektronike"*, Mendeleevo, 17–19 June 2014, Mendeleevo, VNIIFTRI, 2014, pp. 94–105. (In Russ.)

Статья поступила в редакцию 24.08.2021; одобрена после рецензирования 24.09.2021; принята к публикации 30.09.2021.
The article was submitted 24.08.2021; approved after reviewing 24.09.2021; accepted for publication 30.09.2021.

Способ автоматического обновления биометрических персональных данных в режиме онлайн по речевому сигналу пользователя биометрической системы

Андрей Владимирович Савченко¹, Владимир Васильевич Савченко²✉

¹ Национальный исследовательский университет «Высшая школа экономики», Нижний Новгород, Россия, avsavchenko@hse.ru, <https://orcid.org/0000-0001-6196-0564>

² Нижегородский государственный лингвистический университет, Нижний Новгород, Россия, vvsavchenko@yandex.ru✉, <https://orcid.org/0000-0003-3045-3337>

Аннотация. Рассмотрена проблема устаревания биометрических персональных данных и предложен способ её решения путём автоматического обновления указанных данных в хранилище биометрической системы. Обновление происходит по речевым сигналам зарегистрированных пользователей с запросами на их идентификацию и онлайн-обслуживание, при этом используется масштабно-инвариантный показатель качества голосовых образцов. Установлено, что применение масштабно-инвариантного показателя обеспечивает необходимый уровень значимости решений, принимаемых условным наблюдателем. С применением авторского программного обеспечения поставлен и проведён натурный эксперимент, дано практическое обоснование эффективности предложенного способа. Полученные результаты будут полезны при разработке новых и модернизации существующих систем и технологий автоматизированного контроля качества и обновления биометрических персональных данных.

Ключевые слова: акустика речи, акустические измерения, речевой сигнал, биометрия, биометрическая система, биометрические персональные данные

Финансирование: исследование выполнено при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект № 20-71-10010).

Для цитирования: Савченко А. В., Савченко В. В. Способ автоматического обновления биометрических персональных данных в режиме онлайн по речевому сигналу пользователя биометрической системы // Измерительная техника. 2021. № 11. С. 60–66. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-11-60-66>

Method for automatic on-line updating of personal biometric data based on speech signal of the biometric system user

Andrey V. Savchenko¹, Vladimir V. Savchenko²✉

¹ National Research University Higher School of Economics, Nizhny Novgorod, Russia, avsavchenko@hse.ru, <https://orcid.org/0000-0001-6196-0564>

² Nizhny Novgorod State Linguistic University, Nizhny Novgorod, Russia, vvsavchenko@yandex.ru✉, <https://orcid.org/0000-0003-3045-3337>

Abstract. The problem of “aging” of personal biometric data over time is considered. A method is proposed to overcome it by automatically updating the personal biometric data by using the speech signals of registered users obtained during latest requests for their identification and online service. The proposed method uses a scale-invariant indicator of the voice template quality. As a consequence, it is characterized by guaranteed reliability of the decisions made in the conditions of a wide speech signal dynamic range. It is shown that a guaranteed level of significance of decisions made by an observer is provided. The proposed method is implemented in a special software, which was used to experimentally estimate its effectiveness with real speech data. The obtained results are intended for use in the development of new and modernization of existing software and technologies for the personal biometric data automated quality control and updating.

Keywords: speech acoustics, acoustic measurements, speech signal, biometrics, biometric system, personal biometric data, voice template

Введение. В настоящее время в самых разных отраслях экономики и управления широко применяются биометрические системы идентификации (БСИ). Примером может служить созданная в 2018 г. по инициативе Банка России и Минкомсвязи РФ общенациональная программная платформа «Единая биометрическая система» (Единая биометрическая система:

[сайт]. URL: <https://bio.rt.ru>). Её основное назначение – дистанционная (в режиме онлайн) идентификация граждан РФ на основе предварительно собранных биометрических персональных данных (БПД). На первом этапе внедрения Единой биометрической системы в экономику страны приоритет отдан банковской сфере, в которой потребности в дистанционном

способе оказания услуг населению, в частности, по голосовым запросам пользователей в режиме онлайн, существуют давно и в наиболее острой форме. Специально для банков страны оператор Единой биометрической системы – Рос-телеком – создал мобильное приложение «Биометрия». С июля 2018 г. граждане РФ через все крупные банки страны получили возможность регистрировать БПД, причём в бимодальном варианте: фотография лица и запись голоса. В сборе БПД по проекту Единой биометрической системы участвует более 200 российских банков. Однако далеко не все проблемы в этом актуальном направлении на данный момент успешно решены.

Одной из наиболее острых проблем в биометрии является естественное устаревание БПД или частичная утрата их потребительских свойств с течением времени [1–3]. Её решение предполагает периодические обновления БПД в хранилище БСИ. Рекомендуемый период обновлений голосовых образцов находится в интервале от одного года до нескольких лет в зависимости от голосовых особенностей конкретного пользователя [4, 5]. Вариативность голоса пользователя сопровождается вариативностью речевой артикуляции, которая неизбежно проявляется в изменении черт (признаков) лица пользователя [6, 7]. В качестве частичного решения рассматриваемой проблемы можно предложить автоматическое обновление БПД в хранилище БСИ с учётом того, что скорость устаревания БПД зависит от физиологических особенностей личности пользователя [4], а речевой тракт – высокочувствительный индикатор таких особенностей [8]. Отсюда следует, что можно найти зависимость оценки качества БПД от акустических свойств и характеристик голосовых образцов зарегистрированных пользователей БСИ. По измеренным акустическим характеристикам голоса пользователя (по его речевому сигналу в режиме онлайн) можно судить о его текущем психофизическом состоянии [5, 9]. По существу, это новый подход к проблеме обновления БПД, при котором очередной момент их перезаписи для хранения в БСИ обуславливается лишь фактом нарушения установленных требований к акустическому качеству хранящихся голосовых образцов. При этом необходимо решить проблему масштабирования речевого сигнала по амплитуде с учётом широкого (десятки децибел) динамического диапазона на входе БСИ [3, 10].

Цель исследования – разработка способа автоматического обновления БПД в режиме онлайн по речевым сигналам пользователей БСИ с использованием оригинальной авторской модификации [11] информационной меры Кульбака-Лейблера [12], инвариантной к масштабу (коэффициенту усиления) речевого сигнала на выходе канала связи.

Постановка задачи. В теоретической части настоящего исследования задействован оригинальный авторский математический аппарат в рамках информационной теории восприятия речи [13, 14]. Пусть $x(t)$ – речевой сигнал конечной длительности T с запросом пользователя БСИ на обслуживание. Разобьём этот сигнал на конечную последовательность квазистационарных сегментов (фреймов) небольшой длительности $\tau = 20...30$ мс. Рассмотрим случай дискретного

времени $t=1, 2, \dots$ с периодом взятия отсчётов $T=F^{-1}$, где F – частота дискретизации речевого сигнала. Зададим его текущий (наблюдаемый) фрейм вектором отсчётов $\mathbf{x}$ размерностью $N=\tau F$. На основе распространённой [14, 15] в системах автоматической обработки речи многомерной (n -мерной) гауссовой модели речевого сигнала для установления его закона распределения $\text{Norm}(K)$ с автокорреляционной матрицей (АКМ) K рассмотрим задачу проверки двух статистических гипотез

$$\begin{aligned} H: K &\subset \{K_r\}; \\ \bar{H}: K &\not\subset \{K_r\}, \end{aligned} \quad (1)$$

где K_r – АКМ r -й ($r \leq R$) минимальной речевой единицы типа фонемы в составе хранящегося (актуального) голосового образца определённого пользователя; R – количество контролируемых фонем; чертой над символом H обозначена операция логического отрицания.

Системе (1) эквивалентно равенство

$$H = \bigcup_{r=1}^R H_r,$$

где H_r – r -я (парциальная) составляющая гипотезы H о равенстве двух АКМ:

$$H_r: K = K_r, \quad r = \overline{1, R}; \quad (2)$$

Согласно работам [3, 4] контролируемые в БСИ фонемами может быть множество гласных фонем как наиболее содержательных звуков речи пользователя в теоретико-информационном смысле [11–14] и выделяемых из речевого сигнала $x(t)$ по амплитудному признаку [4] или по признаку стабильной частоты основного тона [16]. В таком случае для русского языка имеем $R=6$. При этом каждая гласная фонема может быть задана в хранилище БСИ множеством $\{\mathbf{x}\}$ своих аллофонов из речевого сигнала зарегистрированного пользователя в качестве его допустимых голосовых образцов.

Предположим, что рассматриваемый пользователь зарегистрирован в БСИ под своим персональным идентификатором Id (в противном случае ему будет автоматически отказано в запросе на обслуживание), а его наблюдаемый фрейм $\mathbf{x}$ отнесён к числу R контролируемых (гласных) фонем. В таком случае задача (1) имеет два варианта решений: $W(\mathbf{x})$ и $\bar{W}(\mathbf{x})$. В первом случае текущий наблюдаемый фрейм $\mathbf{x}$ признаётся БСИ (т. е. условным наблюдателем) безупречным гласным звуком речи данного пользователя, во втором случае – пограничным (маргинальным) звуком речи. В таком случае вектор $\mathbf{x}$ направляется в БСИ в качестве разрешённого звука речи пользователя в дополнение к его собранным на данный момент голосовым образцам. Одновременно в хранилище БПД может быть направлен и новый вектор $\mathbf{y}$ характерных признаков его лица, полученный в ходе текущего обращения пользователя с использованием специальных средств [6, 17]. С течением времени

часть сохраненных биометрических образцов $\mathbf{x}$, $\mathbf{y}$ из числа отслуживших установленный срок (например, три года для Единой биометрической системы [4]) автоматически удаляется из хранилища. По существу, это означает обновление БПД в режиме on-line. Проверке (1) после этого подлежит очередной фрейм речевого сигнала $x(t)$, вплоть до последнего фрейма.

Какое именно решение на каждом очередном шаге примет наблюдатель зависит от используемого им критерия или правила принятия решений. В работе [4] предложено использовать в этих целях критерий допустимой (пороговой) величины

$$W(\mathbf{x}): (\exists r \leq R) \rho_r(\mathbf{x}) \leq \rho_0 \quad (3)$$

информационного рассогласования в метрике Кульбака-Лейблера [12]:

$$\rho_r(\mathbf{x}) \triangleq 0,5 \left[n^{-1} \text{tr}(SK_r^{-1}) - n^{-1} \ln |SK_r^{-1}| - 1 \right], \quad (4)$$

где $S \triangleq M^{-1} \sum_{m=1}^M \mathbf{x}_m \mathbf{x}_m^T$ – статистическая оценка АКМ централизованного речевого сигнала на интервале наблюдений в один речевой фрейм $\mathbf{x} = (\mathbf{x}_1, \mathbf{x}_2, \dots, \mathbf{x}_M)$ по выборке векторных наблюдений $\mathbf{x}_m$, $m \leq M$ конечного объёма $M = \lfloor Nn^{-1} \rfloor$; $\mathbf{x}_m$ – n -вектор (столбец) отсчётов речевого сигнала $x(t)$ в пределах его парциального (m -го) отрезка наблюдений длительностью $\tau_0 = \tau M^{-1}$ (символами $\text{tr}(\cdot)$ и $|\cdot|$ здесь и далее обозначены соответственно след и определитель квадратной $(n \times n)$ -матрицы; $\lfloor \cdot \rfloor$ – целая часть рационального числа; $\triangleq$ – равенство по определению; $\exists$ – квантор существования). Пороговый уровень ρ_0 в (3) устанавливается условным наблюдателем в зависимости от допустимой вероятности ошибки 1-го рода [15]:

$$\begin{aligned} \alpha &\triangleq P\{\bar{W}(\mathbf{x}) | H_0\} = P\{\min_{r \leq R} \rho_r(\mathbf{x}) > \rho_0 | H_0\} = \\ &= P\{\rho_v(\mathbf{x}) > \rho_0 | H_v\} \triangleq \alpha(\rho_0), \end{aligned} \quad (5)$$

где $v \leq R$. В математической статистике [18] вероятность (5) определяют как уровень значимости (надёжности) решений $\bar{W}(\mathbf{x})$ наблюдателя об обновления БПД. Чем выше порог ρ_0 , тем уровень значимости ниже.

Задача сводится к определению в явном виде зависимости $\alpha(\rho_0)$ в правой части выражения (5). Однако применительно к критерию (3) это практически неразрешимая задача. Проблема состоит в известной нестабильности, причём в широких пределах, масштаба или амплитуды речевого сигнала на входе БСИ [10, 19]. Учитывая, что используемые в (1) эталоны хранятся в виде R -множества АКМ голосовых образцов определённой (фиксированной) амплитуды, на практике необходимо соблюдать условие: при любой константе $c_r > 0$ в роли масштабного множителя должна выполняться система равенств

$$\bar{W}_r(\mathbf{x}) = \bar{W}_r(c_r \mathbf{x}), \quad r = \overline{1, R}. \quad (6)$$

В противном случае критерий (3) утрачивает работоспособность, поскольку для любого уровня значимости α_0

согласно (5) необходимо соблюсти парадоксальное требование $\rho_0 \rightarrow \infty$ к пороговому уровню критерия (3) во всём диапазоне значений масштабного множителя $c_r \gg 1$. Для устранения данного препятствия модифицируем определение (4) информационного показателя качества голосовых образцов, наделив его свойством инвариантности (6) к масштабу речевого сигнала на входе.

Информационный показатель качества. В рамках общесистемного принципа минимума информационного рассогласования [12, 15] рассмотрим оптимизационную задачу поиска минимума величины $\rho_r(c_r \mathbf{x})$ по области определения масштабного множителя $c_r > 0$, где

$$\begin{aligned} \rho_r(c_r \mathbf{x}) &= 0,5 \left[n^{-1} c_r^2 \text{tr}(SK_r^{-1}) - n^{-1} \ln |c_r^2 SK_r^{-1}| - 1 \right] = \\ &= 0,5 \left[c_r^2 n^{-1} \text{tr}(SK_r^{-1}) - \ln c_r^2 + n^{-1} \ln |S^{-1}| - n^{-1} \ln |K_r^{-1}| - 1 \right]. \end{aligned} \quad (7)$$

Для этого в соответствии с методикой [11] сначала найдём первую производную от целевой функции $\rho_r(c_r) \triangleq \rho_r(c_r \mathbf{x})|_{\mathbf{x}}$:

$$\frac{d\rho_r(c_r)}{dc_r} = c_r n^{-1} \text{tr}(SK_r^{-1}) - c_r^{-1}.$$

Приравняем её нулю и получим оптимизационное уравнение

$$c_r^2 n^{-1} \text{tr}(SK_r^{-1}) - 1 = 0.$$

Найдём корень этого уравнения

$$c_r^* = \left[n^{-1} \text{tr}(SK_r^{-1}) \right]^{-0,5}$$

и подставим полученный результат в (7):

$$\begin{aligned} \rho_r(c_r^* \mathbf{x}) &= 0,5 \left[\ln(n^{-1} \text{tr}(SK_r^{-1})) + \right. \\ &\left. + n^{-1} \ln |S^{-1}| - n^{-1} \ln |K_r^{-1}| \right] \triangleq \rho_r^*(\mathbf{x}). \end{aligned} \quad (8)$$

Выражение (8) определяет модифицированный показатель качества r -го голосового образца как альтернативу (4) в роли оптимальной решающей статистики для критерия (3). Этот показатель обладает свойством масштабной инвариантности в формулировке (6):

$$\begin{aligned} \forall c_r > 0: \rho_r^*(c_r \mathbf{x}) &= 0,5 \left[\ln(n^{-1} \text{tr}(c_r^2 SK_r^{-1})) + n^{-1} \ln |c_r^2 S^{-1}| - \right. \\ &\left. - n^{-1} \ln |K_r^{-1}| \right] = 0,5 \ln \left[c_r^2 n^{-1} \text{tr}(SK_r^{-1}) |c_r^2 S^{-1}|^{1/n} |K_r^{-1}|^{-1/n} \right] = \\ &= 0,5 \ln \left[n^{-1} \text{tr}(SK_r^{-1}) |S^{-1}|^{1/n} |K_r^{-1}|^{-1/n} \right] = \\ &= 0,5 \left[\ln(n^{-1} \text{tr}(SK_r^{-1})) + n^{-1} \ln |S^{-1}| - n^{-1} \ln |K_r^{-1}| \right] = \rho_r^*(\mathbf{x}). \end{aligned}$$

Совокупность выражений (3), (4), (8) определяет способ обновления БПД по результатам обработки речевого сигнала в режиме онлайн. Предложенный способ можно дополнительно обосновать с практической точки зрения.

Учитывая быструю сходимость (со скоростью неуклучшаемого порядка $1/M$) статистических оценок АКМ по формуле

выборочного среднего [18], следует ожидать, что эмпирическое распределение $\text{Norm}(S)$ должно не сильно отличаться от своего эталона $\text{Norm}(K_r)$ при справедливости парциальной гипотезы (2) в условиях конечных (объёмом $M \gg 1$) выборок наблюдений. Например, при длительности речевого фрейма $\tau = 30$ мс, частоте дискретизации речевого сигнала $F = 8$ кГц и размерности его распределения $n = 20$ (типичные значения параметров для алгоритмов автоматической обработки речи [3, 4]) размерность фрейма будет $N = 30 \cdot 8 = 240$ и, следовательно, имеем $M = 240/20 = 12$ непересекающихся отрезков сигнала $x(t)$. При сокращении длительности фрейма до $\tau = 20$ мс получим $M = 20 \cdot 8/20 = 8$ отрезков речевого сигнала, что тоже немало.

Метод измерений. Раскроем выражение (8) в явном виде через N -вектор $\mathbf{x}$ отсчётов речевого сигнала на интервале наблюдений длительностью в один фрейм с использованием авторегрессионной (АР) модели r -й фонемы пользователя в качестве его одноимённого голосового образца [13]:

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

где через $a_r(i)$ обозначен i -й коэффициент ($i \leq p$) авторегрессии p -го порядка; $\{\eta_r(t)\}$ – порождающий процесс типа белого гауссова шума в дискретном времени t ; $\sigma_r^2 = \text{const}$ – дисперсия $\{\eta_r(t)\}$.

Дисперсия σ_r^2 здесь определяет минимально достижимое значение среднего квадрата погрешности линейного предсказания случайного временного ряда (9) на один шаг вперёд [14, 20]. При условии $p < n$ эта дисперсия равна обратной величине первого элемента одноимённой (r -й) обратной АКМ [15]:

$$\sigma_r^2 = (\mathbf{e}^T K_r^{-1} \mathbf{e})^{-1}.$$

Здесь $\mathbf{e} = (1, 0, \dots, 0)^T$ – индикаторный n -вектор-столбец, составленный из одних нулей, за исключением единицы на первой позиции. Аналогичным образом может быть определён и соответствующий вектор АР-коэффициентов $\mathbf{a}_r$:

$$(1; -\mathbf{a}_r^T)^T = \sigma_r^2 K_r^{-1} \mathbf{e} = \frac{K_r^{-1} \mathbf{e}}{\mathbf{e}^T K_r^{-1} \mathbf{e}} \triangleq \mathbf{b}_r,$$

состоящий из взятых с коэффициентом σ_r^2 элементов первого столбца одноимённой обратной АКМ, исключая её первый элемент. Здесь $\mathbf{b}_r$ – вектор коэффициентов линейного обеляющего фильтра, настроенного (на этапе подготовки данных) на сигнал r -й фонемы $x_r(t)$. Обеляющий фильтр – ключевое звено предлагаемого метода измерений. Его порядок равен $p = n - 1$. Динамика фильтра описывается инверсным по отношению к (9) выражением [15]:

$$z_r(t) = x(t) - \sum_{i=1}^{n-1} a_r(i) x(t-i), \quad t = 1, 2, \dots \quad (10)$$

Дисперсия $\sigma_r^2(\mathbf{x}) \triangleq \langle z_r^2(t) \rangle$ выходного сигнала $z_r(t)$ ($\langle \cdot \rangle$ – математическое ожидание случайной величины) отвечает соотношению общего вида $\sigma_r^2(\mathbf{x}) \geq \sigma_r^2$. Строгое равенство здесь

достигается лишь в асимптотике (при $N \rightarrow \infty$), когда на вход обеляющего фильтра (10) поступает сигнал (9) одноимённой фонемы. Эмпирическая (по выборке) оценка данной дисперсии определяется по формуле выборочного среднего квадрата отклика $z_r(\mathbf{x}_m) = \mathbf{b}_r^T \mathbf{x}_m$ r -го обеляющего фильтра (10) на m -й вектор отсчётов $\mathbf{x}_m$ централизованного речевого сигнала [18, 21]:

$$\hat{\sigma}_r^2(\mathbf{x}) = M^{-1} \sum_{m=1}^M z_r^2(\mathbf{x}_m). \quad (11)$$

Дополним выражение (11) асимптотическим равенством [20]:

$$n^{-1} \ln |K_r| \Big|_{n \rightarrow \infty} = \ln \sigma_r^2,$$

а также его двумя статистическими аналогами [15]:

$$n^{-1} \text{tr}(S K_r^{-1}) \Big|_{n \rightarrow \infty} = \frac{\hat{\sigma}_r^2(\mathbf{x})}{\sigma_r^2}, \quad n^{-1} \ln |S| \Big|_{n \rightarrow \infty} = \ln \hat{\sigma}_r^2(\mathbf{x}),$$

где $\hat{\sigma}_r^2(\mathbf{x}) = (\mathbf{e}^T S^{-1} \mathbf{e})^{-1}$ – эмпирическая дисперсия речевого сигнала на выходе адаптивного обеляющего фильтра, настроенного на входной сигнал $x(t)$ по выборке наблюдений $\mathbf{x}$ в режиме «скользящего окна» длиной τ в один речевой фрейм. При учёте данных равенств запишем согласно (8) выражение

$$\rho_r^*(\mathbf{x}) = 0.5 \ln \left[\frac{\sigma_r^2}{\hat{\sigma}_r^2(\mathbf{x})} \times \frac{\hat{\sigma}_r^2(\mathbf{x})}{\sigma_r^2} \right] = 0.5 \ln \left[\frac{\hat{\sigma}_r^2(\mathbf{x})}{\hat{\sigma}_r^2(\mathbf{x})} \right]. \quad (12)$$

Полученный результат совместно с (10), (11) определяет метод измерений парциального (r -го) показателя (8) качества БПД со свойством масштабной инвариантности (6) по отношению к речевому сигналу $x(t)$. Вычислительная сложность предложенного метода состоит главным образом из затрат порядка n^3 на операцию обращения $(n \times n)$ -матрицы S [21], что вполне приемлемо для его применения в режиме мягкого (с задержкой на длительность T сигнала [14]) реального времени.

Устройство обновления БПД. Структурная схема устройства, реализующего предложенный метод, представлена на рис. 1. Устройство содержит последовательно соединённые элементы: селектор 1 гласных звуков речи; формирователь 2 речевого фрейма $\mathbf{x}$; вычислитель 3 парциальных показателей качества (12); блок 4 выбора минимума; пороговый элемент 5; многоканальный ключ 6; хранилище БПД 7; генератор 8 тактовых импульсов с периодом τ . Двойными стрелками обозначены многомерные (векторные) функциональные связи. Регулируемые параметры устройства – длительность фрейма τ и пороговый уровень ρ_0 .

Процедура обновления БПД запускается в действие по сигналу БСИ об успешной идентификации Id зарегистрированного пользователя. Обновление БПД осуществляется автоматически путём добавления в хранилище по адресу данного пользователя – наблюдаемого фрейма $\mathbf{x}$ при условии, что для него не выполнен критерий (3). Причём ранее собранные БПД в хранилище также сохраняются, по крайней мере до истечения установленного в БСИ контрольного срока, как не вполне утратившие свою актуальность для

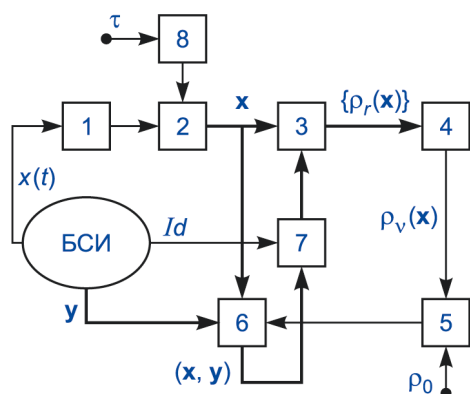


Рис. 1. Структурная схема устройства обновления БПД:

1 – селектор гласных звуков речи; 2 – формирователь речевого фрейма; 3 – вычислитель парциальных показателей качества; 4 – блок выбора минимума; 5 – пороговый элемент; 6 – многоканальный ключ; 7 – хранилище БПД; 8 – генератор тактовых импульсов

Fig. 1. Block diagram of the device for updating of PBD (personal biometric data):

1 – vowel sounds selector; 2 – frame forming unit; 3 – partial quality indicator calculation unit; 4 – minimum selection unit; 5 – threshold unit; 6 – multi-channel key; 7 – PBD storage; 8 – clock pulse generator

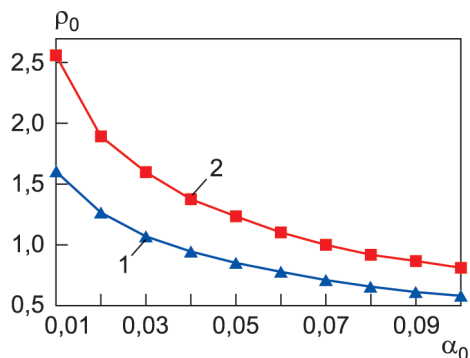

 Рис. 2. Графики зависимости порогового уровня ρ_0 (15) от уровня значимости α_0 при $M=12$; 8 (кривые 1, 2 соответственно)

 Fig. 2. Dependence of the threshold level (15) on the significance level α_0 at $M=12$; 8 (curves 1, 2, respectively)

идентификации пользователя. Уровень значимости принимаемых согласно критерию (3) решений регулируется наблюдателем с помощью порогового уровня ρ_0 .

Регулируемый уровень значимости. В соответствии с (12) запишем выражение для верхней границы r -го показателя качества

$$\rho_r^*(\mathbf{x}) = 0,5 \ln \left[\frac{\hat{\sigma}_r^2(\mathbf{x})}{\hat{\sigma}_x^2(\mathbf{x})} \right] \leq 0,5 \left[\frac{\hat{\sigma}_r^2(\mathbf{x})}{\hat{\sigma}_x^2(\mathbf{x})} - 1 \right] \triangleq \sup_r^*(\mathbf{x}).$$

Данная граница в соответствии с (5) определяет гарантированный уровень значимости принимаемых решений:

$$\alpha(\rho_0) = P\{\rho_v^*(\mathbf{x}) > \rho_0 | H_v\} \leq P\left\{ \frac{\hat{\sigma}_v^2(\mathbf{x})}{\hat{\sigma}_x^2(\mathbf{x})} > 1 + 2\rho_0 \middle| H_v \right\}. \quad (13)$$

При справедливости гипотезы H_v обе дисперсии в (13) рассчитываются по формуле среднего квадрата случайной гауссовой величины $\text{Norm}(K_v)$. Поэтому по аналогии с работой [14] опишем указанные дисперсии двумя χ^2 -распределениями (Пирсона) с M степенями свободы каждое [18]. В предположении о статистической независимости двух χ^2 -величин [10, 15] запишем выражение:

$$\alpha(\rho_0) \leq P\left\{ \frac{\chi_1^2(M)}{\chi_2^2(M)} > 1 + 2\rho_0 \right\} = 1 - \Phi_{M,M}(1 + 2\rho_0), \quad (14)$$

где $\Phi_{M,M}(\cdot)$ – интегральная функция F -распределения Фишера с двумерным числом (M, M) степеней свободы.

Значения интегральной функции подробно табулированы [21], в том числе в электронном виде. Особо отметим, что правая часть выражения (14) не зависит от номера фонемы v и поэтому распространяется на все R контролируемых фонем зарегистрированного пользователя. Приравняв правую часть (14) заданному уровню значимости α_0 , получим в соответствии с (5) уравнение $\alpha(\rho_0) = \alpha_0$, из решения которого найдём пороговый уровень:

$$\rho_0(\alpha_0) = 0,5 \left[\Phi_{M,M}^{-1}(1 - \alpha_0) - 1 \right] \quad (15)$$

для подстановки в правую часть критерия (3). Полученный результат определяет в явном виде величину ρ_0 через уровень значимости α_0 .

С использованием электронных таблиц Excel на рис. 2 построены графики зависимости (15) для двух разных значений параметра M . В обоих случаях пороговый уровень ρ_0 монотонно возрастает с уменьшением уровня значимости α_0 . Это признак снижения требований наблюдателя к акустическому качеству голосовых образцов в хранилище БСИ. Например, при равенствах $\alpha_0 = 0,05; 0,01$ для случая $M=12$ будем иметь $\rho_0 = 0,84; 1,61$ соответственно. Отметим, что межфонемное информационное рассогласование (4) в пределах множества гласных фонем превышает данный порог более чем на порядок [4, 14].

Таким образом, предложенный метод измерений (10)–(12) показателя качества (8) голосовых образцов зарегистрированного пользователя предоставляет наблюдателю возможность регулировки в широком диапазоне значений уровня значимости α_0 принимаемых согласно критерию (3) решений $\hat{W}(\mathbf{x})$ об обновлении БПД. Указанная возможность проиллюстрирована далее результатами проведённого авторами эксперимента.

Программа и результаты эксперимента. Объектом экспериментального исследования служил речевой сигнал $x(t)$ одного из авторов настоящей статьи в роли контрольного диктора. Этот сигнал содержал условный голосовой пароль в формате Единой биометрической системы [3] – в виде последовательности из десяти слов с названиями арабских цифр 0, 1, ..., 9 в порядке их возрастания. Такая последовательность в ударных слогах содержит пять из шести гласных звуков русской речи. Для их выделения из речевого сигнала на входе устройства (см. рис. 1) по аналогии с работой [4]

использовался стандартный амплитудный селектор. Каждый выделенный звук сопоставлялся с голосовыми образцами сигналов $x_i(t)$ шести гласных фонем, записанными тем же диктором в 2019 г.

Предмет исследования – предложенный выше способ автоматического обновления БПД в режиме on-line с использованием информационного показателя качества (8). Техническая реализация способа при заданных значениях параметров $F=8$ кГц, $\tau=30$ мс, $N=240$ и $n=20$ осуществлена в программном виде на базе авторской компьютерной программы “Phoneme Training”. Указанная программа размещена на сайте авторов в режиме свободного доступа (Информационная система фонетического анализа и обучения речи: [сайт]. URL: <https://sites.google.com/site/frompldcreators/produkty-1/phonemetraining>). Интерфейс программы подробно описан в работах [4, 10].

На этапе подготовки эксперимента по записям сигналов гласных фонем $x_i(t)$ в программе была создана необходимая фонетическая база данных условного пользователя в виде набора $\{K_r\}$ АКМ его голосовых образцов. При этом применялась классическая формула эмпирического коэффициента корреляции [18, 21]. Одновременно путём обращения соответствующих АКМ с помощью высокоскоростной вычислительной процедуры Левинсона-Дурбина [20] рассчитывались векторы коэффициентов R обеслаивающих фильтров (10). Затем программа переводилась в рабочий режим. Основное содержание рабочего режима – вычисления по формуле (11) эмпирических дисперсий $\hat{\sigma}_r^2(\mathbf{x})$, $\hat{\sigma}_x^2(\mathbf{x})$ перед их подстановкой в выражение (12). Результат вычислений фиксировался в рабочем окне «Сегментирование». Значение порогового уровня ρ_0 в критерии (3) при этом регулировалось наблюдателем с использованием вкладки «Параметры» в меню компьютерной программы.

Полученные результаты представлены на рис. 3 в виде трёх временных диаграмм для трёх разных значений порога ρ_0 ; цветным фоном отмечены отрезки гласных звуков речи, выделенные для обновления БПД согласно критерию (3). Чем темнее цвет фона, тем выше степень информационного расхождения (8) текущего фрейма $\mathbf{x}$ по отношению к его одноимённому (однофонемному) голосовому образцу из фонетической базы данных условного пользователя.

Из сопоставления временных диаграмм друг с другом можно сделать вывод о подтверждении обратно пропорциональной зависимости (15) между уровнем значимости (6) принимаемых решений об обновлении БПД согласно критерию (3), с одной стороны, и установленного в нем порогового уровня ρ_0 – с другой. Сделанный вывод имеет очевидное практическое значение с точки зрения возможной регулировки условным наблюдателем надёжности используемого критерия (3) при учёте в каждом конкретном случае особенностей решаемых БСИ задач.

Заключение. Предложен способ автоматического обновления БПД в хранилище БСИ по речевым сигналам зарегистрированных пользователей с голосовыми запросами на идентификацию и онлайн-обслуживание. В отличие от способа, описанного авторами в предыдущей работе [4], в предложенном способе используется масштабно-инвариантный

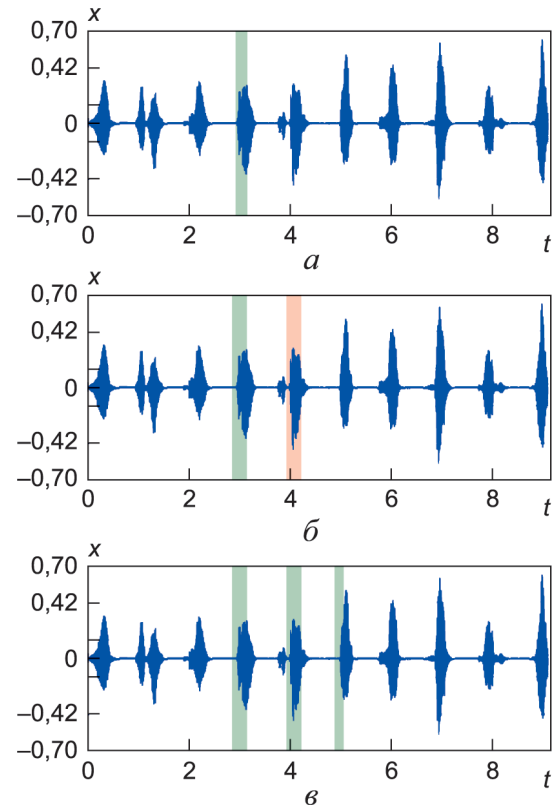


Рис. 3. Временные диаграммы речевого сигнала при значениях порога $\rho_0=1,0; 0,8; 0,6$ (а–в соответственно)

Fig. 3. Timing diagrams of a speech signal at threshold values $\rho_0=1.0; 0.8; 0.6$ (a–c, respectively)

показатель акустического качества голосовых образцов, что обеспечивает наблюдателю гарантируемую надёжность принимаемых решений в условиях широкого динамического диапазона речевого сигнала на входе БСИ.

Полученные результаты будут полезными при разработке новых и модернизации существующих систем и технологий автоматизированного контроля качества и обновления БПД.

Список источников

1. Chawla S. K., Lamba V., Jangra S., *International Journal of Innovative Technology and Exploring Engineering*, 2019, vol. 9, no. 11, pp. 2278–3075. <https://doi.org/10.35940/ijitee.A4756.119119>
2. Manjani I. et al., *IEEE 8th International Conference on Biometrics Theory, Applications and Systems*, 2016. <https://doi.org/10.1109/BTAS.2016.7791202>
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. Савченко В. В., Савченко А. В. Способ обновления голосовых образцов 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>

5. Smallman M., *Biometric Technology Today*, 2017, vol. 2017, no. 1, pp. 5–7. [https://doi.org/10.1016/S0969-4765\(17\)30013-9](https://doi.org/10.1016/S0969-4765(17)30013-9)
6. Crosswhite N. et al., *Image and Vision Computing*, 2018, vol. 79, pp. 35–48. <https://doi.org/10.1016/j.imavis.2018.09.002>
7. Orrù G., Marcialis G. L., Roli F., *Pattern Recognition*, 2020, vol. 100, 107121. <https://doi.org/10.1016/j.patcog.2019.107121>
8. Singh M., Singh R., Ross A., *Information Fusion*, 2019, vol. 52, no. 12, pp. 187–205. <https://doi.org/10.1016/j.inffus.2018.12.003>
9. 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.
10. Савченко В. В., Савченко А. В. Метод измерения искажений речевого сигнала, переданного по каналу связи в биометрическую систему идентификации // Измерительная техника. 2020. № 11. С. 65–72. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2020-11-65-72>
11. Savchenko A. V., Savchenko V. V., Savchenko L. V., *Mathematical Optimization Theory and Operations Research MOTOR 2020, Lecture Notes in Computer Science*, Springer, Cham, 2020, 12095. https://doi.org/10.1007/978-3-030-49988-4_30
12. Kullback S., *Information Theory and Statistics*, New York, Dover Publications, 1997, 432 p.
13. Savchenko V. V., *Journal of Communications Technology and Electronics*, 2019, vol. 64, no. 6, pp. 590–596. <https://doi.org/10.1134/S1064226919060093>
14. 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>
15. Savchenko V. V., Savchenko A. V., *Journal of Communications Technology and Electronics*, 2020, vol. 65, no. 11, pp. 1311–1317. <https://doi.org/10.1134/S1064226920110157>
16. Kashani H. B., Sayadiyan A., Sheikhzadeh H., *Speech Communication*, 2017, vol. 91, pp. 28–48. <https://doi.org/10.1016/j.specom.2017.04.008>
17. Savchenko A. V., *PeerJ Computer Science*, 2019, 5e:197. <https://doi.org/10.7717/peerj-cs.197>
18. Боровков А. А. *Математическая статистика*. Санкт-Петербург: Лань. 2010, 704 с.
19. Meng Zh., Umair Bin Altaf M., Juang B.-H., *Digital Signal Processing*, 2020, vol. 101, 102672. <https://doi.org/10.1016/j.dsp.2020.102672>
20. Marple S. L., *Digital Spectral Analysis with Applications*, 2nd ed., Mineola, New York, Dover Publications, 2019, 432 p. <https://www.goodreads.com/book/show/19484239>
21. Muller P. H., Neumann P., Storm R., *Tafeln der mathematischen statistik*, Leipzig, VEB Fachbuchverlag, 1973, 279 p. <https://doi.org/10.1002/bimj.19740160816>
2. Manjani I. et al., *IEEE 8th International Conference on Biometrics Theory, Applications and Systems*, 2016. <https://doi.org/10.1109/BTAS.2016.7791202>
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. Savchenko V. V., Savchenko A. V., *Measurement Techniques*, 2020, vol. 63, no. 5, pp. 391–400. <https://doi.org/10.1007/s11018-020-01800-5>
5. Smallman M., *Biometric Technology Today*, 2017, vol. 2017, no. 1, pp. 5–7. [https://doi.org/10.1016/S0969-4765\(17\)30013-9](https://doi.org/10.1016/S0969-4765(17)30013-9)
6. Crosswhite N. et al., *Image and Vision Computing*, 2018, vol. 79, pp. 35–48. <https://doi.org/10.1016/j.imavis.2018.09.002>
7. Orrù G., Marcialis G. L., Roli F., *Pattern Recognition*, 2020, vol. 100, 107121. <https://doi.org/10.1016/j.patcog.2019.107121>
8. Singh M., Singh R., Ross A., *Information Fusion*, 2019, vol. 52, no. 12, pp. 187–205. <https://doi.org/10.1016/j.inffus.2018.12.003>
9. Lebedeva N. N., Karimova E. D., Akusticheskie kharakteristiki rechevogo signala kak pokazatel' funktsional'nogo sostoyaniya cheloveka, *Uspekhi fiziologicheskikh nauk*, 2014, vol. 45, no. 1, pp. 57–95. (In Russ.)
10. Savchenko V. V., Savchenko A. V., *Measurement Techniques*, 2021, vol. 63, no. 11, pp. 917–925. <https://doi.org/10.1007/s11018-021-01864-x>
11. Savchenko A. V., Savchenko V. V., Savchenko L. V., *Mathematical Optimization Theory and Operations Research MOTOR 2020, Lecture Notes in Computer Science*, Springer, Cham, 2020, 12095. https://doi.org/10.1007/978-3-030-49988-4_30
12. Kullback S., *Information Theory and Statistics*, New York, Dover Publications, 1997, 432 p.
13. Savchenko V. V., *Journal of Communications Technology and Electronics*, 2019, vol. 64, no. 6, pp. 590–596. <https://doi.org/10.1134/S1064226919060093>
14. 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>
15. Savchenko V. V., Savchenko A. V., *Journal of Communications Technology and Electronics*, 2020, vol. 65, no. 11, pp. 1311–1317. <https://doi.org/10.1134/S1064226920110157>
16. Kashani H. B., Sayadiyan A., Sheikhzadeh H., *Speech Communication*, 2017, vol. 91, pp. 28–48. <https://doi.org/10.1016/j.specom.2017.04.008>
17. Savchenko A. V., *PeerJ Computer Science*, 2019, 5e:197. <https://doi.org/10.7717/peerj-cs.197>
18. Borovkov A. A. *Matematicheskaya statistika*. St. Petersburg, Publ., 2010, 704 p. (In Russ.)
19. Meng Zh., Umair Bin Altaf M., Juang B.-H., *Digital Signal Processing*, 2020, vol. 101, 102672. <https://doi.org/10.1016/j.dsp.2020.102672>
20. Marple S. L., *Digital Spectral Analysis with Applications*, 2nd ed., Mineola, New York, Dover Publications, 2019, 432 p. <https://www.goodreads.com/book/show/19484239>
21. Muller P. H., Neumann P., Storm R., *Tafeln der mathematischen statistik*, Leipzig, VEB Fachbuchverlag, 1973, 279 p. <https://doi.org/10.1002/bimj.19740160816>

References

Статья поступила в редакцию 09.06.2021; одобрена после рецензирования 13.07.2021; принята к публикации 20.07.2021.
The article was submitted 09.06.2021; approved after reviewing 13.07.2021; accepted for publication 20.07.2021.

Определение гранулометрического состава и электрокинетического потенциала порошков филлосиликатов методом фотонной корреляционной спектроскопии

Анна Геннадьевна Четверикова

Оренбургский государственный университет, Оренбург, Россия, KR-727@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-7045-3588>

Аннотация. Рассмотрены актуальные проблемы контроля гранулометрического состава и электрокинетического потенциала порошков филлосиликатов методом фотонной корреляционной спектроскопии. Проанализированы стабильные стандартно подготовленные коллоидные растворы порошков каолиновой и монтмориллонитовой глин месторождений Оренбургской области. Наиболее качественный раствор с доступными для наблюдения объектами получен вблизи изоэлектрической точки скола минералов (водородный показатель раствора $\text{pH}=6,5$). Определены модальные эффективные диаметры неагломерированных частиц каолинита и монтмориллонита. Установлено образование ультра- и микроагрегатов частиц микрометровых размеров, взаимодействовавших как по базисным плоскостям, так и по типу «базис – боковой скол». Измерена зависимость электрокинетического потенциала суспензии каолиновых и монтмориллонитовых частиц от водородного показателя среды. Показано, что поведение частиц обоих типов в электрическом поле в суспензии с $\text{pH}>5$ практически аналогично, а основные различия проявляются в кислой среде: изоэлектрическая точка для каолинита близка к $\text{pH}=2$, а для монтмориллонита – к $\text{pH}=3,5$. Результаты исследования будут полезны при создании адсорбентов на основе природных филлосиликатов.

Ключевые слова: гранулометрический состав, электрокинетический потенциал, коллоидный раствор, pH среды, филлосиликат

Благодарности: автор выражает благодарность сотрудникам Центра коллективного пользования приборным оборудованием «Институт микро- и нанотехнологий» (ЦКП ИМНТ ОГУ) Алиджанову Э. К. и Никияну А. Н. за предоставленное оборудование и методическую помощь.

Для цитирования: Четверикова А. Г. Определение гранулометрического состава и электрокинетического потенциала порошков филлосиликатов методом фотонной корреляционной спектроскопии // Измерительная техника. 2021. №. 11. С. 67–72. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-11-67-72>

Determination of particle size distribution and electrokinetic potential of phyllosilicate powders by photon correlation spectroscopy

Anna G. Chetverikova

Orenburg State University, Orenburg, Russia, KR-727@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-7045-3588>

Abstract. The creation of adsorbents based on natural phyllosilicates is one of the primary tasks of modern materials science. In its solution, the control of the granulometric composition of the powders is a prerequisite. The issues of controlling the particle size distribution and electrokinetic potential of phyllosilicates by the method of photon correlation spectroscopy are considered. Stable standardly prepared colloidal solutions of powders of kaolinite and montmorillonite clays from deposits of the Orenburg region are analyzed. The highest quality solution with objects accessible for observation was obtained near the isoelectric cleavage point of minerals (potential of hydrogen $\text{pH}=6.5$). The modal effective diameters of non-agglomerated particles of kaolinite and montmorillonite have been determined. The formation of ultra- and microaggregates of micron-sized particles was established, interacting both along the basal planes and by the type of basal-lateral cleavage. The dependence of the electrokinetic potential of a suspension of kaolinite and montmorillonite particles on the pH of the medium has been measured. It is shown that the behavior of particles of both types in an electric field in a suspension with $\text{pH}>5$ is practically the same, and the main differences are manifested in an acidic medium: the isoelectric point for kaolinite is close to $\text{pH}=2$, and for montmorillonite, $\text{pH}=3.5$.

Keywords: particle size distribution, electrokinetic potential, colloidal solution, pH of the medium, phyllosilicate

Acknowledgments: the author is grateful to the staff of the Common Facility Center "Institute of Micro and NANO Technologies" (Orenburg State University) E. K. Alidzhanov and A. N. Nikiyan for the provided equipment and methodological assistance.

Введение. Развитие нанотехнологий требует прецизионного метрологического сопровождения экспериментальных исследований, проводимых в нано- и микрометровых диапазонах. Необходимо опережающее развитие методологических и методических разработок в области изучения

дисперсных систем, например, ультрадисперсных порошков и коллоидных растворов в целом [1–2].

Гранулометрический состав синтезируемого порошка в основном определяет конечные свойства материалов. Агломераты разных размеров в дисперсной системе приводят

к возникновению широкого спектра артефактов во время технологического процесса [3], особенно при синтезе керамики из природных филлосиликатов. Исследование гранулометрического состава природных филлосиликатов состоит из трёх равноценных этапов: пробоотбора, диспергирования и измерений.

На первом этапе из всей массы порошка выбирают представительную пробу (обычно менее 1 г) для анализа. Выбор пробы существенно влияет на результат морфологических измерений, прежде всего, частиц размерами менее микрометра. В сухом виде подобные частицы склонны к агломерации из-за действия молекулярных и электростатических сил, поэтому гидродинамические радиусы частиц порошков определяют в коллоидных растворах. В подобных средах агломераты разрушают с помощью ультразвука и манипулируют если не зарядом базальных поверхностей, то зарядом боковых сколов частиц, предотвращая их коагуляцию в процессе измерений [4]. Эффект дезагломерации зависит от параметров среды диспергирования и ультразвуковой амплитуды, которая должна быть сопоставима с размерами частиц или их кластеров. Как правило, удовлетворительный эффект дезагломерации достигается в диапазоне частот 20–100 кГц [5–6].

Заряд, формируемый на поверхности глинистых частиц, во многом определяет свойства глин [7]. Заряд на поверхности частицы зависит от дефектов кристаллической решетки [8–9], типа и концентрации катионов в поровом пространстве частиц, водородного показателя (рН) раствора [10] и собственно природы дисперсионной среды [11].

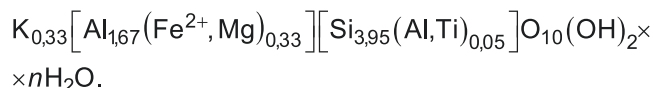
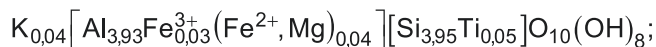
Количественно электростатическое взаимодействие частиц в растворе характеризуется значением электрокинетического потенциала (ζ -потенциала), возникающего на границе скольжения между адсорбционным и диффузионным слоями [12]. Электрокинетический потенциал, в свою очередь, влияет на процесс адсорбции как молекул воды, так и тяжелых металлов силикатными поверхностями глинистых минералов [13].

Удельная поверхность частиц обратно пропорциональна их размеру, следовательно, с увеличением поверхности адсорбционная способность глин увеличивается [14, 15]. Стабилизация суспензий из филлосиликатов зависит от свойств диспергаторов, а также от специфических взаимодействий глинистых частиц. Диспергаторы, адсорбируясь на поверхности частиц, вызывают между ними электростатические силы отталкивания, которые определяют вязкость шликеров [16, 17].

Цель исследования – определение достоверных значений размеров и электрокинетического потенциала частиц, ответственных за вязкость, тиксотропные и адсорбционные свойства частиц глинистых минералов.

Материалы и методы исследования. Исследовали порошки двух природных глин месторождений Оренбургской области. Согласно результатам рентгеноструктурного исследования, обогащенные глины содержали более 70 % глинистых минералов каолинита Kt и монтмориллонита Mt. Химические составы исследуемых глин определяли по методикам силикатного анализа [18], основными оксидами в глинах являлись SiO_2 и Al_2O_3 . В Mt-глине в 2 раза выше содержание оксидов железа; компоненты Na_2O , K_2O , MgO , TiO_2 в обеих глинах представлены одинаково. Автором в настоящем исследовании

установлено, что усреднённые структурные формулы филлосиликатов имели вид для Kt и Mt соответственно



В квадратных скобках указаны катионные составы гидроксильного и силоксанового слоёв, сформировавших поверхностный заряд частиц минералов.

Гранулометрический состав (гидродинамический радиус) Kt- и Mt-порошков определяли методом динамического рассеяния света (фотонной корреляционной спектроскопии) на анализаторе размеров частиц Photocor Compact-Z (ООО «Фотокор», Россия). Исходные пробы, состоявшие из частиц глинистых минералов размерами $d \leq 40$ мкм, суспендировали в дисперсионной среде – деионизированной воде (ГОСТ Р 58144-2018 «Вода дистиллированная. Технические условия»). Ультразвуковое диспергирование суспензии проводили в течение 5 мин с помощью УЗ-гомогенизатора аналогично методике, предложенной в [19]. Для достижения устойчивости суспензию отстаивали в течение 300 мин в условиях свободной седиментации. Непосредственно перед анализом разбавляли суспензию с помощью аналогичной дисперсионной среды до достижения требуемой концентрации 1 % (масс.) (ГОСТ 8.887-2015 «ГСИ. Потенциал электрокинетический (дзета-потенциал) частиц в коллоидных системах. Оптические методы измерения»). Для этого дозатором переменного объёма Proline1-5ml в ампулы объёмом 2 мл, соответствующим 2/3 объёма вials, наливали дисперсионную жидкость. В каждую вial дозатором Proline-mcl случайным образом от всего объёма суспензии отбирали пробы по 200 мкл и измеряли гидродинамический диаметр наночастиц в каждой пробе два раза в термостатируемых условиях при температуре $(21 \pm 0,5)$ °С методом фотонной корреляционной спектроскопии [20] с использованием аттестованной методики измерений (ГОСТ Р 57325-2017 «Композиты керамические. Подготовка образцов к определению гранулометрического состава керамического порошка»).

Для испытаний стабильности суспензий (рН=6,5) с каолинитовой и монтмориллонитовой глинами применяли по две партии этих суспензий и хранили их при нормальных условиях (при комнатной температуре (20 ± 2) °С).

Повторяемость измерений гидродинамических радиусов с точки зрения старения приготовленных коллоидных растворов отслеживали аналогично методике, предложенной в статье [20], через равные промежутки времени (двое суток), длительность испытаний составила шесть суток.

Для того чтобы оценить агрегативную устойчивость частиц глинистых минералов в коллоидном растворе, рассчитывали поверхностную плотность энергии теплового движения частиц [21]:

$$\sigma_m = \gamma kT/d^2,$$

где γ – коэффициент, приблизительно равный 10; k – постоянная Больцмана; T – температура; d – гидродинамический размер.

Образцы сканировали с помощью атомно-силового микроскопа SMM-2000 (ЗАО «ПРОТОН-МИЭТ», Россия) в контактном режиме с использованием кантилверов общего назначения MSCT (Bruker, США), жёсткостью 0,01 Н/м и номинальным радиусом кривизны зонда 15 нм. Для морфометрического анализа полученных изображений применяли программное обеспечение микроскопа.

Незначительное количество Kt- и Mt-растворов наносили на подложку в виде свежего скола слюды. После полного высыхания образцов проводили сканирование со скоростью одна строка в секунду.

Далее измеряли основную физико-химическую характеристику частиц глинистых минералов – электрокинетический потенциал – по их электрофоретической подвижности на анализаторе Photocor Compact-Z. Учитывая тип образца, использовали кювету с погружными электродами, прикладываемое напряжение составляло 5 мВ, межэлектродное пространство – 4 мм.

Дисперсионными средами служили буферные растворы, удовлетворяющие требованиям, прописанным в ГОСТ 4919.2-2018 «Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов». Кислотность контролировали лабораторным ионометром И-160МИ (ООО «Измерительная техника», Россия). Для изменения pH дисперсионной среды применяли гликолевые и фосфатно-цитратный растворы.

Результаты и их обсуждение. Коллоидные растворы на протяжении 6 суток оставались стабильны: отсутствовала чёткая граница между надосадочной жидкостью и осаждающейся суспензией; плотный осадок составил менее 10 % от объёма.

В таблице приведены модальные значения гидродинамических радиусов r_h в суспензиях Kt, Mt с различным водородным показателем; значения радиусов в микрометрах сопоставлены с количественным (процентным) содержанием x частиц; полужирным шрифтом отмечены пробы суспензий, содержащие хлопья (флокулы).

В сильнокислой среде в Kt-суспензии оседание флокул существенно осложнило измерительный процесс. Эта проблема исчезла при $pH > 5$. В целом гранулометрические составы каолинита в умеренно кислых средах с различными pH оказались весьма схожи. Для всех растворов с $pH < 11$ установлено, что более 25 % частиц имели размеры в диапазоне 140–230 нм.

Коллоидный раствор монтмориллонита в диапазоне $1,5 < pH \leq 5$ был нестабилен из-за склонности к образованию микроагрегатов размерами более 40 мкм. Собственные размеры монтмориллонитовых частиц зафиксировали при $pH = 6,5$.

В сильнощелочной среде оба раствора стали снова неустойчивыми. Таким образом, наиболее качественный раствор с доступными для наблюдения объектами получен вблизи изоэлектрической точки скола минералов [13]. В этих условиях диссоциация сиоловых (Si–OH) и алюмоиловых (Al–OH) групп оказалась минимальна, а образовавшиеся в незначительных количествах положительные и отрицательные заряды на сколах уравнивали друг друга.

Данные по гранулометрическому составу стабилизированных суспензий ($pH = 6,5$) приведены на рис. 1. Размер глинистых частиц определился их минеральным составом.

Модальные значения гидродинамических радиусов частиц Kt- и Mt-суспензий и их процентное содержание при различных pH

pH	Kt		Mt	
	r_h , мкм	x , %	r_h , мкм	x , %
1,5	0,19;0,91	56:44	0,20;2,24;73,40	69:6:24
3,0	0,02;0,23;8,74	8:58:34	0,06;0,31;85,10	5:72:13
5,0	0,17;1,43;33,90	29:21:50	(0,11–0,31):46,20	67:33
6,5	0,14;1,13;23,10	13:26:61	0,018;2,700;0,190	1:89:10
11,0	0,069;0,780;22,300	3:31:66	0,19;1,93	5:93

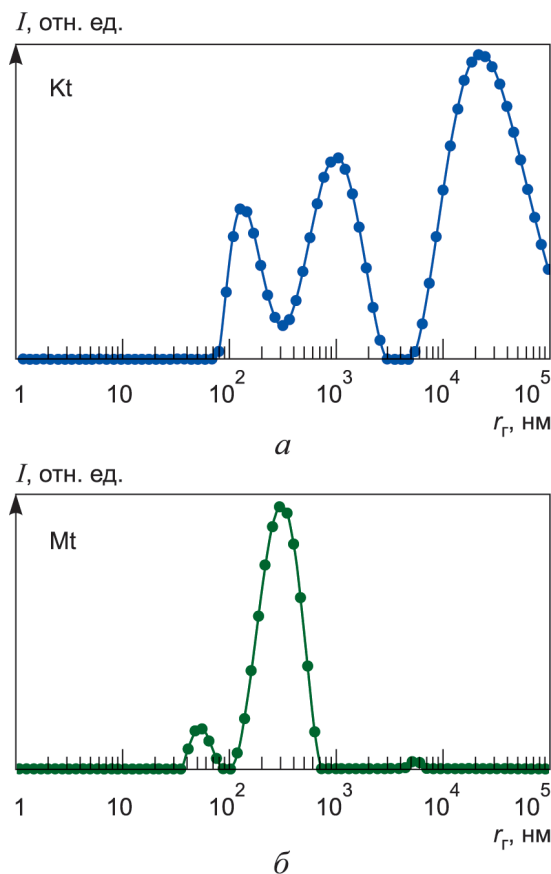


Рис. 1. Распределения гидродинамических радиусов частиц r_h в коллоидных растворах каолинита Kt (а) и монтмориллонита Mt (б) при $pH = 6,5$

Fig. 1. Distributions of hydrodynamic radii of particles r_h in colloidal solutions of kaolinite Kt (a) and montmorillonite Mt (b) at $pH = 6.5$

Значения гидродинамических радиусов каолинитовых частиц представлены тремя модальными максимумами: $(0,14 \pm 0,05)$; $(1,13 \pm 0,40)$; $(23,4 \pm 2,7)$ мкм (рис. 1, а). Гранулометрический состав монтмориллонита (рис. 1, б) представлен малой группой нативных частиц размерами (18 ± 3) нм, представительной группой $(0,27 \pm 0,07)$ мкм и небольшим количеством частиц со средним эффективным диаметром (11 ± 7) мкм. Дополнительным доводом в пользу строгого соблюдения требований стандартов при подготовке суспензии стало значение критерия, вычисление которого основано на полученных значениях эффективных диаметров глинистых частиц в суспензии с $pH = 6,5$. Рассчитанные значения указанного критерия

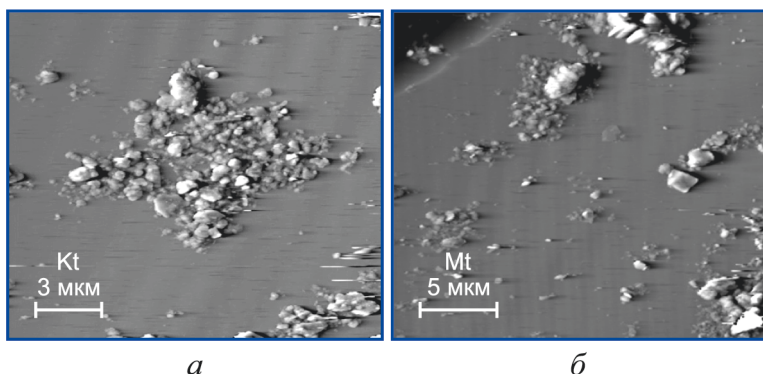


Рис. 2. Изображения частиц каолинита Kt (а) и монтмориллонита Mt (б), полученные с помощью атомно-силового микроскопа

Fig. 2. Atomic force microscopic images of kaolinite Kt (a) and montmorillonite Mt (b) particles

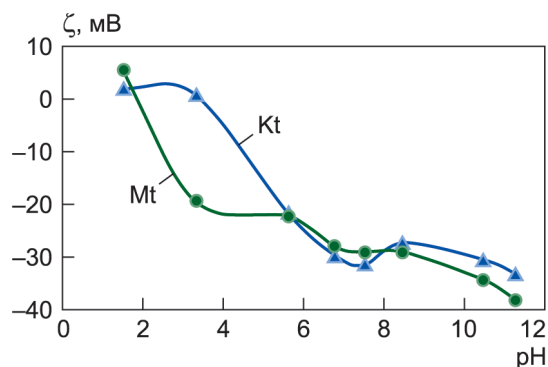


Рис. 3. Зависимость электрокинетического ζ -потенциала от pH среды растворов каолинита Kt и монтмориллонита Mt

Fig. 3. Dependence of the electrokinetic ζ -potential on the pH of the medium of solutions of kaolinite Kt and montmorillonite Mt

находились в диапазоне 10^{-7} – 10^{-8} Дж/м², что характерно для динамически подвижных систем [21].

Основным проблемным механизмом, приводящим к нестабильности гранулометрических измерений, являлась коагуляция наночастиц [20]. На рис. 1, а показано, что в каолините только 13 % объектов – собственно глинистые частицы с присущими им размерами и габитусом. Немногим более 25 % объектов объединилось в ультрамикроагрегаты, а оставшиеся примерно 60 % – в микроагрегаты. Глинистые частицы представляли собой кластеры из отдельных частиц, взаимодействовавших по схеме «базис – базис» пластинчато-чешуйчатой формы. Их максимальная длина и толщина не превышала нескольких микрометров. Косвенным подтверждением того, что это ультрамикроагрегаты, являлась их прочная межчастичная связь, трудно разрушаемая при диспергировании как механическими, так и физико-химическими методами.

Mt-суспензия из-за своей особенности поверхностного заряда базальной плоскости минеральных частиц содержала единичные обособленные нанообразования размерами 15–20 нм (около 1 %). Частицы монтмориллонита намного меньше по размеру, чем частицы каолинита, толщина чешуек

может соответствовать нескольким десяткам элементарных слоёв (1–5 нм), а длина – порядка 10 нм [13]. Валовая часть объёма (почти 90 %) пришлась на ультрамикроагрегаты и лишь 10 % – на микроагрегаты. Появление микроагрегатов обусловлено контактом не только по базисным плоскостям, но и по типу «базис – боковой скел». Для каолинита характерны микроагрегаты изометричной формы, для монтмориллонита – тонкой листообразной формы.

На рис. 2, а показан обзорный скан Kt-образца, сделанный атомно-силовым микроскопом. Обнаруженные на изображениях структуры неоднородны по составу. Визуализация крупных конгломератов затруднена, поскольку максимальный ход сканера по вертикали составил всего 3 мкм, что не позволило распознать объекты с большей высотой. Например, в нижней части рис. 2, а расположен объект высотой более 3 мкм, который игла микроскопа задела и проволокла за собой по подложке. На изображении это проявилось в возникновении горизонтальных линий на скане и отсутствии сигнала на вершине структуры.

Mt-образец также неоднороден по составу (рис. 2, б). На обзорных изображениях обнаружены субмикровые объекты размером 120–520 нм. Агломераты в верхней части рис. 2, б, по размеру не превышали 15 мкм и состояли из микронных объектов размерами 1,2–2,5 мкм. Крупных образований, присутствующих в Kt-образце, не обнаружили.

У авторов [12] система «монтмориллонитовая глина – вода» содержала лишь частицы со средним диаметром $(1,62 \pm 0,37)$ мкм. В системе «каолиновая глина – вода» наблюдались две группы частиц: размером $(4,22 \pm 1,09)$ мкм и размером $(0,79 \pm 0,11)$ мкм. Таким образом, тщательная пробоподготовка позволила автору настоящей статьи оценить габариты нативных частиц, а не только их разноразмерных кластеров.

При интерпретации данных гранулометрии учитывалось, что длина частиц варьировала от нескольких десятков нанометров (у монтмориллонита) до нескольких микрометров (у каолинита), а ширина – от нескольких нанометров до 1–2 мкм соответственно [13]. В итоге морфометрических исследований установлено, что модальный диаметр неагломерированных частиц каолинита примерно равен 70 нм, а монтмориллонита около 20 нм.

На рис. 3 показана зависимость ζ -потенциала от pH среды для каолиновой и монтмориллонитовой глин. Можно выделить несколько диапазонов pH, при которых наблюдались качественные и количественные изменения ζ -потенциала.

Основные различия проявились в кислой среде: изоэлектрическая точка для каолинита близка к pH=2, а для монтмориллонита pH=3,5. У Kt-частиц ζ -потенциал уменьшился от +5 до –20 мВ при pH 1,5–3,3, а у Mt-частиц – при pH 3–5,5. Вероятно, в условиях реакции, проходившей в сильноокислой среде на боковых сколах каолинита протонировались не только гидроксильные группы, но и атомы кислорода в тетраэдрической сетке, в результате чего сформировался положительный заряд, и возросла способность минерала к электростатической сорбции анионов.

Поведения монтмориллонитовых и каолиновых частиц в электрическом поле в суспензии с $5 < \text{pH} \leq 10$ практически идентичны. В этом диапазоне pH электрокинетический потенциал в пределах погрешности измерений медленно менялся, в сильнощелочной среде ($\text{pH} > 10$) значения опускались ниже -30 мВ. Возможно, в условиях протекания реакции в сильнощелочной среде боковые сколы филлосиликатов приобрели отрицательный заряд и проявилась максимальная способность к поглощению катионов.

Очевидно, что в обоих случаях наиболее интенсивное изменение потенциала наблюдалось при низких ($\text{pH} = 3$) и высоких ($\text{pH} = 12$) значениях водородного показателя. В первом случае это происходило за счёт быстрого роста отрицательных зарядов на сколах при перезарядке тетраэдрической сетки, а во втором – за счёт отрицательного заряда, образовавшегося на сколах как тетраэдрической, так и октаэдрической сеток [22].

Зависимость ζ -потенциала частиц глинистых минералов от pH среды коррелировала с аналогичными зависимостями, полученными в работах [17, 23]. Различия в значениях ζ -потенциала обусловлены условиями эксперимента (межэлектродной разностью потенциалов, составом среды) и индивидуальными поверхностными зарядами минералов различных месторождений.

Заключение. Проведённые исследования показали, что для корректного определения гранулометрического состава порошков филлосиликатов методом фотонной корреляционной спектроскопии при диспергировании в дистиллированной воде необходимы пробоотбор частиц размером менее 40 мкм, ультразвуковая обработка коллоидного раствора и его термостабилизация. Нарушение требований ГОСТ 8.887-2015 по концентрации коллоидных растворов (1 масс. %) и межэлектродной разности потенциала (5 В) приводит к активным коагуляционным процессам и существенно завышенным значениям как гидродинамических радиусов, так и электрокинетического потенциала.

Список источников

1. Котов Ю. А., Иванов В. В. Порошковые нанотехнологии для создания функциональных материалов и устройств электрохимической энергетики // Вестник Российской академии наук. 2008. Т. 78. № 9. С. 777–791.
2. Bensebaa F., *Nanoparticle Technologies: From Lab to Market*, Oxford, Academic Press, 2013, 560 p.
3. Lange F. F., *Journal of the American Ceramic Society*, 1989, vol. 72, iss. 1, pp. 3–15. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1989.tb05945.x>
4. Миронов Р. А., Забежайлов М. О., Якушкина В. С., Русин М. Ю. Определение гранулометрического состава порошков на основе диоксида циркония методами статического лазерного рассеяния и оптической микроскопии // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2016. Т. 82. № 11, С. 32–36.
5. Wu T. Y., Guo N., Teh Ch. Y., Hay J. X. W., *Advances in ultrasound technology for environmental remediation*, Springer, 2013, pp. 5–12. <https://doi.org/10.1007/978-94-007-5533-8>
6. Новик А. В. Исследование процесса ультразвукового диспергирования керамических материалов в жидких средах: автореф. дисс. канд. техн. наук (ЛЭТИ, Санкт-Петербург, 2013).
7. Buckley J. S., Takamura K., Morrow N. R., *SPE Reservoir Engineering*, 1989, vol. 4, iss. 03, pp. 332–340. <https://doi.org/10.2118/16964-PA>
8. Naveen Kumar, Cunlu Zhao, Aram Klaassen, Dirk van den Ende, Frieder Mugele, Igor Siretanu, *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 2016, vol. 175, pp. 100–112. <https://doi.org/10.1016/j.gca.2015.12.003>
9. Gupta V., Miller J. D., *Journal of the Colloid Interface Science*, 2010, vol. 344, iss. 2, pp. 362–371. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2010.01.012>
10. Nikhil John Kollannur, Dali Naidu Arnepalli, Factors Influencing Zeta Potential of Clayey Soils, in book: Stalin V., Muttharam M. (eds) *Geotechnical Characterisation and Geoenvironmental Engineering. Lecture Notes in Civil Engineering*, Springer, Singapore, 2019, vol. 16, pp. 171–178. https://doi.org/10.1007/978-981-13-0899-4_21
11. Chen J., Min F., Liu L., Jia F., *Physicochemical Problems of Mineral Processing*, 2020, vol. 56, no. 2, pp. 338–349. <https://doi.org/10.37190/ppmp/117769>
12. Середин В. В., Красильников П. А., Медведева Н. А. Изменение электрокинетического потенциала глинистых коллоидов в водной и углеводородной средах // Геоэкология. Инженерная геология. Гидрогеология. Геоэкология. 2017. № 1. С. 66–74.
13. Осипов В. И., Соколов В. Н. Глины и их свойства. Монография. М.: Геос. 2013. 578 с.
14. Везенцев А. И., Данг Минь Тхуи, Перистая Л. Ф., Михайлюкова М. О. Фазовый и гранулометрический состав, структурно-морфологические и текстурные характеристики композиционного сорбента // Сорбционные и хроматографические процессы. 2018. Т. 18. № 3. С. 297–308. <https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2018.18/532>
15. Янин Е. Н. Особенности распределения тяжелых металлов в гранулометрическом спектре техногенных речных илов // Проблемы окружающей среды и природных ресурсов. 2018. № 7. С. 58–65.
16. Hammas A., Lecomte-Nana G., Azril N., Daou I., Peyratout C., Zibouche F., *Minerals*, 2019, vol. 9, no 12, 757. <https://doi.org/10.3390/min9120757>
17. Cui J., Zhang Z., Han F., *Applied Clay Science*, 2020, vol. 190, no. 1, 105543. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2020.105543>
18. Четверикова А. Г., Каныгина О. Н., Алпысбаева Г. Ж., Юдин А. А., Сокабаева С. С. Инфракрасная спектроскопия как метод определения структурных откликов природных глин на СВЧ-воздействие // Конденсированные среды и межфазные границы. 2019. Т. 21. № 3. С. 446–454. <https://doi.org/10.17308/kcmf.2019.21/1155>
19. Merkus H., *Particle size measurements*. Springer, 2008, 534 p. <https://doi.org/10.1007/978-1-4020-9016-5>
20. Лизунова А. А., Ефимов А. А., Уразов М. Н., Сивододов Д. А., Лисовский С. В., Скидин Д. О., Лошкарев А. А., Волков И. А., Иванов В. В. Разработка и возможности применения стандартных образцов диаметра наночастиц коллоидных растворов оксидов алюминия, титана, кремния и цинка // Стандартные образцы. 2013. № 3. С. 16–20.

21. Данилов В. Е., Айзенштадт А. М. Комплексный подход к оценке наноразмерных фракций полидисперсных систем измельчённых горных пород // Нанотехнологии в строительстве: научный интернет- журнал. 2016. Т. 8, вып. 3. С. 97–110. <https://doi.org/10.15828/2075-8545-2016-8-3-97-110>

22. Yukselen Y., Kaya A., *Water, Air, and Soil Pollution*, 2003, vol. 145, no 1–4, pp. 155–168. <https://doi.org/10.1023/A:1023684213383>

23. Hojiyev R., Ersever G., Karaağaçlıoğlu İ. E., Karakaş F., Boylu F., *Applied Clay Science*, 2016, vol. 127–128, pp. 105–110. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2016.03.042>

References

1. Kotov Y. A., Ivanov V. V., Poroshkovye nanotekhnologii dlya sozdaniya funktsional'nykh materialov i ustroystv elektrokhimicheskoi energetiki [Powder nanotechnology for creating functional materials and devices for electrochemical energy], *Bulletin of the Russian Academy of Sciences*, 2008, vol. 78, no. 9, pp. 777–791. (In Russ.)

2. Bensebaa F., *Nanoparticle Technologies: From Lab to Market*, Oxford, Academic Press, 2013, 560 p.

3. Lange F. F., *Journal of the American Ceramic Society*, 1989, vol. 72, iss. 1, pp. 3–15. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1989.tb05945.x>

4. Mironov R. A., Zabezhaylov M. O., Yakushkina V. S., Rusin M. Y., Determination of the Grain-Size Distribution of Zirconia Based Powders by the Methods of Static Laser Scattering and Optical Microscopy, *Industrial laboratory. Diagnostics of materials*, 2016, vol. 82, no. 11, pp. 32–36. (In Russ.)

5. Wu T. Y., Guo N., Teh Ch. Y., Hay J. X. W., *Advances in ultrasound technology for environmental remediation*, Springer, 2013, pp. 5–12. <https://doi.org/10.1007/978-94-007-5533-8>

6. Novik A. V., Extended abstract of candidate's dissertation in tech. sciences (LETI, St. Petersburg, 2013).

7. Buckley J. S., Takamura K., Morrow N. R., *SPE Reservoir Engineering*, 1989, vol. 4, iss. 03, pp. 332–340. <https://doi.org/10.2118/16964-PA>

8. Naveen Kumar, Cunlu Zhao, Aram Klaassen, Dirk van den Ende, Frieder Mugele, Igor Siretanu, *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 2016, vol. 175, pp. 100–112. <https://doi.org/10.1016/j.gca.2015.12.003>

9. Gupta V., Miller J. D., *Journal of the Colloid Interface Science*, 2010, vol. 344, iss. 2, pp. 362–371. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2010.01.012>

10. Nikhil John Kollannur, Dali Naidu Arnepal, Factors Influencing Zeta Potential of Clayey Soils, in book: Stalin V., Muttharam M. (eds) *Geotechnical Characterisation and Geoenvironmental Engineering*.

Lecture Notes in Civil Engineering, Springer, Singapore, 2019, vol. 16, pp. 171–178. https://doi.org/10.1007/978-981-13-0899-4_21

11. Chen J., Min F., Liu L., Jia F., *Physicochemical Problems of Mineral Processing*, 2020, vol. 56, no. 2, pp. 338–349. <https://doi.org/10.37190/ppmp/117769>

12. Seredin V. V., Krasil'nikov P. A., Medvedeva N. A., Variation of electrokinetic potential of clayey colloids in aquatic and hydrocarbon media, *Geoekologiya. Inzhenernaya Geologiya. Gidrogeologiya. Geokriologiya*, 2017, no. 1, pp. 66–74. (In Russ.)

13. Osipov V. I., Sokolov V. N., *Gliny i ikh svoystva: Monografiya [Clays and their properties: Monograph]*, Moscow, Geos Publ., 2013, 578 p. (In Russ.)

14. Vesentsev A. I., Dang Minh Thuy, Peristaya L. F., Mihaylyukova M. O., *Sorption and chromatographic processes*, 2018, vol. 18, no. 3, pp. 297–308. (In Russ.) <https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2018.18/532>

15. Yanin E. N., Osobennosti raspredeleniya tyazhelykh metallov v granulometricheskom spektre tekhnogennykh rechnykh ilov [Features of the distribution of heavy metals in the granulometric spectrum of technogenic river silts], *Problemy okruzhayushchei sredy i prirodnnykh resursov*, 2018, no. 7, pp. 58–65. (In Russ.)

16. Hammas A., Lecomte-Nana G., Azril N., Daou I., Peyratout C., Zibouche F., *Minerals*, 2019, vol. 9, no 12, 757. <https://doi.org/10.3390/min9120757>

17. Cui J., Zhang Z., Han F., *Applied Clay Science*, 2020, vol. 190, no. 1, 105543. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2020.105543>

18. Chetverikova A. G., Kanygina O. N., Alpysbaeva G. Z., Yudin A. A., Sokabayeva S. S., *Kondensirovannyye Sredy i Mezhfaznye Granitsy*, 2019, vol. 21, iss. 3, pp. 446–454. (In Russ.) <https://doi.org/10.17308/kcmf.2019.21/1155>

19. Merkus H., *Particle size measurements*. Springer, 2008, 534 p. <https://doi.org/10.1007/978-1-4020-9016-5>

20. Lizunova A. A., Efimov A. A., Urazov M. N., Sivodedov D. A., Lisovskiy S. V., Skidin D. O., Loshkarev A. A., Volkov I. A., Ivanov V. V., Development and application of standard samples of the diameter of nanoparticles of colloidal solutions of aluminum, titanium, silicon and zinc oxides, *Standard samples*, 2013, no. 3, pp. 16–20. (In Russ.)

21. Danilov V. E., Ayzenstadt A. M., *Nanotechnologies in Construction: A Scientific Internet-Journal*, 2016, vol. 8, no. 3, pp. 97–110. (In Russ.) <https://doi.org/10.15828/2075-8545-2016-8-3-97-110>

22. Yukselen Y., Kaya A., *Water, Air, and Soil Pollution*, 2003, vol. 145, no 1–4, pp. 155–168. <https://doi.org/10.1023/A:1023684213383>

23. Hojiyev R., Ersever G., Karaağaçlıoğlu İ. E., Karakaş F., Boylu F., *Applied Clay Science*, 2016, vol. 127–128, pp. 105–110. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2016.03.042>

Статья поступила в редакцию 24.05.2021; одобрена после рецензирования 31.08.2021; принята к публикации 07.09.2021. The article was submitted 24.05.2021; approved after reviewing 31.08.2021; accepted for publication 07.09.2021.

ПОПРАВКА

Статья А. Ю. Грибова, О. И. Бердасова, Г. С. Белотелова и др. «Оптический стандарт частоты на холодных атомах стронция», опубликованная в журнале «Измерительная техника» № 12 2020 г. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2020-12-22-27>, должна быть дополнена следующей информацией: **Финансирование:** работа выполнена в рамках НИР «Исследование путей создания эталона килограмма на основе ватт-весов», шифр «Баланс» (государственный контракт № 120-85/2020 от 15.09.2020 г.).

Измерения для здоровья



ПОДПИСКА – 2022

- на ежемесячный научно-технический журнал
«Измерительная техника»
(печатное издание и электронная копия)
- на журнал «Метрология»
(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)	(электронная копия)

www.ural-press.ru

☎ +7 (495) 789-86-36; +7 (499) 700-05-07

Агентство по распространению зарубежных изданий

www.arzi.ru

☎ +7 (495) 680-89-87; +7 (495) 631-62-55

✉ secret@arzi.ru

Агентство «Книга-Сервис»

- интернет-каталог «Пресса по подписке» www.akc.ru
- объединённый каталог «Пресса России» www.ppressa-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, ФГБУ «ВНИИМС»

☎ +7 (495) 781-48-70

✉ izmt@vniims.ru

www.izmt.ru