

Вимірюйте
усе доступне вимірюванню
й робіть недоступне вимірюванню
доступним.

Галілео Галілей

ISSN 2307-2180

Метрологія



Та прилади

№ 6(44), 2013

Науково-виробничий журнал

Журнал зареєстровано:
у Державній реєстраційній
службі України, свідоцтво серія
КВ № 20033-8933ПР від 17.05.2013;
у Вищій атестаційній комісії України,
Постанова Президії **ВАК**
№ 1-05/2 від 10.03.2010

Журнал **включено** до Міжнародної
наукометричної бази даних
Index Copernicus, лист від 08.03.2013

Засновники:

Академія метрології України,
Харківський національний
університет радіоелектроніки (ХНУРЕ),
ТОВ виробничо-комерційна
фірма «Фавор»

Видається з **2006** року
Передплатний індекс **92386**

Редакційна колегія:

Большаков В. Б., д. т. н., с. н. с.
Варша З., д. т. н., Польща
Величко О. М., д. т. н., проф.
Віткін Л. М., д. т. н., проф.
Володарський Є. Т., д. т. н., проф.
Гінзбург М. Д., д. т. н., проф.
Грищенко Т. Г., д. т. н., с. н. с.
Гудрун В., д. т. н., Німеччина
Домницький Р. А.
Жагора М. А., д. т. н., проф., Білорусь
Захаров І. П., д. т. н., проф.
Зенкін А. С., д. т. н., проф.
Коломієць Л. В., д. т. н., проф.
Крюков О. М., д. т. н., проф.
Кузьменко Ю. В.
Маловик К. М., к. т. н., доц.
Мачехін Ю. П., д. т. н., проф.
Назаренко Л. А., д. т. н., проф.
Несєжмаков П. І., к. т. н.
Петришин І. С., д. т. н., проф.
Радев Х., д. т. н., проф., Болгарія
Рожнов М. С., к. х. н., с. н. с.
Руженцев І. В., д. т. н., проф.
Скубіс Т., д. т. н., проф., Польща
Столярчук П. Г., д. т. н., проф.
Сурду М. М., д. т. н., проф.
Туз Ю. М., д. т. н., проф.
Хакімов О., д. т. н., проф., Узбекистан
Чалий В. П., к. т. н., с. н. с.
Черепков С. Т., к. т. н., доц.
Чуновкіна А. Г., д. т. н., Росія

Редакційна група:

Головний редактор Фісун В. П.
Відповідальний редактор Чепела В. М.
Науковий редактор — відповідальний
секретар Винокуров Л. І.
Дизайнер-верстальник Зайцев Ю. О.

Журнал **рекомендовано до друку**
вченою радою ХНУРЕ
(протокол №27 від 27.12.2013)

Видавець ВКФ «Фавор»

Адреса редакції:

61002, Харків, вул. Митрофанівська, 40;
Тел.: (057) 780-78-00, (095) 00-68-665
E-mail: mp@metrology.kharkov.ua
<http://www.metpriladi.com/>

Підписано до друку 30.12.2013.
Формат 60×84/8. Папір крейдований.
Ум. друк. арк. 8,43. Обл.-вид. арк. 7,13.
Друк офсетний. Тираж 450 прим.
Замовлення № 49

© «Метрологія та прилади», 2013

Закінчується 2013 рік... Світ вступає у Новий, 2014, як завжди, з вірою у краще майбутнє, згадуючи найвизначніші події року минулого. Головною з них, безсумнівно, є те, що людству вдалося уникнути багатомасштабної війни, загроза якої була достатньо високою.

Україна у минулому році, як ніколи, була близькою до реалізації свого стратегічного курсу на євроінтеграцію. І хоча в останній момент було взято паузу в переговорному процесі щодо асоціації з Європейським Союзом, значну роботу в цьому напрямі сторони виконали. Істотна її частина припала на українських метрологів та стандартизаторів, у першу чергу, стосовно узгодження вітчизняних технічних регламентів і стандартів з вимогами європейськими.

Важливим став 2013 рік для журналу «Метрологія та прилади». У березні видання включено до Міжнародної наукометричної бази даних Index Copernicus.

З надією на подальше підвищення рівня публікацій та авторитету журналу, редакція та редколегія щиро вітають своїх читачів і авторів, усіх працівників метрологічної та приладобудівної галузей з Новим, 2014 роком!

Здоров'я, щастя, добробуту, вагомих наукових і виробничих здобутків, здійснення творчих і особистих планів Вам у Новому році!

ТЕНДЕНЦІЇ ТА ПЕРСПЕКТИВИ РОЗВИТКУ	TRENDS AND PROSPECTS FOR DEVELOPMENT
Неєжмаков П., Павленко Ю., Назаренко Л. На шляху до нового визначення кельвіна3	Neiezhmakov P., Pavlenko Yu., Nazarenko L. On the Road for Kelvin New Determination
МІЖНАРОДНЕ СПІВРОБІТНИЦТВО	INTERNATIONAL COOPERATION
Сергієнко Р. Засідання ТК 1.10 COOMET «Термометрія й теплофізика»10	Sergijenko R. Meeting of COOMET TC 1.10 «Thermometry and thermal physics»
НАЦІОНАЛЬНА ЕТАЛОННА БАЗА	NATIONAL METROLOGICAL STANDARDS BASE
Рожнов М., Глебов А., Гаврилкін В., Тимошенко Я., Гаврилкін М. Стан і перспективи розвитку еталонної бази національної метрологічної системи вимірювань складу, властивостей, кількості речовин і матеріалів, обліку енергоносіїв11	Rozhnov M., Gleybov A., Gavrylkin V., Tymoshenko Ya., Gavrylkin M. The Current Situation and Perspectives of Measurement Standards for the National Metrological System for the Measurements of Composition, Properties, Materials and Substance Amount, Energy
ЕНТРОПІЙНИЙ АНАЛІЗ	ENTROPY ANALYSIS
Мачехін Ю., Курської Ю. Особливості ентропійного аналізу результатів вимірювань у нелінійних динамічних системах17	Machehin Yu., Kurskoy Yu. Features of Entropy Analysis of Measurement Results in Nonlinear Dynamical Systems
МЕТОДИ ТА МЕТОДИКИ	METHODS AND PROCEDURES
Коцюба А., Згуря В. Оцінювання придатності (валідація) методик випробування та калібрування: деталізація вимог22	Kotsuba A., Zgurya V. Validation of methods of testing and calibration: detailing requirements
ПОВІРКА ТА КАЛІБРУВАННЯ	VERIFICATION AND CALIBRATION
Лясковец К., Онищенко В. Градуировка (определение вместимости) топливных танков судов с учётом особенностей их конструкции и изменением посадки судна25	Lyaskovets K., Onishchenko V. Calibration (the Volume Determination) of Vessels Fuel Tanks, Taking Into Account Their Structure.
БЕЗДЕМОНТАЖНИЙ КОНТРОЛЬ	NON-DISASSEMBLING CONTROL
Щапов П., Камбаєв І. Бездемонtajний контроль похибок вимірювального перетворення за випадковими сигналами вимірювальної інформації32	Shchapov P., Kambaiev I. Non-disassembling control of measuring conversion errors based on random signals of measurement information
ПОХИБКИ ТА НЕВИЗНАЧЕНОСТІ	ERRORS AND UNCERTAINTY
Ганжала О., Михайлова І., Удовенко О. Розрахунок невизначеностей вимірювань механічних характеристик металів та сплавів у процесі випробувань на розтяг36	Ganzhala O., Michailova I., Udovenko O. Calculation of Measuring Uncertainties for Mechanical Characteristics of Metals and Alloys During Tension Test
ЗАКОНОДАВЧА МЕТРОЛОГІЯ	LEGAL METROLOGY
Черепков С., Несвідоміна Л., Потоцький І. Законодавчі й організаційні аспекти створення (удосконалення) державних еталонів, забезпечення відтворення і зберігання ними одиниць вимірювань та їх значення для України42	Cherepkov S., Nesvidomina L., Pototskyi I. Legislative and Organizational Aspects of Creation (Improvement) of State Standards, Assurance by Them of Measuring Units Generation and Maintenance and their Importance for Ukraine
ІНТЕРНЕТ-МЕТРОЛОГІЯ	INTERNET-METROLOGY
Квасніков В., Хаєїн Т. Концепція повірки координатно-вимірювальних машин через інтернет48	Kvasnikov V., Haein T. A Conception of the Cmm's Inspection Via Internet
НАНОМЕТРОЛОГІЯ	NANOMETROLOGY
Ковальчук В., Маслій О., Афанасєєва О. Кластерна модифікація аморфної матриці54	Kovalchuk V., Maslyi O., Afanasyeva O. Cluster's Modification of Amorphous Matrix
ХІМІЧНА МЕТРОЛОГІЯ	CHEMICAL METROLOGY
Калинюк Н. Визначення вмісту кисню у кремнії58	Kalyniuk N. Determination oxygen of content in silicon
ІНФОРМАЦІЙНІ ТЕХНОЛОГІЇ	INFORMATION TECHNOLOGY
Сапожніков М., Чужикова-Проскурніна О. Вплив сгенерованої послідовності псевдовипадкових рівномірно розподілених чисел на похибку виконання операції ймовірнісного множення67	Sapozhnikov M., Chuzhikova-Proskurnina O. The Impact of Generated Sequence of Uniformly Distributed Pseudorandom Numbers on the Uncertainty of the Probabilistic Multiplication Operation
ВІТАЄМО ЮВІЛЯРІВ	WELCOME
До 60-річчя Сергія Тимофійовича Черепкова70	To the 60th anniversary of S.T. Cherepkov
ДО ВІДОМА АВТОРІВ	AT INFORMATION OF AUTORS
Вимоги до матеріалів, які надаються для опублікування у журналі «Метрологія та прилади»71	Requirements to materials, which are presented for publication in journal «Metrology and Instruments»
ПІДГОТОВКА ФАХІВЦІВ	TRAINING EXPERTS
План набору слухачів на 2014 рік72	State Enterprise for Year 2014
ІНФОРМАЦІЯ31, 35	INFORMATION



НА ШЛЯХУ ДО НОВОГО ВИЗНАЧЕННЯ КЕЛЬВІНА

П. Неєжмаков, кандидат технічних наук, старший науковий співробітник, перший заступник генерального директора з наукової роботи,

Ю. Павленко, доктор технічних наук, професор, головний науковий співробітник, ННЦ «Інститут метрології», м. Харків,

Л. Назаренко, доктор технічних наук, професор, завідувач кафедри світлотехніки і джерел світла,

Харківський національний університет міського господарства ім. О.М. Бекетова

Розглядаються питання перевизначення одиниці температури — кельвіна через сталу Больцмана, наслідки цього перевизначення для метрології, а також можливість використання радіометричного методу для побудови термодинамічної шкали температур для високих температур.

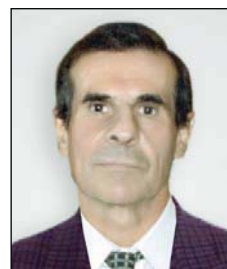
The questions for unit of temperature-kelvin redetermination with Boltzmann constant, his consequences for metrology and activity metric method employment possibility for thermodynamic temperature scale to high temperatures construction are considered.

Як відомо, єдність вимірювань температури забезпечується на сьогодні не стільки прямими вимірюваннями за допомогою «первинних термометрів» (під якими зазвичай розуміють газові термометри), скільки за допомогою так званої Міжнародної температурної шкали 1990 року (МТШ-90) та її доповнення — тимчасовою шкалою низьких температур від 0,9 мК до 1 К (ТНТШ-2000). Тому величина, що вимірюється багатьма сучасними засобами вимірювальної техніки (ЗВТ), не є термодинамічною температурою, але є температурою у кельвінах T_{90} або градусах Цельсія t_{90} , відповідно до МТШ-90. МТШ-90 ґрунтується на 17 реперних точках рівноважних фазових станів для відомих чистих речовин і методах інтерполяції між ними. Основною реперною точкою в цій шкалі вибрано потрійну точку води (ПТВ). Вище точки плавлення міді температуру T_{90} знаходять за використання планківського закону випромінювання.

З метою зменшення нестабільності у просторі та часі реалізацій реперних точок, за допомогою яких побудовано МТШ-90, в останні 10 років активно дискутується питання щодо перевизначення [1] термодинамічної температури — основної



П. Неєжмаков



Ю. Павленко



Л. Назаренко

одиниці SI — у напрямку прив'язки її до сталої Больцмана k — природного інваріанта [2], що дозволить здійснити визначення термодинамічної температури незалежним від матеріальних еталонів — артефактів та відповідних методів вимірювань.

Мета статті — розглянути запропоноване перевизначення кельвіна через сталу Больцмана і наслідки цього перевизначення як для фундаментальної, так і прикладної метрології.

1. ПЕРЕДУМОВИ І СУТЬ ПЕРЕВИЗНАЧЕННЯ

Одиницю температури T , кельвін, наразі визначено через температуру ПТВ, тобто її пов'язано з властивостями матерії. Хоча ПТВ і є природним інваріантом, проте її термодинамічна температура певною мірою залежить від вмісту домішок та ізотопного складу обраного об'єму води. Розбіжність $T_{\text{ПТВ}}$ для різних реалізацій ПТВ не перевищує 50 мкК, проте невизначеності усіх інших реперних точок, які визначають МТШ-90, є значно більші. Саме ця обставина стала головною передумовою до перевизначення кельвіна. Але є й інші причини.

Вимірювання температури, що ґрунтуються на міжнародних температурних шкалах, МТШ-90 зокрема, порівняно з прямими вимірюваннями термодинамічної температури, здійснюються легше і добре відтворюються. Проте МТШ-90 властиві й деякі недоліки. Зокрема, за вимірювань вищої точності можуть виникати помітні відмінності між результатами вимірень, виконаними для однієї й тієї ж температури, але відповідно до різних визначень. Навіть за використання одного визначення відмінності можуть виникати у разі використання різних інтерполявальних інструментів між опорними точками. Ці ефекти відомі у температурній метрології як «відсутність єдності» та «неузгодженість діапазонів».

Міжнародний комітет з мір і вагів (CIPM) протягом багатьох років мав довгострокову мету — визначити всі основні одиниці SI через фундаментальні фізичні сталі (ФФС), аби виключити залежність від властивостей будь-яких артефактів чи матеріалів і забезпечити довгочасову стабільність одиниць.

У 2005 році у Консультативному комітеті з термометрії (CCT) сформовано цільову групу з одиниць (TG-SI), метою якої була оцінка наслідків уведення нового визначення кельвіна. Вона узагальнила результати всіх досліджень стосовно можливого нового визначення кельвіна і рекомендувала перевизначення цієї одиниці через фіксоване значення сталої Больцмана. Вибір останньої є абсолютно природним, оскільки у фундаментальних законах фізи-

ки завжди фігурує теплова енергія $kT = \theta$. Отже, стала Больцмана є коефіцієнтом пропорційності між справжньою (істинною) характеристикою теплового стану системи — тепловою енергією θ і одиницею вимірювання її термодинамічної температури T , що історично склалася, — кельвіна. Першим цей зв'язок встановив Гіббс [3]:

$$\theta = kT, \quad (1)$$

а числове значення k визначив Планк [4]. Величина k якраз і характеризує одиницю термодинамічної температури в енергетичному еквіваленті.

Цей висновок добре узгоджується зі статистичним визначенням температури. Розвиток кінетичної теорії газів призвів до молекулярної інтерпретації термодинамічної температури, згідно з якою температура є параметром, що характеризує енергетичне розподілення молекул системи. Цю інтерпретацію удосконалено завдяки розвиненій Гіббсом (1902) статистичній механіці та виводу рівняння (1). Тим самим встановлено зв'язок між статистичною і термодинамічною температурами.

2. ПІДВИЩЕННЯ ТОЧНОСТІ ВИМІРЮВАННЯ СТАЛОЇ БОЛЬЦМАНА — НЕОБХІДНА УМОВА ПЕРЕВИЗНАЧЕННЯ КЕЛЬВІНА

Як вже зазначено, сьогодні невизначеність реалізації ПТВ складає приблизно 50 мкК або у відносних значеннях — близько $2 \cdot 10^{-7}$. Формулювання кельвіна як $1/273,16$ частини температури ПТВ у той же час визначає точне значення сталої Больцмана. Із рівняння (1) випливає, що для ПТВ $k = \theta_{\text{ПТВ}}/273,16$. Якщо ж перейти до визначення кельвіна через сталу Больцмана, похибка, з якою вона відома, перейде на $T_{\text{ПТВ}}$, іншими словами, щоб перевизначення кельвіна не призвело до суттєвої втрати точності температурних вимірювань, невизначеність k повинна бути близькою до невизначеності $T_{\text{ПТВ}}$. За оцінками CIPM значення стандартної невизначеності сталої Больцмана для перевизначення кельвіна не повинно перевищувати $1 \cdot 10^{-6}$. Методи, які можна використати для вимірювання сталої Больцмана, це ті ж методи первинної термометрії, де T пов'язана з іншими величинами, які можна виміряти, а також з відомими сталими. При цьому використовуються фундаментальні фізичні закони і закони термодинаміки. Але визначення k із задовільною точністю — складне завдання, оскільки для цього потрібно вимірювати термодинамічну температуру.

Найбільш точним методом визначення термодинамічної температури є вимірювання за допомогою

газових термометрів, що допустимо через еквівалентність термодинамічної і газотермометричної температур.

Як відомо, газотермометрична температура визначається із рівняння стану, яке для ідеального газу має вид:

$$PV_m = RT, \quad (2)$$

де V_m — молярний об'єм газу;

R — універсальна газова стала; P — тиск.

Для реального газу, для урахування його відмінності від ідеального, рівняння стану подається у виді ряду:

$$PV_m \left(1 + \frac{B(T)}{V_m} + \frac{C(T)}{V_m^2} + \dots \right) = RT, \quad (3)$$

де $B(T)$, $C(T)$ — віріальні коефіцієнти, що є функціями від температури.

Газотермометрична температура визначається на основі рівнянь (2, 3) за допомогою газового термометра. Останній є складним вимірювальним комплексом, основною частиною якого є спеціальна посудина, в якій міститься газ (як правило, азот, аргон або гелій, термічні властивості яких добре відомі), що має постійну відому масу (або, що те ж саме, постійну кількість молей). Стан газу змінюється. Відповідно до рівняння стану зміна температури викликає зміну тиску та/або об'єму, через які й визначається температура.

Газові термометри поділяються на такі основні види (рис. 1):

- газовий термометр сталого об'єму (CVGT);
- акустичний газовий термометр (AGT);
- газовий термометр за діелектричною проникністю (DCGT);
- газовий термометр за показником заломлення (RIGT);
- термометр на основі квазісферичного резонатора (QSCR).

До первинних методів термометрії належать також:

- ♦ шумова термометрія;
- ♦ термометрія за доплерівським розширенням спектральної лінії;
- ♦ спектральна радіаційна термометрія.

Наведемо найбільш перспективні первинні термометри для вимірювання сталої Больцмана і досягнуті за їх допомогою мінімальні невизначеності цих вимірювань (табл.1).

Як видно з таблиці, найкращі результати отримано за допомогою акустичного газового термометра. Розглянемо коротко історію цього досягнення.

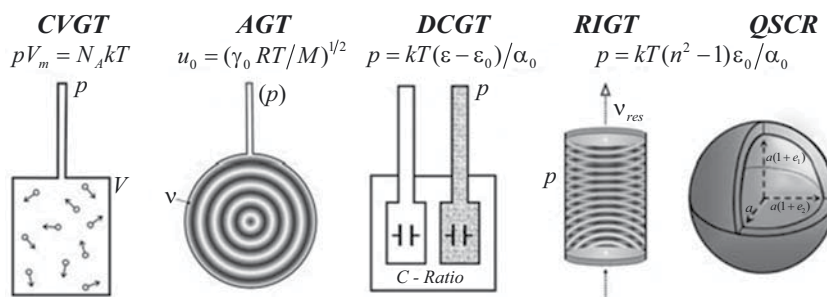


Рис. 1. Види газових термометрів

Табл. 1. Мінімальні невизначеності вимірювань сталої Больцмана

Первинний термометр	Відносна стандартна невизначеність
1	2
Акустичний газовий термометр	$1 \cdot 10^{-6}$
Газовий термометр за діелектричною проникністю	$2 \cdot 10^{-6}$
Газовий термометр за показником заломлення	$10 \cdot 10^{-6}$
Шумовий термометр	$5 \cdot 10^{-6}$
Термометр за доплерівським розширенням спектральних ліній	$10 \cdot 10^{-6}$

3. ОСТАННІ РЕЗУЛЬТАТИ З УТОЧНЕННЯ СТАЛОЇ БОЛЬЦМАНА

Роботи з уточнення k особливо активізувалися з 2005 року, коли прийнято рішення стосовно підготовки до нових визначень ампера, кілограма, кельвіна і моля. Найбільш активно такі роботи проводилися у Національному інституті стандартів та технологій (NIST, США), Фізико-технічному інституті (PTB, Німеччина), Національній фізичній лабораторії (NPL, Велика Британія), Національній лабораторії метрології та випробувань (LNE-CNAM, Франція).

До 2010 року найбільш точним значенням сталої Больцмана уважалося значення, отримане у NIST з невизначеністю $1,7 \cdot 10^{-6}$ ще у 1988 році [6] на акустичному газовому термометрі зі сферичним резонатором. Роботи з удосконалення апаратури і процедури вимірювання тривали, і у 2011 році з'явилося повідомлення, що у LNE-CNAM [7] отримано значення сталої Больцмана зі стандартною невизначеністю $1,2 \cdot 10^{-6}$. У тому ж році NIST опублікував нове значення $k = 1,3806488(13) \cdot 10^{-23}$ Дж/к, стандартна невизначеність якого склала $9,1 \cdot 10^{-7}$. Все це свідчить стосовно прогресу у визначенні сталої Больцмана і виконанні умови щодо досягнення рівня невизначеності цієї сталої $1 \cdot 10^{-6}$ [8].

4. НАСЛІДКИ ПЕРЕВИЗНАЧЕННЯ КЕЛЬВІНА. СТАТУС МТШ-90

Очікується, що нове визначення кельвіна матиме малий безпосередній вплив на статус МТШ-90. Проте, МТШ-90 більше не буде *єдиною практичною основою* для температурних вимірювань. Так, більшість безпосередніх і корисних наслідків зміни очікується для температур, нижчих від ~ 20 К і вищих за ~ 1300 К, де первинні термометри можуть забезпечити користувачам менші невизначеності, ніж це можливо за МТШ-90. Проте, МТШ-90 залишатиметься для використання у передбачуваному майбутньому як шкала, що точно і зручно відтворюється і має хороше наближення до термодинамічної шкали температур.

Довготерміновим наслідком зміни є те, що первинні методи розвиватимуться, досягатимуть вищих точностей, більше використовуватимуться і поступово замінятимуть МТШ-90 як основу температурних вимірювань. З введенням нового формулювання кельвіна необхідним стане вказувати, до якої температури належить те чи інше значення невизначеності: T чи T_{90} (табл. 2).

У цій таблиці $U(T_k)$ є невизначеність термодинамічної температури у припущенні нового прийнятого визначення кельвіна через фіксоване значення сталої Больцмана. Значення у колонках 3 і 4 взято із табл. 1, 2 Допоміжної інформації до МТШ-90 [9].

У передбачуваному майбутньому більшість температурних вимірювань в діапазоні від 200 до 960 °С проводитимуться за допомогою еталонних платинових термометрів, каліброваних відповідно до МТШ-90. Оскільки МТШ-90 залишатиметься незмінною, невизначеності у T_{90} не змінюватимуться у реалізаціях реперних точок (колонка 3 таблиці).

Якщо рекомендоване Комітетом з даних для науки та технологій (CODATA) значення k зафіксувати і використати для визначення кельвіна, відносна невизначеність k , яка дорівнює $1 \cdot 10^{-6}$, переноситиметься до ПТВ. Це означає, що значення $T_{ПТВ}$ залишатиметься 273,16 К, а стандартна невизначеність $T_{ПТВ}$ становитиме $u(T_{ПТВ}) = 0,27$ мК.

Оскільки всі термодинамічні вимірювання визначені відносно ПТВ, невизначеність у 0,27 мК розповсюджується на всі термодинамічні температурні вимірювання. На практиці зміна у визначенні лише впливатиме на вимірювання, виконані поблизу 273 К, оскільки невизначеності термодинамічних температур, далеких від цього діапазону, будуть значно більшими, ніж 0,27 мК.

Цільова група TG-SI CCT вважає, що невеличке зростання невизначеності термодинамічних температур $u(T_{k, fixed})$ не становить проблеми для метроло-

Табл. 2. Реперні точки МТШ-90 (з невизначеностями $u(T_{90})$ краєвих практичних реалізацій) і невизначеності термодинамічних температур $u(T)$

Реперні точки	$T_{90}(K)$, температура плавлення за МТШ-90	$u(T_{90})$ (мК), невизначеність T_{90}	$u(T)$ (мК), невизначеність термодинамічної температури	$u(T_k)$ (мК), невизначеність термодинамічної температури за визначення k
Cu	1357,77	15	60	60,1
Au	1337,33	10	50	50,1
Ag	1234,93	1	40	40,1
Al	933,473	0,3	25	25,1
Zn	692,677	0,1	13	13,1
Sn	505,078	0,1	5	5,10
In	429,7485	0,1	3	3,11
Ga	302,9146	0,05	1	1,15
H ₂ O	273,16	0,02	0	0,27
Hg	234,3156	0,05	1,5	1,55
Ar	83,8058	0,1	1,5	1,50
O ₂	54,3584	0,1	1	1,00
N ₂	24,5561	0,2	0,5	0,50
e-H ₂	$\approx 20,3$	0,2	0,5	0,50
e-H ₂	$\approx 17,0$	0,2	0,5	0,50
e-H ₂	13,8033	0,1	0,5	0,50
⁴ He	4,2221	0,1	0,3	0,30

гії або широкої спільноти дослідників. Також очікується, що будь-які зміни у майбутньому в температурній шкалі будуть набагато меншими, ніж допуски, пов'язані з поточними документальними стандартами для термоелектричних перетворювачів і промислових платинових термоперетворювачів опору.

ПТВ продовжуватиме відігравати важливу роль у практичній термометрії. У дійсності, різниця в $T_{ПТВ}$, яка реалізується різними еталонними ампулами ПТВ, може бути настільки малою, як 50 мК і навіть меншою. Це відповідає відносній невизначеності температури $2 \cdot 10^{-7}$.

Тому довготермінові експерименти, які потребують граничної точності за або поблизу $T_{ПТВ}$, все ще спиратимуться на відтворюваність ПТВ.

5. РАДІОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ПОБУДОВИ ТЕРМОДИНАМІЧНОЇ ШКАЛИ

Як вище зазначено, нове визначення кельвіна не впливає безпосередньо на статус МТШ-90 або ТНТШ-2000, крім того, воно має значні переваги за вимірювань термодинамічної температури, особливо нижчих від ~ 20 К і вищих за ~ 1300 К, де первинні

термометри зможуть забезпечити більш низьку невизначеність, ніж доступну на сьогодні МТШ-90. Саме цей факт і повинен стимулювати зусилля національних метрологічних інститутів. Від результатів досліджень цих інститутів залежить успіх у реалізації нового визначення одиниці температури — кельвіна.

Зважаючи на ті дослідження, які виконує ННЦ «Інститут метрології» з побудови термодинамічної температурної шкали за законом Стефана-Больцмана (термометрія повного випромінювання) [10], саме у цьому напрямі необхідно продовжити дослідження і взяти участь у міжнародному розподілі робіт за допомогою первинної термометрії.

Єдиний надійний спосіб перевірки достовірності термодинамічної температурної шкали полягає у використанні для її побудови певного іншого способу, систематичні похибки якого не залежать від похибок існуючого методу і, отже, не повторюються. Збіг результатів вимірень двома різними методами стане доказом достовірності обох методів. У цьому зв'язку має інтерес використання радіометричного методу не лише для побудови термодинамічної температурної шкали, але й визначення сталої Больцмана.

Як засвідчили дослідження, він може скласти конкуренцію газовому термометру.

Радіометричний метод вимірювання термодинамічної температури засновано на використанні закону випромінювання Стефана-Больцмана. Радіаційний потік, який поглинається радіометром, визначається виразом:

$$W = gF(1 - D)(1 + s)(1 + p)\sigma T^4, \quad (4)$$

де g — геометричний фактор; F — функція переносу випромінювання; D — дифракційні втрати; s — частина розсіяного випромінювання; p — поправка на провідність залишкового газу; σ — стала Стефана-Больцмана.

Схему експериментальної установки, що реалізує радіометричний метод, представлено на рис. 2.

До складу установки входять три основні вузли: випромінювач типу модельного чорного тіла (МЧТ) 3, криогенна фотометрична камера 2 і абсолютний криогенний радіометр 1. Криогенна фотометрична камера слугує для формування схеми відбору радіаційного потоку від МЧТ до радіометра. У фотометричній камері на фіксованій відстані одна від одної розміщено діафрагми джерела і радіометра. Їх розмір і відстань між ними вибрано, виходячи із необхідного рівня сигналу радіометра.

Суттєві вимоги під час проектування фотометричної камери пред'являються до зменшеного рівня розсіяного випромінювання. З цією метою внутрішню поверхню камери виконано з нарізкою і по-

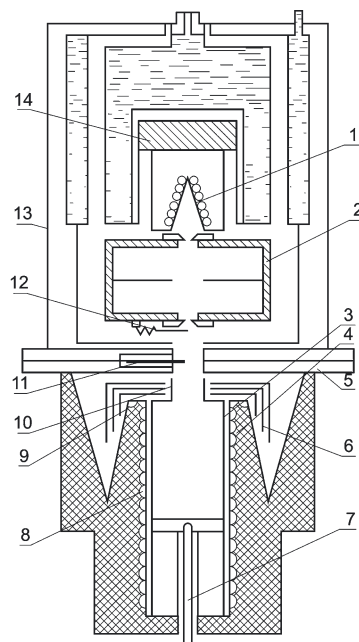


Рис. 2. Схема експериментальної установки

крито чорною фарбою. Завдяки низькій температурі криогенної камери рівень фонового випромінювання суттєво менший від рівня корисного сигналу. Охолодження фотометричної камери відбувається від гелієвого об'єму криостата 13. Перед входною діафрагмою фотометричної камери встановлено електрично керовану гелієву заслінку 12. Абсолютний криогенний радіометр 1 з електричним зміщенням працює на принципі проточного калориметра з організованим тепловим стоком. Приймальна порожнина є тонкостінним мідним конусом, на зовнішній поверхні якого розміщено дві нагрівні обмотки. Проводи виконано із надпровідного титано-ніобієвого сплаву. Для підвищення поглинальної здатності радіометра внутрішню поверхню приймальної порожнини покрито чорною фарбою. Температура нагрівання порожнини радіометра контролюється напівпровідниковим термоперетворювачем опору. Приймальну порожнину радіометра з'єднано через тепловий стік із нержавіючої сталі з тепловою платформою 14. Температура останньої підтримується постійною за допомогою системи стабілізації, яка включає термоперетворювач опору, перетворювач опір-напруга, пропорційно-інтегральний регулятор і нагрівну обмотку. Платформа охолоджується через теплового фільтр, з'єднаний з об'ємом, що охолоджується рідким гелієм.

Одна із найбільш складних проблем у процесі розроблення абсолютного радіометра — зменшення нееквівалентності заміщення у випадку впливу оптичного випромінювання й електричного заміщення. Метрологічні характеристики радіометра, який працює за гелієвої температури, суттєво поліпшуються

завдяки зниженню витрат на випромінювання, високій температуропровідності міді та використанню надпровідних проводів [11].

Вимірювана радіаційна потужність за електричного заміщення виражається формулою:

$$W = AU_{0V}U_R / (\alpha \cdot R), \quad (5)$$

де A — коефіцієнт нееквівалентності заміщення; U_{0V} — напруга на обмотці заміщення; U_R — напруга на еталонному опорі R ; α — ефективна поглинальна здатність радіометра.

Методику побудови термодинамічної температурної шкали засновано на вимірюванні інтегральних потужностей випромінювання МЧТ для визначення температури T і опорної T_0 . Відповідно до (4) формула для розрахунку термодинамічної температури МЧТ за результатами радіометричних вимірювань набуває такого виду за умови постійності геометричного фактора:

$$T = T_0 \sqrt[4]{\frac{W}{W_0} \cdot \frac{F_0(1-D_0)(1+S_0)(1+p_0)}{F(1-D)(1+s)(1+p)}}, \quad (6)$$

де W і W_0 — потужності радіаційних потоків МЧТ, вимірені за температури T і T_0 .

Використання приймачів, охолоджених до температури рідкого гелію, дозволяє більше, ніж на порядок, підвищити точність вимірювання потоків випромінювання порівняно із кращими зразками приймачів, які працюють за кімнатних температур.

Це пояснюється тим, що за гелієвих температур у 10^5 разів знижуються витрати на випромінювання від приймальної порожнини, а також можливість використання проводів із надпровідного сплаву з низькою теплопровідністю. Це знижує витрати уздовж проводів до нехтовно малих величин і виключає їх нагрівання струмом заміщення. У результаті реалізується висока еквівалентність електричного заміщення, оскільки виконується необхідна умова — всі теплові витрати зводяться лише до витрат за тепловідводом до теплостоку.

Окрім того, завдяки зниженню теплоємності міді більше, ніж у 1000 разів за криогенних температур, приймачі можуть мати масивні порожнини з високим коефіцієнтом поглинання і при цьому здатні вимірювати низькі рівні потужності — порядку 10^{-5} Вт, оскільки стала часу нагрівання порожнини τ визначається виразом:

$$\tau = m \cdot c \cdot M, \quad (7)$$

де m — маса порожнини; c — питома теплоємність міді; M — температурна чутливість приймача.

Температурна чутливість приймача визначається із виразу:

$$M = \frac{1}{\lambda \cdot Q / l}, \quad (8)$$

де λ — коефіцієнт теплопровідності матеріалу теп-

ловідводу; Q — площа поперечного перерізу тепловідводу; l — довжина тепловідводу.

За гелієвих температур з'являється можливість використання у радіометрі термоперетворювачів опору з високим температурним коефіцієнтом на рівні (0,3 ... 0,5) K^{-1} , що значно покращує можливість стабілізації температури теплостоку, а також підвищує вольтватну чутливість, що видно із виразу:

$$s = U_0 \cdot \alpha_T \cdot M, \quad (9)$$

де s — вольтватна чутливість; U_0 — напруга на термоперетворювачі; α_T — температурний коефіцієнт опору термоперетворювача.

Усі зазначені фактори призводять до похибок таких радіометрів на рівні, меншому від 0,005 % (меншому від $5 \cdot 10^{-5}$).

Наразі можна констатувати, що кількість національних метрологічних лабораторій, які використовують криогенний радіометр для побудови спектрорадіометричних шкал і дослідження термодинамічних температурних шкал, безперервно збільшується.

У зв'язку з наведеним вище пропонується порівнювати абсолютний криогенний радіометр з абсолютно чорним тілом на ПТВ.

Теплове випромінювання від чорного тіла за відомої температури T — $M(T)$ вимірюється криогенним радіометром. Вимірюючи T і $M(T)$, можна визначити сталу Стефана-Больцмана (a , отже, і k), використовуючи рівняння:

$$\sigma = \frac{M(T)}{T^4 g}, \quad (10)$$

де g — геометричний фактор.

Вимірюване експериментальне значення тоді стає порівняним з теоретичним $5,670 \cdot 51 \cdot 10^{-8} \text{ Вт} \cdot \text{м}^{-2} \cdot \text{К}^{-4}$, яке виведено із виразу:

$$\sigma = (2\pi^5 k^4) / 15h^3 c^2. \quad (11)$$

Збіг експериментального і теоретичного значень може підтвердити криогенний радіометр як абсолютний приймач. Повторення цього визначення через регулярні інтервали гарантуватиме довгострокову стабільність радіометра, прив'язану до сталої Больцмана.

6. ПРАКТИЧНА РЕАЛІЗАЦІЯ НОВОГО ВИЗНАЧЕННЯ

Аби допомогти споживачам виконувати точні та достовірні вимірювання, CIPM через CСТ публікує підборку Настанов з температурних вимірювань (*The Mise en Pratique (MeP)*) за аналогією з поточною Допоміжною інформацією до Міжнародної температурної шкали 1990 року. Настанови належать до практичної реалізації визначення кельвіна, у майбутньому оновлюватимуться і розширюватимуться для описання визнаних первинних методів

вимірювання температури або реалізації шкали, а також джерел невизначеностей, пов'язаних з вимірюваннями. Хоча не передбачається безпосередніх змін у МТШ-90, майбутні перегляди *МеР* включатимуть уточнення на основі кращих термодинамічних вимірювань.

ВИСНОВКИ

Стала Больцмана не пов'язана з іншими фундаментальними сталими, на відміну від молярної газової сталої $R=kN_a$.

Отже, немає альтернативи зв'язку кельвіна з певними сталими, окрім сталої Больцмана.

Рекомендація ССТ щодо визначення кельвіна шляхом фіксації сталої Больцмана продовжує той же самий шлях, як і з іншими одиницями, з метою гарантування довготермінової стабільності еталонів. Для спрощення користування нове визначення супроводжуватиметься текстом з поясненням стосовно впливу на первинну і практичну термометрію.

Нове визначення повинно бути в гармонії з сучасною наукою, в якій природа температури характеризується статистичною термодинамікою і передбачається еквівалентність енергії й температури, що виражається рівнянням $E = k \cdot T$. У принципі, температуру можна було б вивести із вимірювань енергії. На практиці, проте, не існує простого й універсального інструмента для вимірювання енергії, і вона виявляється у різних формах, наприклад, у формі температури. За допомогою фун-

даментальної сталої k температура перераховується в енергетичні величини.

Не обов'язково, щоб нове визначення базової одиниці системи SI безпосередньо дозволяло реалізувати одиницю зі зменшеною невизначеністю. Заміна існуючого визначення кельвіна таким, що пов'яже його з точним значенням сталої Больцмана, на думку ССТ, значно важливіша для метрології й науки в цілому, ніж будь-яке підвищення точності у визначенні термодинамічних температур. За дуже низьких і дуже високих температур не буде необхідності у майбутньому повертатися до ПТВ. Все це робоча група ССТ розглядає як головну практичну перевагу нового визначення.

Очікується, що зміна визначення кельвіна не призведе до суттєвої зміни статусу МТШ-90. Однак МТШ-90 перестане згодом бути єдиною основою для вимірювання температури, але використовуватиметься як високоточна і надійно відтворювана шкала, яка добре пов'язана з термодинамічною шкалою.

Прогнозується, що нове визначення стимулюватиме подальше удосконалення первинних термометрів з точки зору як конструкції, так і точності, й поступово вони замінять МТШ-90.

У близькому майбутньому більшість вимірювань температури в діапазоні від мінус 200 до 900 °C, що найбільше використовується на практиці, виконуватиметься за допомогою еталонних платинових термометрів опору, каліброваних відповідно до МТШ-90.

ЛІТЕРАТУРА

1. Redefinition of the kilogram, ampere, kelvin and mole: a proposed approach to implementing CIPM recommendation 1 (CI -2005) / I.M. Mills, P.J. Mohr, T.J. Quinn, B.N. Taylor, E.R. Williams. — Metrologia. — 2006. — Vol. 43 — P. 227—246.
2. Кононогов С. А. Метрология и фундаментальные физические константы / С. А. Кононогов. — М.: Стандартиформ, 2008. — 269 с.
3. Гиббс Дж. В. Основные принципы статистической физики / Дж. В. Гиббс. — М.: ГИТТЛ, 1946.
4. Planck M. // Ständiger Bejbachter der Preußischen Akademie der Wissenschaften. — 1899. — P. 440; Annalen der Physik. — 1990. — V. 1. — P.69.
5. Йоахим Ф. Кельвин в новой системе единиц СИ [Электронный ресурс] // Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Abbestr. 2-12, 10587, Berlin, Germany. — режим доступа: <http://temperatures.ru/pdf/fisher2011.pdf>
6. M. R. Moldover, J. P. M. Trusler, T. J. Edwards, T. J. Mehl and R. S. Davis / Measurement of the universal gas constant R using a spherical acoustic resonator // Journal of research of the National Bureau of Standards. — 1988. — Vol. 93. — P. 85—114.
7. L. Pitre, F. Sparasci, D. Truong, A. Guillou, L. Risegari, M. E. Himbert, / Measurement of the Boltzmann Constant k_B using a Quasi-Spherical Acoustic Resonator // International Journal of Thermophysics. — 2011. — Vol. 32 — P. 1825—1886.
8. Recommendation T 2 (2010) "Considerations for a new definition of the Kelvin" www.bipm.org/utls/common/pdf/CCT25.pdf
9. http://www.bipm.org/en/publications/mep_kelvin/its-90_supplementary.html
10. Голобородько В. Т. Радиометрический метод построения термодинамической температурной шкалы / В. Т. Голобородько, М. В. Гурьев, В. Л. Каштаньер, А. Д. Купко, Л. А. Назаренко // Измерительная техника. — 1995. — № 6. — С. 36 — 40.
11. Martin J. E. A Cryogenic Radiometer for Absolute Radiometric Measurements / J. E. Martin, N. P. Fox, P. J. Key // Metrologia. — 1985. — Vol. 21. — P. 147. ■

ЗАСІДАННЯ ТК 1.10 COOMET



Р. Сергієнко, кандидат технічних наук, секретар ТК 1.10 COOMET, старший науковий співробітник ННЦ «Інститут метрології», м. Харків

12—13 листопада 2014 року у м. Баку на базі Державної служби метрології при Державному комітеті зі стандартизації, метрології й патентів Азербайджанської республіки (АзДСМ) відбулося чергове засідання Технічного комітету «Термометрія й теплофізика» (ТК 1.10) COOMET, у якому взяли участь 22 представники із 9 країн: Азербайджану, Білорусі, Грузії, Казахстану, Киргизстану, Молдови, Росії, Узбекистану та України.

Голова ТК 1.10, член робочої групи WG8 Консультативного комітету з термометрії (ССТ), проф. Походун А.І. (Росія) поінформував учасників засідання, що у ССТ триває робота щодо розроблення документа «Mise en pratique» (Уведення в практику нового визначення кельвіна), який регламентуватиме методи й засоби відтворення й апроксимації температурної шкали відповідно до нового визначення. У його рамках розроблено нову редакцію документа «Supplementary information for the ITS-90». Очікується, що перевизначення одиниці температури має бути прийнято у 2018 році одночасно з перевизначенням ряду інших одиниць.

Заслухано звіти стосовно ходу робіт за 10-ма темами COOMET, зокрема, щодо регіональних звірень національних еталонів одиниці температури у реперних точках затвердіння срібла, золота й міді, в діапазоні від 0,01 до 660,323 °C; регіональних звірень ампул міді для контактної термометрії, термопар типу S у діапазоні температур від 300 до 1100 °C, еталонів вологості газів (температури точки роси/інею від -50 до +20 °C); пілотних звірень за теплопровідністю в діапазоні від 0,03 до 0,20 Вт/(м·К) у температурному діапазоні від 10 до 40 °C.



Від України участь у звіреннях за 7-ма проектами COOMET у сфері термометрії й теплофізики бере ННЦ «Інститут метрології» (м. Харків), у сфері вимірювань вологості — ДП «Укрметртестстандарт» (м. Київ).

За минулий період на експертизу до робочої групи WG8 ССТ представлено СМС дані Білорусі, Куби, Грузії, Казахстану, Молдови й України, сформовані на підставі завершених звірень COOMET. Наразі на сайті BIPM опубліковано СМС зазначених країн.

За результатами проведеного у 2013 році семінару «Калібрування платинових термометрів опору методом безпосереднього звірення у термостаті» розроблено проекти нормативних документів (Рекомендацій COOMET) «Калібрування платинових термометрів опору методом безпосереднього звірення у термостатах» і «Калібрування рідинних, повітряних термостатів, кліматичних камер і термочехей», які обговорено на засіданні.

У частині розширення вимірювальних можливостей метрологічних інститутів країн-учасниць COOMET, відзначено, що одним із напрямів може бути проведення додаткових звірень у сфері контактної термометрії для НМІ COOMET, у яких немає первинних еталонів, зокрема, апаратури з реперними точками. Другим напрямом є реалізація потенціалу НМІ COOMET у сфері вимірювань теплофізичних величин, де може бути сформована значна кількість СМС рядків. А.І. Походун докладно висвітлив проблеми, які виникають на шляху реалізації СМС рядків у сфері теплофізики, головною із яких є відсутність ключових звірень ССТ, що не дає можливості установити еквівалентність національних еталонів у регіональних звіреннях COOMET у сфері вимірювань теплопровідності й енергії згоряння.

Відносно нових тем, запропоновано залучити до участі у проекті стосовно ключових звірень національних еталонів одиниці температури у потрібній точці ртуті лабораторію-пілота з іншої регіональної організації.

Наступне засідання ТК 1.10 COOMET планується провести восени 2014 року на базі Східно-Сибірської філії ВНИИФТРИ (Росія).

УДК 53.089.68:5426:542.3

СТАН І ПЕРСПЕКТИВИ РОЗВИТКУ ЕТАЛОННОЇ БАЗИ НАЦІОНАЛЬНОЇ МЕТРОЛОГІЧНОЇ СИСТЕМИ ВИМІРЮВАНЬ СКЛАДУ, ВЛАСТИВОСТЕЙ, КІЛЬКОСТІ РЕЧОВИН І МАТЕРІАЛІВ, ОБЛІКУ ЕНЕРГОНОСІЇВ

М. Рожнов, кандидат хімічних наук, директор Науково-виробничого інституту «Метхіменерготест»,

А. Глебов, заступник директора інституту,

В. Гаврилкін, начальник науково-виробничого відділу,

Я. Тимошенко, начальник науково-виробничого відділу,

М. Гаврилкін, начальник науково-виробничого відділу,

ДП «Укрметртестстандарт», м. Київ

Представлено огляд еталонної бази ДП «Укрметртестстандарт» у сфері вимірювань фізико-хімічного складу і властивостей речовин і матеріалів, обліку енергоносіїв та оптико-фізичних вимірювань, описано основні типи вироблюваних ДП «Укрметртестстандарт» стандартних зразків складу і властивостей речовин і матеріалів, поставлені завдання на найближчу перспективу із подальшого розвитку еталонної бази, у тому числі, створення нових типів стандартних зразків з урахуванням стрімкого розвитку високотехнологічних галузей промисловості, підвищення вимог до точності вимірювань, необхідність економії природних й енергоресурсів.

The review of measurement standards in state enterprise “Ukrmetrteststandart” for the measurements of contents, properties, materials and substance amount, energy and optical physics, the description of main types of produced by “Ukrmetrteststandart” reference materials for the substance composition and properties, the tasks for the closest perspective for the further development of the measurement standards, including the new standard types for the high-tech industrial branches, increasing measurement precision, energy saving and environmental issues.

ДП «Укрметртестстандарт» є в Україні Головною організацією у сфері вимірювань фізико-хімічного складу й властивостей речовин і матеріалів, Головною організацією із деяких підвидів вимірювань у сфері обліку енергоносіїв і оптико-фізичних вимірювань, а також центром Державної служби стандартних зразків (СЗ) складу й властивостей газів і рідин, твердих і сипких речовин, харчових продуктів і продовольчої сировини. У 2011

році Форумом якості Євро-азійського співробітництва державних метрологічних установ (COOMET) визнана відповідність системи менеджменту якості ДП «Укрметртестстандарт» вимогам ISO/IEC 17025 та ISO Guide 34 щодо калібрувальних можливостей і виробництва СЗ відповідно.

ДП «Укрметртестстандарт» розроблено й ефективно використовуються:

- 6 державних первинних еталонів (на фото):



одиниці молярної частки
компонентів у газових
середовищах ДЕТУ 05-01-2003 [1];



pH ДЕТУ 05-03-07 [3];



одиниць вологості газів
ДЕТУ 05-04-13 [5];



одиниці електролітичної
провідності рідин
ДЕТУ 05-02-04 [2];



одиниці об'єму, маси, об'ємної
й масової витрати гарячої води
ДЕТУ 03-05-11 [4];



одиниці показника заломлення
рідких і твердих речовин
і матеріалів у видимій області
спектра ДЕТУ 11-11-13 [6];

- 8 вторинних еталонів:
- * одиниці молярної частки компонентів у газових середовищах ВЕТУ 05-01-01- 2007;
- * одиниці густини рідин ВЕТУ 05-18-01-05;
- * одиниць спектральних коефіцієнтів спрямованого пропускання у діапазоні довжин хвиль від 0,2 мкм до 2,5 мкм, дзеркального й дифузійного відбиттів у діапазоні довжин хвиль від 0,2 мкм до 0,9 мкм ВЕТУ 11-09-01-08;
- * одиниці кута обертання площини поляризації у видимій області спектра ВЕТУ 11-50-01-98;
- * одиниці температури у діапазоні від 273,16 до 692,677 К ВЕТУ 06-05-01-98;
- * одиниць об'ємної витрати рідини в діапазоні від $2,77 \cdot 10^{-6}$ м³/с до $4,44 \cdot 10^{-3}$ м³/с, масової витрати рідини в діапазоні від $2,77 \cdot 10^{-3}$ кг/с до 4,44 кг/с, об'єму рідини у діапазоні від $5 \cdot 10^{-3}$ м³ до 0,4 м³, маси рідини у діапазоні від 5 кг до 400 кг, що протікає за трубопроводом, ВЕТУ 03-04-01-07;
- * одиниці тиску для різниці тисків ВЕТУ 04-95-01-98;
- * одиниці тиску ВЕТУ 04-03-01-01;
- * одиниці об'єму й об'ємної витрати газу ВЕТУ 03-01-02-09;
- 2 вихідних еталона України:
- ♦ одиниці в'язкості рідин ПТ.05.05У;
- ♦ комплект робочих еталонів для вимірювання задньої вершинної рефракції й призматичної дії окулярних лінз і призм ПТ.11.07У.

За результатами ключових звірень державних первинних еталонів з аналогічними еталонами провідних метрологічно розвинених країн світу визнано вимірювальні й калібрувальні можливості

України у сфері аналізу газів, вимірювань електролітичної провідності рідин і рН; інформацію стосовно них занесено до бази даних Міжнародного бюро з мір і вагів (BIPM) і представлено у виді 21 рядка на сайті BIPM (Додаток С Угоди про взаємне визнання (MRA) національних еталонів, сертифікатів калібрувань й вимірювань, видаваних національними метрологічними інститутами), із яких 12 — щодо молярної частки компонентів у газових середовищах, 3 — електролітичної провідності рідин і 6 — рН.

ДП «Укрметртестстандарт» виготовляє СЗ складу газових сумішей (близько 700 типів, 609 з яких мають статус державних СЗ), необхідних для метрологічного забезпечення засобів вимірювання вмісту горючих і токсичних компонентів в атмосфері, повітрі робочої зони й побутових приміщень, складу промислових газових викидів, складу й властивостей природного газу.

ДП «Укрметртестстандарт» виготовляє також СЗ складу розчинів етанолу у воді для метрологічного забезпечення засобів вимірювань вмісту алкоголю у видихуваному повітрі.

Окрім зазначених, ДП «Укрметртестстандарт» виготовляє такі типи СЗ:

- в'язкості й густини рідин;
- вмісту білку в зерні, продуктах його переробки й насінні;
- вологості твердих і сипких продуктів і матеріалів, у тому числі зерна;
- білизни борошна;
- показника заломлення рідин;
- коефіцієнта пропускання й оптичної густини водяних розчинів іонів металів;
- складу й властивостей нафтопродуктів;

○ складу поліциклічних ароматичних вуглеводнів, поліхлорованих біфенілів і пестицидів;

○ складу розчинів індивідуальних органічних сполук;

○ еталонні розчини електролітів — робочі еталони електролітичної провідності 1-го й 2-го розряду;

○ буферні розчини — робочі еталони рН 1-го й 2-го розрядів.

Разом із цим, стрімкий розвиток високотехнологічних галузей промисловості, підвищення вимог до точності вимірювань під час здійснення контролю якості й безпеки продукції, необхідність зменшення антропогенного навантаження на екосистеми, економії природних і енергоресурсів ставить перед метрологічним співтовариством нові завдання стосовно подальшого розвитку еталонної бази, гармонізації істотних вимог до засобів і методик вимірювань, взаємного визнання результатів вимірювань. Першочерговими завданнями, що стоять перед ДП «Укрметрестандарт», є такі:

◇ *Створення еталонної бази у сфері вимірювань вмісту озону*

Приземний (тропосферний) озон за останні 50 років став одним із найнебезпечніших забруднювачів атмосферного повітря, яке негативно впливає на екологічну стабільність природного середовища. За ступенем токсичності у випадку прямого впливу на людину озон перевершує синильну кислоту. Він бере участь практично у всіх циклах хімічних реакцій у тропосфері й входить до п'ятірки газів, що зумовлюють найсильніший парниковий ефект. Різноманіття негативних наслідків від впливу підвищеної концентрації озону на людину й довкілля, вимагає постійного контролю вмісту озону в приземному шарі повітря й набуває рівня проблеми світового масштабу. Так, у рамках Європейського Союзу ще 12 лютого 2002 прийнято Директиву 2002/3/ЕС щодо озону в навколишньому повітрі, що підкреслює необхідність і встановлює порядок постійного моніторингу озону в атмосфері. Сьогодні програма моніторингу Глобальної служби атмосфери (ГСА) включає скоординовану глобальну мережу станцій спостереження, що складається із 26 глобальних, 410 регіональних і 81 допоміжної станцій.

Згідно з рекомендаціями ВІРМ результати вимірювань вмісту приземного озону мають прослідковуватися до національних еталонів. Під егідою ВІРМ на постійній основі проводяться міжнародні звірення національних еталонів, як таких, у більшості країн використовують стандартний еталонний фотометр (SRP), розроблений Національним інститутом стандартів і технологій (NIST) США. NIST також

є Центральною калібрувальною лабораторією аналізаторів озону за програмою ГСА.

Для забезпечення функціонування станцій моніторингу приземного озону в Україні (Національний ботанічний сад НАН України, Карадагський природний заповідник НАН України й ін.) необхідна наявність як первинного еталона еталонного фотометра SRP, а також аналізатора озону Model 49i виробництва фірми Thermo Fisher Scientific Inc. (США) як еталона порівняння. Передбачається включення зазначених засобів вимірювальної техніки до складу Державного первинного еталона одиниці молярної частки компонентів у газових середовищах ДЕТУ 05-01-2003.

◇ *Створення еталонної бази у сфері вимірювань дисперсних параметрів аерозолів, суспензій і порошкоподібних матеріалів*

В Україні відповідна еталонна база практично відсутня. При цьому стрімко зростає як кількість, так і номенклатура таких засобів вимірювальної техніки (ЗВТ). Нині в Україні достатньо широко використовуються лічильники часток у повітрі й рідині, оптичні аналізатори гранулометричного складу суспензій і порошкоподібних матеріалів, вимірники масової концентрації часток у повітрі й ін. Головними користувачами цих приладів є підприємства пріоритетних для України галузей промисловості — фармацевтичної й гірничозбагачувальної. Ще одна важлива сфера застосування — екологічний моніторинг. Для метрологічного забезпечення зазначених ЗВТ використовуються імпорتنі СЗ, вартість яких достатньо висока, а атестація їх в Україні не можлива через відсутність еталонного устаткування.

Створення зазначеної еталонної бази дозволить вирішити питання метрологічної простежуваності результатів вимірювань:

➤ масової концентрації твердих часток в атмосферних викидах стаціонарних джерел, атмосферному повітрі й повітрі робочої зони;

➤ рахованої концентрації аерозольних часток у чистих приміщеннях;

➤ рахованої концентрації твердих часток у рідині;

➤ гранулометричного складу аерозолів, суспензій і порошкоподібних матеріалів.

Аналіз ієрархічних схем співвідпорядкованості засобів вимірювань дисперсних параметрів аерозолів, суспензій і порошкоподібних матеріалів показав, що на чолі цих схем, як правило, міститься національний еталон. Для створення національного еталона України необхідні:

➤ аналітичні мікроваги для зважування фільтрів;

➤ автоматичний гравіметричний піломір;

- вимірник масової концентрації аерозолів;
- статична аерозольна камера;
- генератор аерозолів;
- комплекс еталонного устаткування для вимірювання рахованої концентрації й гранулометричного складу аерозольних часток;
- комплекс еталонного устаткування для вимірювання рахованої концентрації часток, зважених у рідині;
- лазерний дифракційний аналізатор часток;
- СЗ рахованої концентрації в гідравлічних рідинах.

◇ *Створення еталонної бази у сфері вимірювань масової й молярної концентрації компонентів у рідких і твердих середовищах*

Останніми роками у світовій метрологічній практиці активно проводяться роботи з удосконалювання метрологічного забезпечення вимірювань вмісту неорганічних і органічних речовин у розчинах і сумішах. Ця сфера вимірювань традиційно базувалася на використанні СЗ. У деяких країнах створені національні еталони, які забезпечують метрологічну простежуваність результатів вимірювань до одиниць SI. Так, у Словацькому метрологічному інституті (SMU) створено еталон кількості речовини, а у ФДУП «УНИИМ» (Росія) — Державний первинний еталон одиниць масової (молярної) частки й масової (молярної) концентрації компонентів у рідких і твердих речовинах і матеріалах на основі методу кулонометричного титрування ГЗТ 176-2010 [7]. Виробництво СЗ в NIST (США) також засновано на використанні зазначеного методу.

Метод кулонометричного титрування є абсолютним методом відтворення одиниць складу речовин. Його реалізація можлива з використанням розробленого у ДП «Укрметртестстандарт» кулонометричного титратора Q-201.

Створення державного первинного еталона одиниць масової й молярної концентрації компонентів у рідких і твердих середовищах еталона дозволить знизити відносну невизначеність атестованих значень концентрації компонентів у розчинах з (0,1 — 0,3) % до 0,01 %.

Для створення еталона необхідно розробити нові модифікації титратора Q-201 з іншими параметрами струму електролізу й відпрацювати методики титрування для конкретних класів речовин і сполук.

◇ *Створення еталонної бази у сфері вимірювань вологості твердих і сипких матеріалів*

Існуючий в Україні вихідний еталон вологості зерна й зернопродуктов, зберігачем якого є ДП «Одесастандартметрологія», фізично й морально застарів. Крім того, досвід провідних національ-

них метрологічних інститутів у цьому підвиді вимірювань (наприклад, ФДУП «УНИИМ», Росія) свідчить, що наявність первинних еталонів одиниць вологості окремих видів речовин і матеріалів, заснованих на тих самих методах відтворення одиниці, недоцільна.

З метою забезпечення єдності вимірювань вологості твердих і сипких матеріалів необхідне створення державного первинного еталона одиниць вологості практично всіх твердих і сипких речовин і матеріалів, включаючи зерно й продукти його переробки. Для створення такого еталона ДП «Укрметртестстандарт» вже придбав частину необхідного устаткування й почав розроблення комплексу методик атестації первинних СЗ вологості.

◇ *Створення еталонної бази у сфері вимірювань об'єму й маси, об'ємної й масової витрати води, що протікає за трубопроводом, для перевірки лічильників води з номінальним діаметром від DN100 до DN300*

В Україні відсутні витратомірні установки з номінальним діаметром більшим за DN150 і об'ємною витратою більшою за 180 м³/год, що задовольняють сучасні вимоги щодо метрологічних характеристик, пропонованим до робочих еталонів, що не дозволяє проводити перевірку витратомірів і лічильників води з номінальним діаметром від DN150 до DN300 заливним методом. Ультразвукові й електромагнітні витратоміри-лічильники більших діаметрів повіряються беспроливним імітаційним методом, що призводить до збільшення границь допустимих похибок. Створення заливної установки діаметром DN300 забезпечить простежуваність лічильників більших діаметрів, широко застосовуваних у таких галузях промисловості, як теплоенергетика, водопостачання, облік нафтопродуктів, хімічна, до державного первинного еталона, що дозволить значно підвищити точність у процесі передавання розмірів одиниць об'єму й маси, об'ємної й масової витрати води.

◇ *Удосконалювання еталонної бази у сфері вимірювань параметрів оптичних елементів і систем*

За статистичними даними близько 20 % населення у віці від 20 до 40 років користується окулярами або контактними лінзами; у віці від 30 до 55 років — близько 60 %; у віці більше 55 років — близько 90 %. Основний показник окулярних лінз — задня вершинна рефракція. Для її вимірювання застосовують діоптриметри, якими оснащено практично всі офтальмологічні клініки, кабінети й магазини оптики. Крім того, усі офтальмологічні клініки й кабінети оснащено скіаскопічними лінйками й наборами лінз для підбору окулярів, що також вимагають періодичної перевірки.

Наразі в Україні (ДП «Укрметртестстандарт») як вихідний еталон застосовується «Комплект робочих еталонів для вимірювань задньої вершинної рефракції й призматичної дії окулярних лінз і призми», побудований на фізично застарілому обладнанні. Точність передавання одиниці вершинної рефракції й пов'язаних з нею величин робочим еталонам від існуючого вихідного еталона порівняння з точністю сучасної апаратури, якою оснащені лабораторії й центри з корекції зору.

Як основу для створення еталона доцільно використовувати універсальний автоматизований комплекс «Optispheric» (модель Auto Focus 1500), виробництва фірми TRIOPTICS GmbH (Німеччина). Комплекс дозволяє вимірювати ефективну, задню й передню фокусні відстані, радіус кривизни лінз. Крім того, існує можливість визначення функції передавання модуляції лінз, паралельності, призматичної дії, товщини оптичних елементів, оптичних центрів лінз і розрахунків інших параметрів оптичних систем.

♦ *Створення державного первинного еталона в'язкості рідин*

Удосконалювання системи метрологічного забезпечення засобів вимірювань в'язкості рідин, які широко застосовуються в нафтовидобувній і нафтопереробній галузях промисловості, у процесах виробництва слабо й безалкогольних напоїв, фарб тощо, вимагає створення державного первинного еталона в'язкості рідин замість морально й фізично застарілого вихідного еталона України.

Основною технічною проблемою під час створення еталона є виготовлення 16-ти капілярних віскозиметрів підвищеної довжини. На сьогодні в Україні й країнах СНД віскозиметри такого класу не виготовляються. Можливими постачальниками зазначених віскозиметрів є провідні метрологічні інститути, наприклад, РТВ (Німеччина).

Іншим завданням у процесі створення державного первинного еталона є проектування й виготовлення вимірювальної системи, що включає термостат, відліковий пристрій і систему опрацювання інформації. Важливими технічними параметрами термостата є висота робочої зони (рівень занурення віскозиметрів) і градієнт температури у робочому об'ємні термостата. Технічні характеристики термостатів, представлених на ринку України, не здатні задовольнити вимоги технічного завдання на розроблення еталона. Вирішенням цього завдання є створення спеціального термостата з відповідними технічними характеристиками.

♦ *Створення державного первинного еталона густини рідин*

Сучасні високоточні засоби вимірювань густини рідин, широко застосовувані у нафтовидобувній і нафтопереробній галузях промисловості, у процесі виробництва слабо й безалкогольних напоїв, фарб, екологічного контролю об'єктів навколишнього середовища, вимагають, удосконалювання еталонної бази для їхнього метрологічного забезпечення. У ДП «Укрметртестстандарт» експлуатується вторинний еталон одиниці густини рідин ВЕТУ 05-18-01-05, еталонні засоби густини якого (еталонні поплавки) 1 раз на 4 роки проходять калібрування на Державному первинному еталоні одиниці густини Російської Федерації (ФДУП «ВНИИМ»).

Вирішення проблеми створення на основі вторинного еталона державного первинного еталона одиниці густини рідин можливе шляхом дооснащення еталонного комплексу спеціальними засобами густини з високими метрологічними характеристиками й удосконалення допоміжного устаткування. Засоби густини є сферами, виготовленими із ситалу. Метрологічна атестація засобів густини можлива як гравіметричним методом, так і на підставі вимірювань геометричних розмірів (прийнята світова практика). Зазначені сфери із ситалу з достатньо широкою номенклатурою номінальних значень густини виготовляються, зокрема, у РТВ (Німеччина).

♦ *Створення вихідного еталона України одиниці блиску*

У лакофарбовій промисловості результати вимірювань блиску пофарбованих поверхонь мають найважливіше значення, оскільки блиск є одним з основних показників якості готової продукції. Широкого застосування засоби вимірювання блиску знаходять також у поліграфічній промисловості, автомобілебудуванні, інших галузях.

Невідповідність системи метрологічного забезпечення засобів вимірювань блиску, встановленої у Радянському Союзі, вимогам міжнародних стандартів призвело до того, що сьогодні в Україні відсутня еталонна база в цій сфері вимірювань і проведення повірки (калібрування) засобів вимірювань блиску можливе лише з використанням засобів блиску, що пройшли калібрування у закордонних метрологічних інститутах.

ДП «Укрметртестстандарт» завершує роботи зі створення установки для вимірювання блиску матеріалів і покриттів, схема якої аналогічна діючій у NIST (США). Створення вихідного еталона України одиниці блиску й розроблення відповідної локальної повірочної схеми дозволить вирішити питання метрологічного забезпечення засобів вимірювань блиску всіх типів усередині країни без залучення еталонної бази закордонних метрологічних інститутів.

◇ *Створення вихідного еталона України одиниці питомого коефіцієнта сили світла світлоповерхтальних матеріалів*

Питанням забезпечення безпеки дорожнього руху приділяється велика увага в усьому світі. Необхідність контролю безпеки дорожнього руху в Україні закріплена на законодавчому рівні. Найважливішими елементами забезпечення безпеки дорожнього руху є дорожні знаки й дорожня розмітка, якість яких необхідно контролювати. Основним контрольованим показником є питомий коефіцієнт сили світла, що характеризує світлоповерхтальні властивості дорожніх знаків і дорожньої розмітки.

Наразі у ДП «Укрметртестстандарт» закінчуються роботи зі створення установки для вимірювання питомого коефіцієнта сили світла. Планується розроблення локальної повірочної схеми для засобів вимірювання питомого коефіцієнта сили світла на чолі із зазначеною установкою як вихідного еталона України. Роботи у цьому напрямку стримуються недосконалістю нормативно-правової бази, тобто законодавчо не вирішеним залишається питання фінансування метрологічної діяльності у сфері контролю безпеки дорожнього руху.

◇ *Модернізація й удосконалення державних первинних еталонів, що експлуатуються у ДП «Укрметртестстандарт»*

Поряд зі створенням еталонів плануються й ведуться масштабні роботи з модернізації існуючої еталонної бази. Вони спрямовані на підвищення точності еталонів шляхом заміни їх устаткування новим, побудованим на сучасній елементній базі, освоєння нових методів відтворення одиниць фізичних величин, підвищення стабільності еталонів, автоматизації передавання розмірів одиниць фізичних величин тощо.


У 2014 році мають розпочатися роботи з модернізації Державного первинного еталона одиниці електролітичної провідності рідин ДЕТУ 05-02-04. Основні елементи еталона (кондуктометричний і температурний мости) розроблені й виготовлені понад 15 років тому й базуються на застарілій елементній базі. Еталонні кондуктометричні чарунки в силу постійного контакту з агресивними хімічними реактивами поступово втрачають стабільність і повинні бути замінені новими. За час, що минув з моменту створення еталона, групою українських учених під науковим керівництвом академіка НАНУ Ф.Б. Гриневича розроблено теоретичне обґрунтування еталонів електролітичної провідності на принципово новій основі. Кондуктометричні чарунки, побудовані на основі теореми Лемпарда-Томпсона, мають у кілька разів більш високу точність за раху-

нок визначення їх константи лише за результатами вимірювань лінійного розміру (на відміну від вимірювань довжини й внутрішнього діаметра існуючих конструкцій чарунок). Модернізація еталона дозволить, у тому числі, вирішити завдання простежуваності до еталона солемірів морської води, які вкрай важливі в океанологічних дослідженнях (це завдання не вирішене у світовій практиці через недостатню точність еталонів провідності). За своїми метрологічними характеристиками модернізований еталон перевищуватиме аналогічні еталони провідних у цій сфері вимірювань країн.

У стадії завершення нині перебувають роботи з удосконалювання системи живлення еталонних електрохімічних чарунок Державного первинного еталона рН ДЕТУ 05-03-07 ультрарізким воднем, що передбачають заміну існуючих елементів запірно-регулювальної арматури газової схеми живлення сучасними, що забезпечить автоматичне підтримання високої довгочасної стабільності малих витрат водню на рівні $1 \text{ см}^3/\text{хв}$ і тим самим сприятиме зниженню випадкової складової похибки еталона. Протягом року має бути також виконана модернізація кулометра, що входить до складу еталона, що передбачає розширення діапазону вимірювань.

Реалізація першочергових завдань щодо розвитку еталонної бази національної метрологічної системи вимірювань складу, властивостей, кількості речовин і матеріалів, обліку енергоносіїв дозволить підвищити якість вимірювань, виконуваних на діючих еталонах, створити комплекс нових еталонів, необхідних для забезпечення простежуваності й необхідної точності результатів вимірювань, усунення бар'єрів у торгівлі й збільшення товарообміну між країнами.

ЛІТЕРАТУРА

1. ДСТУ 3214:2003. Метрологія. Державна повірочна схема для засобів вимірювання вмісту компонентів у газових середовищах.
2. ДСТУ 4448:2005. Метрологія. Державна повірочна схема для засобів вимірювання електролітичної провідності рідин.
3. ДСТУ 4869:2007. Метрологія. Державна повірочна схема для засобів вимірювання рН.
4. Проект ДСТУ. Метрологія. Державна повірочна схема для засобів вимірювання об'єму, маси, об'ємної та масової витрати гарячої води.
5. Проект ДСТУ. Метрологія. Державна повірочна схема для засобів вимірювання вологості газів.
6. Проект ДСТУ. Метрологія. Державна повірочна схема для засобів вимірювання показника заломлення рідких та твердих речовин і матеріалів.
7. Метрология физико-химических измерений. Под ред. Л.А. Конопелько, М.С. Рожнова. — Санкт-Петербург. — 2011. 

УДК 519.722:389.62.1

FEATURES OF ENTROPY ANALYSIS OF MEASUREMENT RESULTS IN NONLINEAR DYNAMICAL SYSTEMS

**Особливості ентропійного аналізу результатів вимірювань
у нелінійних динамічних системах**

Yu. Machehin, Doctor of Technical Science, Professor,
Chief of Physical Foundations of Radioelectronics
Department, Kharkov National University
of Radioelectronics,

Yu. Kurskoy, Candidate of Technical Science,
Assistant Professor of Labor Protection,
Standardization and Certification Department,
Ukrainian Engineering and Pedagogical Academy,
Kharkov

Ю. Мачехін, доктор технічних
наук, професор, завідувач кафедри
фізичних основ радіоелектроніки,
Харківський національний університет
радіоелектроніки,

Ю. Курської, кандидат технічних наук,
доцент кафедри охорони праці,
стандартизації та сертифікації, Українська
інженерно-педагогічна академія, м. Харків

This article is the first from the group of publications about new metrological tasks. The article contains the arguments for using entropy analysis during creation new specific approaches and models for measurements in real-world nonlinear dynamical systems. The presenters offer special measurement model and measurement results analysis model that based on the main principles and concepts of dynamical chaos theory and fractal representations of the real systems behavior. The example of entropy analysis of measurement results in nonlinear dynamical systems is represented. It is shown that using entropy analysis will allow to use the modified Concept of expression of uncertainty of measurements in real-world, open, dissipative, chaotic systems.

Представлена стаття є першою із серії публікацій, присвячених принципово новим метрологічним задачам. У ній обґрунтована необхідність використання ентропійного аналізу для створення спеціальних підходів і моделей аналізу результатів вимірювань у реальних нелінійних динамічних системах. Запропоновано моделі вимірювання і аналізування результатів вимірювань побудовані на основних принципах і поняттях теорії динамічного хаосу і фрактальних представленнях структури таких систем. Подано приклад ентропійного аналізу результатів вимірювання у нелінійних динамічних системах. Показано, що застосування ентропійного аналізу результатів вимірювань дозволить використати модифіковану Концепцію вираження невизначеності вимірювання в умовах відкритих і дисипативних, хаотичних систем.



Yu. Machehin



Yu. Kurskoy

Most of the real-world systems are open, dissipative and nonlinear dynamical systems (NDS). The states of such systems are characterized by a group of dynamical variables (DV) ($X^1(t), X^2(t), \dots, X^n(t)$) (generally for n -dimensional space).

The DVs values at any time t_i relate to the initial values $(X^1(t_0), X^2(t_0), \dots, X^n(t_0))$ by the evolution function of dynamical system F [1]:

$$F(X^1(t_0), X^2(t_0), \dots, X^n(t_0)) \rightarrow (X^1(t), X^2(t), \dots, X^n(t)).$$

In general case the DVs behavior during the time can be regular or chaotic according to the NDS properties and their initial conditions.

Analysis of the measured quantity values of DVs by the standpoints of the classical metrology approaches is possible only in case of regular or stationary behavior of system. If NDS behavior is classified like the "dynamical chaos", measurement, process and analyze of the measured quantity values are able only with using new methodological basis.

The classical models of measurement, process and analyze of the measured quantity values are based on two key physical positions:

- measured physical quantity can be represented by a single value, the values of physical quantities in transition or dynamical processes can be described by mathematical equations, that also ensures the uniqueness of the physical quantity value;
- physical quantities of systems are ergodicity values and, as a consequence, measured quantity values are ergodicity values too and their allocation is random [2].

However, DVs of NDS can't be characterized by a single value and DVs behavior can't be described by deterministic equation. The examples of successful description of real systems behavior by equations (a recovery of evolution function for dynamical system F) are very rare events. The specific metrological approaches, measurement models and methods for

evaluation of measurement uncertainty must be developed for measurements in the NDSs. For solving this problem the measurement model [3] and the measurement results analysis model [4] for NDSs are created. These models base on the principles and methods of fractal analysis and dynamical chaos theory. Entropy analysis of the measurement results for NDS is made.

THE MEASUREMENT MODEL

The model for measurement of DVs in NDS [3] contains: the scheme of measurement experiment; the method for assessment of necessary and sufficient volume of information; the method for identification of the system behavior and for choosing the mathematical tools for measurement results processing; the method of measured quantity values evaluation.

The measurement model is destined for obtaining information about one of DVs set — X . If behavior of measurement system is chaotic, that system's phase portrait is a strange attractor with clear boundaries. The strange attractor projection on the axis of X values is equal to the interval $[X_{\min}, X_{\max}]$ that contains all possible true quantity values of DV. The purpose of measurement is to evaluate this interval. The main difference between DV of NDS and random variable is that one DV is characterized by interval of all possible true quantity values $[X_{\min}, X_{\max}]$.

According to the postulate that it is impossible to get the true quantity value of X during the measurement, the interval of true quantity values $[X_{\min}, X_{\max}]$ must be determined only with measurement uncertainty too. Therefore, applying the measurement model

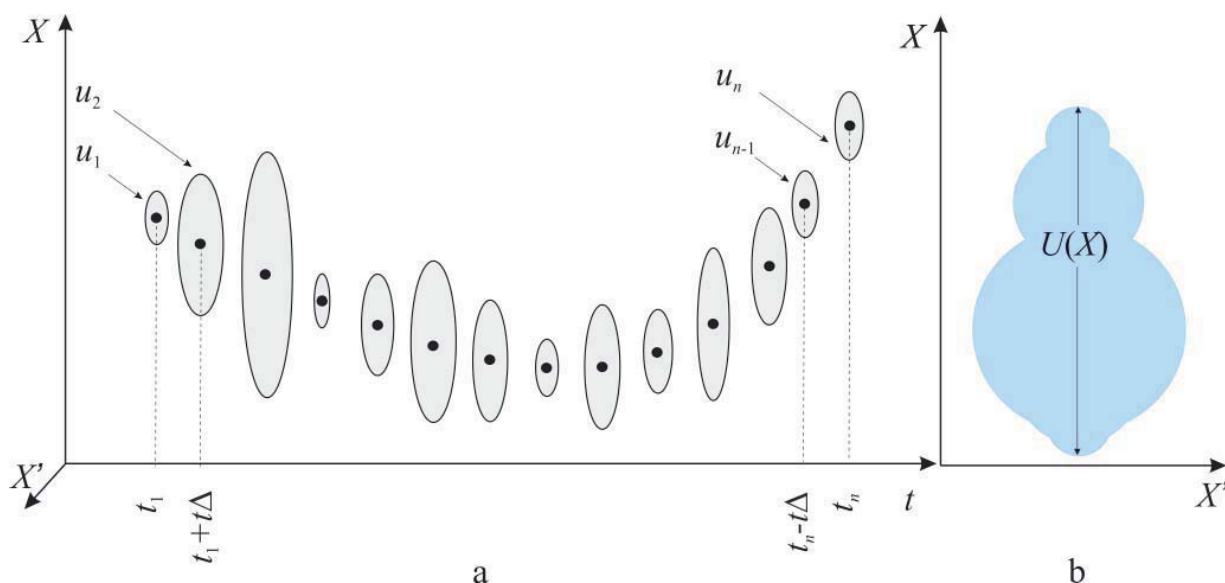


Figure 1. Measurement results: a — the measured quantity values of DV X at different time moments t_i , where Δt — an interval between measurements; b — the measurement results of all possible states X .

gives an interval $U(X) > [X_{\min}, X_{\max}]$ that contains all measured quantity values x_i of X_i (here X_i is a state of X) and their measurement uncertainties u_i . The interval $U(X)$ is equivalent to measurement uncertainty of all possible DV states. For calculation of $U(X)$ the group of m identical measuring instruments forms m time series of measured quantity values:

$$x_i^1(t_1), \dots, x_i^1(t_n); x_i^2(t_1), \dots, x_i^2(t_n); \dots; x_i^m(t_1), \dots, x_i^m(t_n), \quad (1)$$

where $x_i^1(t_1)$, $x_i^2(t_1)$, $x_i^m(t_1)$ — the measured quantity values of state X_i in the time moment t_1 that are got by measuring instrument №1, №2, № m respectively; n — number of X states.

Evaluation of measurement results y_i is based on knowledge about sources of uncertainties and the type A measurement uncertainty values. It can be described by next way [7]:

$$(y_1 - u_1, y_1 + u_1); (y_2 - u_2, y_2 + u_2); \dots; (y_n - u_n, y_n + u_n). \quad (2)$$

The measured quantity values (1) in the phase space are displayed like areas u_i (Figure 1, a), and the measurement results of all possible states of X look like the projection of all u_i on the phase plane $U(X)$ (Figure 1, b).

For calculation of $U(X)$ the minimum $(y_{\min} - u_{\min}, y_{\min} + u_{\min})$ and the maximum $(y_{\max} - u_{\max}, y_{\max} + u_{\max})$ values of the measurement results (2) are chosen. In this case all possible values of DV X are located in the interval:

$$U(X) = (y_{\min} - u_{\min}, y_{\max} + u_{\max}). \quad (3)$$

For classification of DV behavior the measurement model uses the method of fractal analysis of time series (2) [6]. For this the fractal dimension D of time series (2) is defined by Hurst method. If $D=1.5$ the DV behavior is random. In a case when $1 < D < 1.5$ or $1.5 < D < 2$ the DV behavior is chaotic. The fractal analysis of time series lets select the correct mathematical tools for measurement results processing. A fractal dimension D is used also for determination the necessary and sufficient number of measurement experiments:

$$n_{\min} \geq 10^{2+0.4D}.$$

Using the measurement models for NDSs [3] allows researching any random process with one metrological base, extending the Guide to the expression of uncertainty in measurement [7] for such complex systems like open, dissipative and chaotic NDSs.

THE MEASUREMENT RESULTS ANALYSIS MODEL

In the metrological theory a measurement equation is used like a tool for analysis of measurement results. A necessary condition for creation of measurement equation is stability of system. Stability is ability of system to save settings or dynamic under small per-

turbations and it is required condition for the analysis and prediction of the DV behavior. It's well known that there are some definitions for stability. Creating the measurement equation asks for the Lyapunov stability when the two random trajectories of the system phase portrait are close to each other at any time. The trajectories of chaotic NDSs diverge exponentially, so chaotic NDSs are not stable by Lyapunov. For these systems the measurement equation can't be created and it is necessary to develop new alternative analysis tools.

In dynamical systems theory, along with the Lyapunov stability, the Lagrange stability is considered. The Lagrange stability asks for a location of all measured DV X values within a certain phase space area. In the case of dissipative chaotic NDS such area is a strange or chaotic attractor. If the system phase portrait is a strange attractor, the NDS is stable by Lagrange. In this case, all possible values X_i of X locate in the interval $U(X)$ (3).

Thus, if the NDS is not stable by Lyapunov that its description by the measurement equation is an impossible task, but if the NDS is stable by Lagrange that its dynamic can be analyzed and predicted with using $U(X)$ (3) — the measurement results of all possible states X_i of DV X .

The measurement results analysis model [4], instead of researching the measurement equation, proposes to research the key NDS parameters. The model provides making a number of successive operations: determination of the attractor embedding dimension, the phase portrait restoration, the definition of local (the Lyapunov exponents, the time of prediction) and general (the Kolmogorov-Sinay entropy) parameters of NDS.

The most important part of the model is a restoration of a phase portrait. The restoration method was proposed by F. Takens [8] and consists in the construction of the state vectors of a system using the time series of measured quantity values (1):

$$\vec{x}(t_i) = (x_1(t_i), x_2(t_i - \tau), \dots, x_M(t_i - (M-1)\tau)), \quad (4)$$

where τ — the time-step delay of state vector components; M — the embedding dimension of phase portrait.

The Takens method is the established and widely used tool for restoration of a phase portrait. But from the metrological point of view it has the drawbacks. The method uses measured quantity values (1) like initial dates and doesn't use the measurement uncertainty. Since the true value of DV X_i locates in the interval $y_i - u_i \leq X_i \leq y_i + u_i$ (2) the analysis model proposes instead of one state vector $\vec{x}(t_i)$ (4) to use two

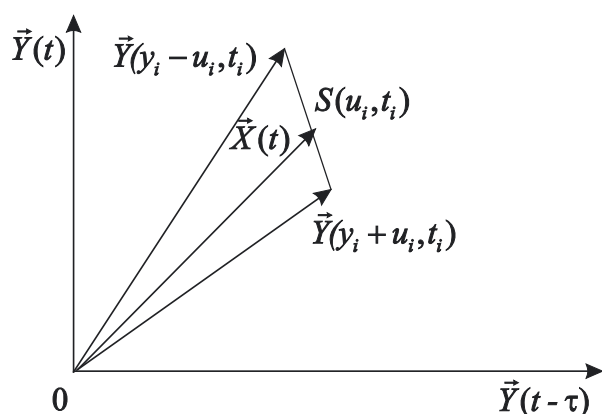


Figure 2. The restored vector field in point of time t_i for $M = 2$.

vectors (Figure 2):

$$\begin{aligned} \vec{Y}(y_i - u_i, t_i) &= \left[Y_1(y_i - u_i, t_i), Y_2(y_{i-1} - u_{i-1}, t_i - \Delta t), \dots \right. \\ &\quad \left. \dots, Y_M(y_{i-M+1} - u_{i-M+1}, t_i - (M-1)\Delta t) \right], \\ \vec{Y}(y_i + u_i, t_i) &= \left[Y_1(y_i + u_i, t_i), Y_2(y_{i-1} + u_{i-1}, t_i - \Delta t), \dots \right. \\ &\quad \left. \dots, Y_M(y_{i-M+1} + u_{i-M+1}, t_i - (M-1)\Delta t) \right], \end{aligned} \quad (5)$$

where $i = M + 1, \dots, n$.

The distance between the vectors (5) characterizes the uncertainty of the restored state vector $\vec{Y}(t_i)$ in point of time t_i :

$$S(u_i, t_i) = \left| 2\sqrt{u_i^2 + u_{i-1}^2 + \dots + u_{i-M+1}^2} \right|. \quad (6)$$

The vector field limited by state vectors (5) forms the phase portrait that contains the uncertainty of the restored state vector $\vec{Y}(t_i)$ (6) (Figure 2).

The restored NDS's phase portrait is the object for analysis of the measurement results and for prediction of future behavior of NDS. Using restored phase portrait the formulas for determination of NDS local and general parameters, that contain the measurement uncertainties of DV, are represented in the analysis model.

THE ENTROPY ANALYSIS

Also in metrology for evaluation of measurement results the probabilistic information theory is applied. This theory uses its key elements — the amount of information I and the Shannon entropy H like the quantities characterizing the measurement uncertainty. In the terms of the information theory the sense of measurement is a reduction of the interval of knowledge uncertainty about measured value (Figure 3). The amount of information obtained from measurements is given by next formula:

$$I = H_{\text{before}} - H_{\text{after}}, \quad (7)$$

where: H_{before} — the Shannon entropy of DV X before measurement; H_{after} — the Shannon entropy of DV X after measurement.

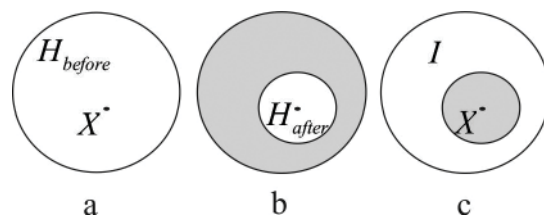


Figure 3. The visualization of information sense of measurement: a — the uncertainty area before measurement; b — the uncertainty area after measurement (white area); c — the area without uncertainty that is equal to the amount of received information (white area).

According to information theory, when the number of measurement experiments increases the value of Shannon entropy decreases $H_{\text{after}} \rightarrow H_{\text{min}} \rightarrow 0$, it's got the maximum amount of information about the measured DV X and the uncertainty area (Figure 3, b) tends to the point (Figure 3, c) matching the true value of the measured DV X .

In case of the measurement of DV in NDS the situation is different. The multiple measurements of DV also lead to a decrease of the Shannon entropy value $H_{\text{after}} < H_{\text{before}}$. A long-term measurements and consideration of all the factors, that influence on the measurement result, reduce the entropy values to certain minimum value $H_{\text{after}} \rightarrow H_{\text{min}}$. However, the minimum value of the Shannon entropy doesn't tend to zero $H_{\text{min}} \neq 0$. The amount of information received during measurement in NDS is limited to some uncertainty area (Figure 3, b). Increasing the number of measurement experiments and an observation time system also doesn't let to reduce this area. The reason of such situation is next. The measurement uncertainty in the case of NDS depends on the factors that are the causes of the type A and type B uncertainties that can be considered or excluded, but also on a complicated behavior of DV.

The measurement model, the measurement results analysis model and the entropy analysis will allow to create and to use the modified Concept of expression of uncertainty in measurement in case of real-world, open, dissipative, chaotic systems of different origins.

THE PRACTICAL APPLICATION

Successful metrological provision of scientific and industrial problems is the important key for their solutions. On the other hand, the quality of a measurement model and a measurement results analysis model are depended on a research profoundness of observed processes and systems.

The results of research of real physical, biological, social and even financial systems often allow us to classify them like open dissipative NDSs. Physicists, chemists and biologists more often use the synergistic approaches, methods of dynamical chaos theory and fractal analysis for study of various dynamical systems. However, using the modern methods for study of real NDSs researchers have not had the adequate metrological approaches and measurement models for such difficult systems.

The examples of real chaotic physical NDSs are the electrical circuits, lasers and acoustic beams in the far field. In 1983 Professor of California University L. Chua first ever demonstrated the regime of chaotic oscillations in an electrical circuit that consisted of two capacitors, a coil, linear and non-linear resistors of negative resistance. The experiment confirmed the assumption that even the simplest electrical circuits may have a chaotic behaviour.

In 2005 the group of scientists at the Max Planck Institute of Quantum Optics, investigating the chaotic behaviour of the quantum world, have been able to give the first ever demonstration of quantum chaos during atom ionisation. The experiment based on a display of classical photoeffect was fulfilled. During the experiment a laser beam forced rubidium to emit the electrons in a strong magnetic field. As a result, the electrons, whose behavior should be random, had a chaotic behaviour. The experiment proved that there is a link between chaos and fluctuations of photostream.


The scientists deal with dissipative and chaotic NDSs during a solving of various hydroacoustic problems too. In 1990s in the ocean acoustics the phe-

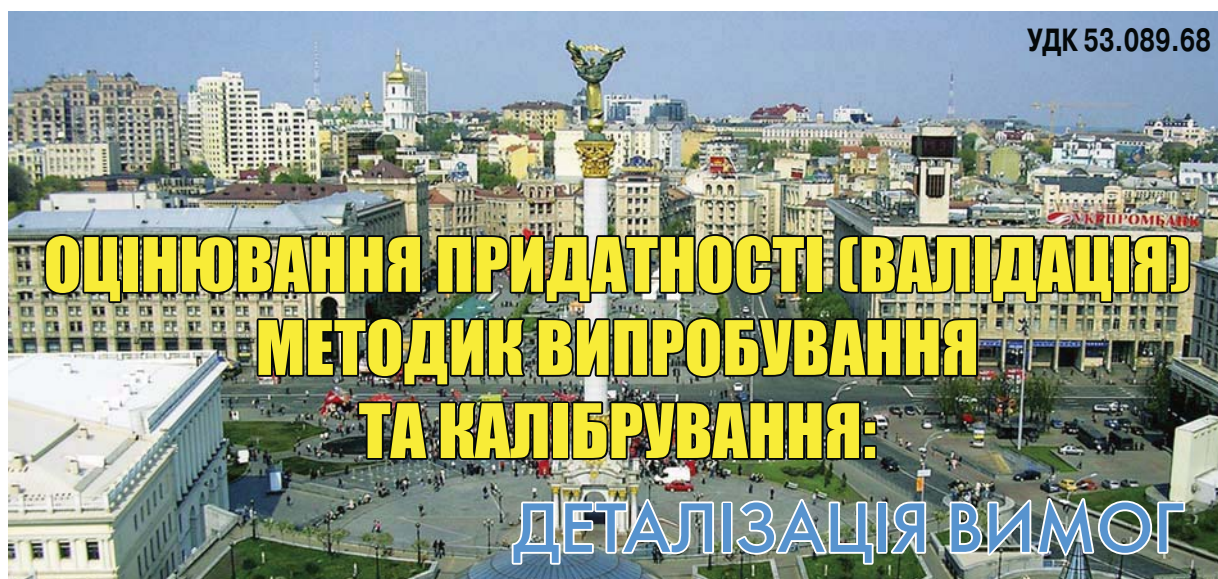
nomenon of ray chaos in inhomogeneous waveguides was described. It has been shown that at large distances (the thousands kilometers) the acoustic beams start to behave chaotically. This chaotic behavior must be taken into account in metrological assurance of hydroacoustic measurements.

A living organism can be represented like an open and self-organizing dissipative NDS. In the general case, the biophysical condition of human can be represented like an attractor. The different external random or periodic disturbances influence on this attractor. If we accept the model that health characterizes an organism's stability then for quantitative evaluation of health it is necessary to measure the recovery time of the steady state. Experimental medicine during a long time has used for evaluation of health the recovery time after physical exercises. The blood tension, heart rate, brain activity indicators and other characteristics of body, changing in time, can be considered like DVs of such DNSs. In this case any DV must be characterized by the interval of all possible values $U(X)$ (3) and the recovery time of the steady state.

Until recently some of the described DNSs and their DVs have been considered like "immeasurable" variables from the point of view of classical metrology. The development of the measurement model and measurement results analysis model and use of entropy analysis will allow metrological science to solve these and similar difficult measurement tasks that exist today and will appear in the future. The use of these models will allow examine any random processes standing on single position.

REFERENCES

1. Schuster H. Deterministic chaos (Physik-Verlag Weinheim). — 1984.
2. Machehin Yu. Physical models for analysis of measurement results Measurement Techniques 48. — 2005. — P. 555—561.
3. Machehin Yu. P. and Kurskoy Yu. S. Measurement model for nonlinear dynamic systems parameters Systems of information processing 99. — 2012. — P. 169—175.
4. Machehin Yu. P. and Kurskoy Yu. S. Measurements analysis in nonlinear dynamical systems Systems of information processing 105. — 2012. — P. 117—122.
5. Machehin Yu. P. and Kurskoy Yu. S. Entropy analysis of dynamic variables Systems of information processing 106. — 2013. — P. 100—104.
6. Crownover R. Introduction to Fractals and Chaos (Jones & Bartlett Publishers). — 1995.
7. BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP and OIML 1995 Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, 2nd edn.
8. Takens F. Detecting strange attractor in turbulence Lecture Notes in Mathematics. — 1981. — Vol. 898 (Berlin: Springer). 



А. Коцюба, кандидат фізико-математичних наук, завідувач кафедри,
Інститут підвищення кваліфікації фахівців у галузі технічного регулювання та споживчої політики
Одеської державної академії технічного регулювання та якості (ІПК ОДАТРЯ), м. Київ,
В. Згуря, кандидат технічних наук, провідний інженер,
ДП «Укрметртестстандарт», м. Київ

*Робота присвячена деталізації
вимог до методик випробування
та калібрування під час їх валідації.*

*The work is devoted to detail of
the requirements for testing and calibration
methods during their validation.*

Процедуру оцінювання придатності методик випробування у цілому розглянуто і проаналізовано у роботах [1, 2]. Як зазначалося, процедура валідації включає такі етапи:

1. Деталізацію вимог. 2. Визначення характеристик методики. 3. Зіставлення характеристик методики з вимогами. 4. Заяву про придатність.

Отже, першим її етапом є деталізація вимог — установлення та уточнення вимог до методики. Останні мають включати вимоги як до структури та змісту методики, так і до її характеристик. Якщо вимоги до структури та змісту методик сформульовано у нормативних документах (НД) [3—6], то НД з вимогами до характеристик методик найчастіше є відсутні. Разом з тим [2], немає сенсу приступати до валідації методики, якщо невідомі вимоги до характеристик документа — здійснити її в цьому разі не можна буде в принципі, оскільки придатність означає відповідність вимогам щодо цільового використання. Відповідно умовою проведення валідації, передусім, є знання цих вимог. Досвід співпраці авторів роботи з лабораторіями з питань валідації методик свідчить, що перший етап процедури валідації для лабораторій часто є найпроблемнішим і призводить просто до його ігнорування, тим самим значною мірою знецінюючи подальшу роботу з оцінювання придатності. Тому метою цієї роботи є аналізування першого етапу оцінювання придатності методик та розроблення загальних рекомендацій із встановлення вимог до характеристик методики.

ВИМОГИ ДО МЕТОДИК ТА ЇХ ХАРАКТЕРИСТИК

Основні джерела інформації для деталізації вимог до методики:

- вимоги законодавчих та НД;



А. Коцюба



В. Згуря

© Коцюба А., Згуря В., 2013

- вимоги замовників, інша інформація, отримана від них;
- технічні умови (ТУ) на продукцію.

Відповідно до п. 4.4.1. ДСТУ ISO/IEC 17025 [3] лабораторія повинна проводити аналізування запитів, заявок на підряд та договорів. Воно, серед іншого, має забезпечити адекватне визначення вимог до вимірювання, щоб обрана методика була здатною задовольнити вимоги замовника. Саме вимоги замовника визначатимуть вимірювання, яке необхідно здійснити, методику, що застосовуватиметься, та ретельність, з якою цю роботу слід виконувати. Отже, лабораторія, підтримуючи зв'язок зі своїми замовниками, повинна забезпечити отримання достатнього обсягу інформації для встановлення чітких та всесторонніх вимог до вимірювання. Деталізація вимог має охоплювати поряд з відповідними технічними і комерційні питання, зокрема, вартість роботи. Має бути визначено прийнятний рівень робочих характеристик методики, таких як систематична похибка, невизначеність вимірювання, його діапазон тощо.

Окрім вимог замовників (особливо, якщо вони не сформульовані) та вимог законодавчих і НД, під час деталізації вимог лабораторія має урахувати існуючий досвід застосування методики і потреби сумісності з іншими подібними методиками, що вже використовуються у лабораторії, інших лабораторіях, а також рівень вимог, що діють на ринку відповідних послуг.

Установлені вимоги до методики та її характеристик необхідно задокументувати.

Однією із найважливіших характеристик, яка оцінюється під час валідації методик, а отже до якої мають бути встановлені вимоги на першому етапі процедури валідації, є точність вимірювання. Як відомо [7], точність можна охарактеризувати через похибку або невизначеність вимірювання. Ураховуючи перспективу, автори роботи рекомендують оцінювати невизначеність вимірювання. Отже, необхідно встановити вимоги стосовно невизначеності вимірювання, яку повинна забезпечувати методика, що валідується. Відносно просто це завдання вирішується, якщо вимоги щодо точності викладено у НД. Наприклад, якщо методику призначено для визначення показників води, розширена невизначеність, виходячи з методу зіставлення [8], не повинна перевищувати норм похибки, зазначених у [9].

Однак, часто НД, які містять вимоги щодо точності вимірювання, є відсутніми. Замовники ж лабораторії переважно не висувують вимог щодо точності безпосередньо і, як правило, не готові обговорюва-

ти це питання взагалі. Отже, лабораторії, спираючись на наявну інформацію, необхідно самостійно встановити вимоги щодо точності. Є різні варіанти вирішення цього завдання. Один з них полягає у мінімізації суми втрат від неточності вимірювання та витрат на вимірювання, що математично можна виразити у виді:

$$B_T(U) + B_u(U) \Rightarrow \min,$$

де $B_T(U)$ — втрати від неточності вимірювання як функція невизначеності;

$B_u(U)$ — витрати на вимірювання як функція невизначеності;

U — невизначеність.

Витрати на реалізацію методики повинні ураховувати:

- витрати на валідацію методики;
- вартість закупівлі обладнання, реактивів, витратних матеріалів;
- метрологічне обслуговування ЗВТ, що застосовуватимуться під час реалізації методики;
- оплату праці персоналу тощо.

Втрати від неточності вимірювання мають включати можливі втрати виробника (постачальника) продукції, якщо внаслідок неточності вимірювання придатні вироби будуть визнані непридатними, та втрати споживачів, якщо непридатні вироби будуть визнані придатними.

У першому наближенні приймається, як правило, що втрати є прямо пропорційними квадрату невизначеності вимірювання, а витрати — обернено пропорційними невизначеності. Приклад подібного розрахунку, правда для похибки, наведено у [10].

На жаль, точна залежність величини втрат від неточності і витрат на вимірювання як функції невизначеності у більшості випадків невідома. У такому разі границі допустимої невизначеності вимірювання можна прийняти на рівні 0,2—0,3 границі симетричного двостороннього допуску (половини ширини поля допуску для несиметричних двосторонніх допусків, різниці між математичним сподіванням параметра та границею допуску в разі одностороннього допуску) на вимірюваний параметр. Причому це значення повинно бути меншим, що більшими можуть бути втрати від неточності вимірювання. Для вимірювання параметрів, які не належать до найважливіших, його можна збільшити до 0,5.

На основі встановлених вимог до невизначеності вимірювання, за необхідності, можна, керуючись правилом «Правильність + Збіжність = Точність» [11], встановити вимоги до правильності та збіжності результатів вимірювання, що отримуються за цією методикою.

Усе зазначене вище стосувалося як методик випробування, так і значною мірою методик калібрування. Разом з тим, визначення вимог щодо точності до методик калібрування порівняно з методиками випробування має певні особливості. Для калібрування в ряді випадків вимоги щодо точності вимірювання під час калібрування засобів вимірювальної техніки (ЗВТ) встановлені безпосередньо у НД, які регламентують технічні вимоги до цих ЗВТ та методи їх випробування. Так, наприклад, якщо калібрується міра маси (гиря), її дійсна маса під час калібрування повинна визначатися з розширеною невизначеністю, яка згідно з вимогами [12] не повинна перевищувати третини від допустимого відхилення маси гирі від номінального значення.


Якщо вимоги щодо точності вимірювання під час калібрування не визначаються у НД, що містять технічні вимоги до ЗВТ та методи їх випробування, вра-

ховуючи необхідність забезпечення простежуваності вимірювання під час калібрування, ці вимоги мають бути встановлені на основі вимог повірочних схем (ієрархічних схем засобів вимірювань за термінологією Міжнародної організації законодавчої метрології) на певні ЗВТ, що регламентовані у відповідних національних стандартах. Наприклад, для контактних термометрів таким стандартом є [13].

ВИСНОВКИ

Деталізація вимог — важливий етап процедури оцінювання придатності методик. Відповідність методики обґрунтованим вимогам є необхідною умовою отримання технічно обґрунтованих результатів випробування чи калібрування. Необхідно також зазначити, що розуміння вимог до методики, окрім цілей валідації, сприятиме її правильному використанню, а отже, і забезпеченню достовірності результатів.

ЛІТЕРАТУРА

1. Коцюба А. М. До питання оцінювання придатності (валідації) методик. — Вісник акредитації. — 2006. — № 2. — С. 16—18.
2. Коцюба А. Оцінювання придатності методик: мета, завдання, процедура // Метрологія та прилади. — 2008. — № 3. — С. 45—48.
3. ДСТУ ISO/IEC 17025-2006. Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій.
4. ГОСТ 8.010-99. ГСИ. Методики выполнения измерений. Основные положения.
5. МИ 2377-98. ГСИ. Разработка и аттестация методик выполнения измерений.
6. ДСТУ 4134 — 2003. Метрологія. Канали вимірювальних вимірювальних інформаційних систем та автоматизованих систем керування технологічними процесами. Вимоги до структури та змісту методик виконання вимірювань.
7. Закон України «Про метрологію та метрологічну діяльність» (Відомості Верховної Ради України (ВВР), 1998, № 30—31, ст.194 зі змінами, внесеними згідно із Законом №762-IV (762-15) від 15.05.2003, ВВР, 2003, №30, ст.247, у редакції Закону № 1765-IV (1765-15) від 15.06.2004, ВВР, 2004, № 37, ст.449, із змінами, внесеними згідно із Законами № 2289-VI (2289-17) від 01.06.2010, ВВР, 2010, № 33, ст.471, № 4731-VI (4731-17) від 17.05.2012, ВВР, 2013, № 15, ст. 98.
8. ДСТУ-Н РМГ 43-2006. Метрологія. «Застосування «Руководства по выражению неопределенности в измерениях».
9. ДСТУ ГОСТ 27384-2005. Вода. Норми похибки вимірювань показників складу і властивостей.
10. МИ 2179-91. ГСИ. Обеспечение эффективности измерений при управлении технологическими процессами. Оптимизация точности измерений по экономическому критерию.
11. Настанова з оцінювання невизначеності вимірювання результатів кількісних випробувань: Технічний звіт EUROLAB № 1/2006 / Пер. з англ. — Київ, Євролаб-Україна, 2008. — 51 с.
12. ДСТУ OIML R 111-1:2008. Гирі класів точності E1, E2, F1, F2, M1, M1-2, M2, M2-3 і M3. Частина 1. Загальні технічні вимоги та методи випробування (OIML R 111-1:2004, IDT).
13. ДСТУ 3742-98. Метрологія. Державна повірочна схема для засобів вимірювань температури. Контактні засоби вимірювань температури. 

УДК 681.2.089:629.5.045.652

ГРАДУИРОВКА (ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВМЕСТИМОСТИ) ТОПЛИВНЫХ ТАНКОВ СУДОВ

С УЧЁТОМ ОСОБЕННОСТЕЙ ИХ КОНСТРУКЦИИ И ИЗМЕНЕНИЕМ ПОСАДКИ СУДНА

К. Лясковец, генеральный директор,

В. Онищенко, начальник отдела поверки и метрологической аттестации средств измерительной техники механических величин, ГП «Херсонстандартметрология»

Рассмотрены вопросы выполнения градуировки топливных танков судов с учетом особенностей их конструкции и эксплуатации. Разработаны методы расчета поправок к градуировочным таблицам танков, учитывающих влияние дифферента и крена судна в процессе эксплуатации, проанализирована погрешность измерения объема нефтепродуктов с помощью судовых танков.

The issues to graduation fulfilment of vessels fuel tanks, taking into account their design and operation were considered. The methods for calculation of corrections to calibration tables that take into account the influence of trim tanks and roll of the vessel during the operation were elaborated. The error of measurement of petroleum products using the ship's tanks was analyzed.

В течение 2000—2010 годов специалистами метрологических подразделений ДП «Херсонстандартметрология» выполнена градуировка топливных танков ряда судов проектов 1565А (Волго-Дон), 2-95А/Р (Волго-Балт), 1557 (Сормово), 1743.1 (Орель), ОС и буксиров проекта НЗ291 (тип ОТ-2400).

В процессе проведения этих работ выявлены значительные отличия как конструкции судовых резервуаров, так и методов проведения их градуировки (включая необходимость расчета поправок на крен и дифферент судна в процессе эксплуатации и дополнительного расчета погрешности градуировки судового резервуара) в зависимости от конструкции, и методов градуировки стационарных наземных и подземных резервуаров. При проведении градуировки стационарных резервуаров специалисты должны руководствоваться действующими в Украине стандартами — ДСТУ 4218:2003 [1], ДСТУ 4147-2003 [2]. В связи с отсутствием в Украине на данный момент действующего стандарта на проведение градуировки судовых резервуаров, возникает необходимость объяснить некоторые особенности процесса.

ПРОЦЕСС ВЫПОЛНЕНИЯ ГРАДУИРОВКИ ТОПЛИВНЫХ ТАНКОВ СУДОВ

Градуировку топливных танков судов можно выполнять двумя методами — *объемным и геометрическим.*



К. Лясковец



В. Онищенко

При выполнении градуировки *объемным* методом танк заполняется определенными дозами градуировочной жидкости и фиксируется высота уровня жидкости в танке, после чего производится расчет градуировочной таблицы танка.

При выполнении градуировки *геометрическим* методом измеряются геометрические параметры танка внутри либо снаружи, после чего производится расчет градуировочной таблицы танка.

Выбор метода градуировки зависит от нескольких факторов:

- конструкции и геометрической формы судового танка;
- технической возможности выполнить измерения;
- трудоемкости выполнения необходимых измерений;
- необходимой точности градуировочной таблицы судового танка (объемный метод — $\pm(0,2 \div 0,25)\%$; геометрический — $\pm(0,5 \div 1,0)\%$), погрешность метода определяется как сумма погрешностей используемых эталонных средств измерительной техники и выполненных измерений.

Как правило, конструкция судовых танков основного запаса топлива такова, что даже для танков правильной геометрической формы невозможно выполнить градуировку геометрическим методом из-за технической невозможности (ограничения доступа) выполнить все необходимые измерения и обилия внутренних деталей сложной формы. В связи с этим градуировку топливных танков, как правило, выполняют объемным методом. В случае, если существует возможность выполнить геометрические измерения танка (как правило, изнутри) и величина погрешности находится в допустимых пределах, геометрический метод имеет преимущество, поскольку не зависит от места проведения градуировки.

Градуировка судовых топливных танков объемным методом может осуществляться как на стапеле (при проведении достроечных или ремонтных работ), так и при нахождении судна на воде или в плавдоке. Если в первом случае положение судна в процессе градуировки существенно не изменяется, то во втором (как правило, танки основного запаса топлива расположены в районе машинного отделения) при приеме в судовой топливный танк определенного количества градуировочной жидкости (от 5 до 10 м³) возникает дифферент/крен судна. Это отрицательно сказывается на достоверности измерений — происходит изменение уровня жидкости в танке при его наклоне при одинаковом количестве доз и возникает необходимость постоянного

контроля положения судна и выравнивания его положения в ноль, то есть на «ровный киль». В итоге выбор места проведения градуировки топливных танков судов, находящихся в эксплуатации, обоснован экономическими затратами и техническими возможностями собственника. С точки зрения метрологии (уменьшения составляющих погрешности измерений в процессе градуировки) лучшим вариантом является проведение первичной градуировки судовых топливных танков на этапе достройки судна либо при проведении ремонта судна на суше.

Судовые топливные танки, как правило, располагаются в местах, включающих корпусные конструкции, и оснащены внутренними горизонтальными и вертикальными переборками с прорезями (флорами, шпигатами) для затруднения перемещения и успокоения жидкого груза (топлива) в процессе качки судна. Такая конструкция резервуара существенно влияет на время установления достоверного уровня градуировочной жидкости (до 2—3 мин) в отличие от стационарных резервуаров.

Замер уровня жидкости в танке, как при проведении градуировки, так и в процессе эксплуатации, должен осуществляться в одном и том же специально оборудованном месте. На практике судовые танки могут быть оборудованы замерной направляющей. Встречаются конструкции без направляющей. Часто конструкция и расположение танков на судне таковы, что использование современных уровнемеров не представляется возможным. Наиболее подходящим средством измерительной техники (СИТ) для измерения уровня жидкости в танке, как при проведении градуировки, так и в процессе эксплуатации, является рулетка с лотом (аттестованная в качестве эталонного СИТ 3 разряда для проведения градуировки либо рулетка 3 класса для проведения замеров в процессе эксплуатации танка). Однако необходимо учитывать диаметр направляющей трубы, во избежание «эффекта поршня» и вероятности недостоверного измерения уровня градуировочной жидкости; оптимальным вариантом является соотношение $0,5 F_{\text{л}}$ (площади сечения лота измерительной рулетки) к $F_{\text{зт}}$ (площади сечения замерной трубы танка). Прием топлива, а также слив доз градуировочной жидкости в танки основного запаса на судах осуществляется через приемные патрубки на палубе судна и далее через трубопровод. Трубопроводы бывают достаточно сложной конструкции. Это влияет на время слива дозы градуировочной жидкости и на объем дозы, которая может уменьшаться из-за потерь в криволинейных участках трубопровода, судовой арматуре и фильтрах.

Для проведения градуировки танков судна необходимо провести следующие подготовительные работы:

- зачистку и пропарку судового танка, обусловленные необходимостью удаления остатков нефтепродукта;
- гидроиспытания (опрессовку) судового танка с составлением соответствующего акта для подтверждения его герметичности. Это обусловлено конструктивной особенностью судовых танков с обилием арматуры, наличием труднодоступных для внешнего осмотра участков, граничащих с элементами корпуса судна;
- зачистку систем приемки / выдачи топлива с составлением соответствующего акта, обусловленную необходимостью удаления остатков топлива в трубопроводах и судовой арматуре;
- внешний и внутренний осмотры / освидетельствования судового танка, обусловленные необходимостью изучения особенностей внутренней конструкции судового танка, подтверждения герметичности и прочего.

Градуировка топливных танков судна объемным методом осуществляется при нахождении судна на «ровном киле», независимо от места градуировки. Градуировка осуществляется с использованием СИТ — мерников эталонных 2 разряда вместимостью (5 — 500) дм³, измерительных рулеток, термометров. Все СИТ должны пройти поверку либо государственную метрологическую аттестацию. Градуировка танка выполняется согласно требованиям действующего стандарта — ДСТУ 4218:2003 [3].

После проведения градуировки судового танка, расчёта и составления градуировочной таблицы в положении судна на «ровном киле», для достоверного измерения уровня и последующего определения объёма топлива в процессе эксплуатации судна, необходимо выполнить расчёт поправок, учитывающих изменение уровня жидкости в судовом танке при дифференте/крене судна. Основными составляющими погрешности, возникающей при определении фактического объёма топлива в судовом танке, в процессе эксплуатации судна являются:

- ▲ изменение уровня жидкости в месте замера при неизменном объёме в танке, возникающее в результате дифферента/крена судна;
- ▲ изменение уровня жидкости в месте замера при неизменном объёме в танке, возникающее в результате отклонения оси замера при крене/дифференте судна. Эта погрешность имеет место, если в конструкции танка не предусмотрена замерная направляющая;

▲ изменение места замера, связанное с «эффектом дрейфа» средства измерения уровня жидкости. Эта погрешность возникает в случае высокой вязкости измеряемой среды (мазута, масла).

Рассмотрим возможность устранения основных составляющих *систематической* погрешности определения объёма топлива в танке.

Первая из них может быть уменьшена введением поправки, рассчитываемой на основании теоремы Эйлера о малых равнообъёмных наклонениях. Для прямостенных танков и цистерн эта поправка будет иметь точное значение, а в иных случаях — содержать погрешность, малую относительно объёма перетекающей при наклонении жидкости, который сам относительно мал. Приемлемая для практики точность будет обеспечиваться вплоть до углов наклонения порядка 15 градусов.

Относительная погрешность второго рода будет иметь величину порядка $(1 - \sin \alpha)$, где α — угол наклонения. Следовательно, при малых α она близка к нулю и практически устраняется при наличии направляющих в замерном устройстве.

Последнюю составляющую погрешности следует минимизировать конструктивными мерами (направляющими, жёстким футштоком и другими).

Рассмотрим положение судна и жидкости в судовом танке на «ровном киле», в котором была выполнена градуировка танка (рис. 1). Как видно из рис. 1, при нахождении судна на «ровном киле» фактический уровень топлива h_{ϕ} в месте замера уровня в танке равен уровню h_T , полученному в результате градуировки судового танка. В случае, когда судно имеет дифферент (рис. 2), ситуация меняется следующим образом. Топливо в танке, который вместе с судном поворачивается на угол дифферента ψ , перетекает (смещается), но его поверхность остаётся горизонтальной. В результате, при неизменном объёме топлива в танке, фактический уровень h_{ϕ} в месте замера будет меньше табличного h_T на некую величину Δh_{Δ} . Разумеется, что, измеряя фактическую высоту уровня топлива в танке и определив по градуировочной таблице его объем, мы получим его меньшим, находящегося в данный момент в танке. Причём разница может превышать допустимую погрешность определения объёма топлива с помощью градуировочной таблицы в десятки раз. Для достоверного определения объёма топлива в танке по существующей градуировочной таблице, выполненной при положении судна на «ровном киле», необходимо рассчитать величину поправки к фактическому уровню топлива — Δh_{Δ} .

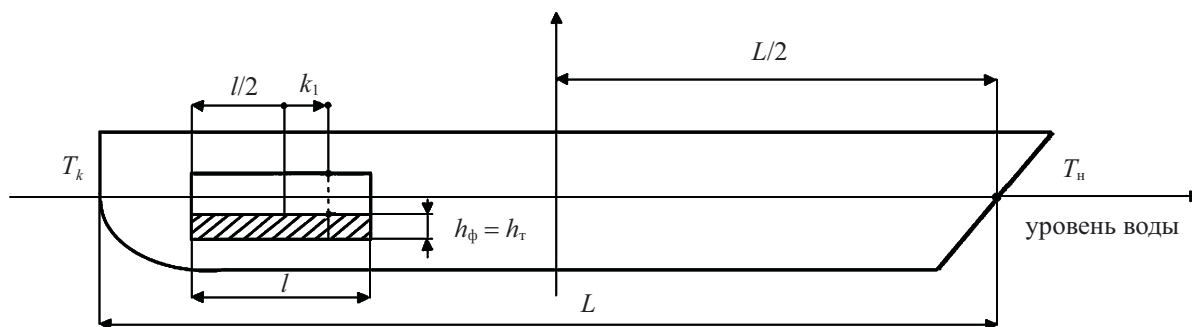


Рис. 1

L — длина судна между перпендикулярами, м; l — длина судового танка, м; k_1 — расстояние от центра тяжести свободной поверхности жидкости в танке до места замера топлива в продольном сечении судна, м; T_H , T_K — показания соответственно носовой и кормовой осадок судна, м

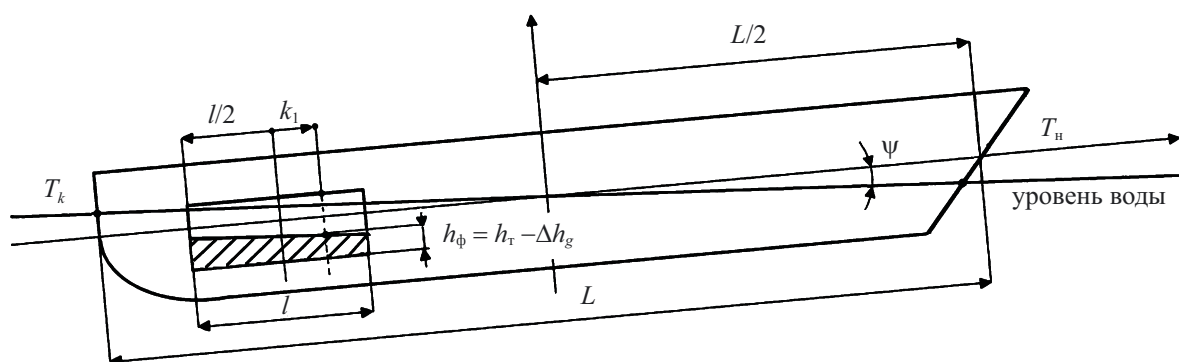


Рис. 2

Рассмотрим топливный танк судна, имеющего дифферент на корму (рис. 3).

При дифференте судна на угол ψ поверхность жидкости останется горизонтальной, т.е. повернётся на этот же угол по отношению к её положению на «ровный киль» (рис. 3).

В соответствии с теоремой Эйлера о малых равнообъёмных наклонениях поверхности жидкости в танке до и после наклонения пересекутся по линии, проходящей через центр тяжести площади поверхности. В частном случае, при совпадении места замера уровня топлива с центром тяжести площади поверхности жидкости в танке, поправка к фактическому уровню будет равна $\Delta h_d = 0$.

В случае смещения места замера уровня топлива в танке от центра тяжести поверхности жидкости в танке на величину k_1 , поправку можно рассчитать по формуле:

$$\Delta h_d = \pm k_1 \cdot (\pm D/L), \quad (1)$$

где: D — фактическое значение дифферента судна, м, определяется по формуле:

$$\pm D = T_K - T_H, \quad (2)$$

где: T_H — осадка судна носом, м; T_K — осадка суд-

на кормой, м; знак « \pm » — в случае дифферента судна на корму значение D используется со знаком «+», в случае дифферента на нос — со знаком «-».

Величины k_1 и L в формуле (1) являются константами для конкретного судна и конкретного судового танка.

Пример 1. В качестве примера (рис. 4) рассмотрим процесс определения объёма топлива в прямоугольном танке судна длиной $L = 125,0$ м; длина судового танка $l = 8,0$ м; замерное устройство находится в задней части танка на расстоянии $\Delta l = 0,75$ м от задней стенки танка, осадка судна носом составляет $T_H = 5,3$ м; осадка судна кормой составляет $T_K = 6,0$ м.

Определяем:

♦ дифферент судна: $D = T_K - T_H = 6,0 - 5,3 = 0,7$ м;

♦ расстояние от оси поворота танка в продольном сечении судна до места замера топлива — постоянную k_1 :

$$k_1 = l/2 - \Delta l = 8/2 - 0,75 = 3,25. \quad (3)$$

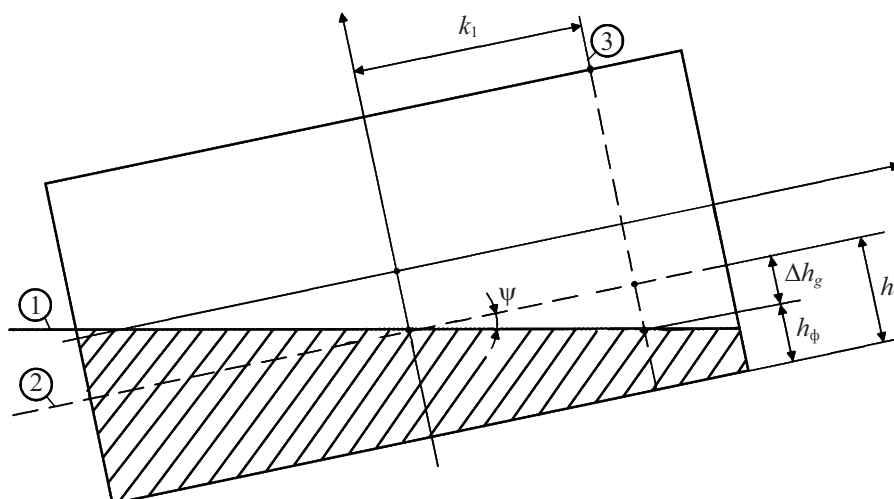


Рис. 3

1 — фактический уровень топлива в танке, когда судно имеет дифферент ψ ; 2 — уровень топлива в танке при положении судна на «ровном киле» при выполнении градуировки; 3 — место замера уровня топлива в танке; $h_{\text{т}}$ — уровень топлива в судовом танке при нахождении судна на «ровном киле», соответствующий по градуировочной таблице фактическому объёму топлива в танке, м; h_{ϕ} — уровень топлива в судовом танке при дифференте судна, м

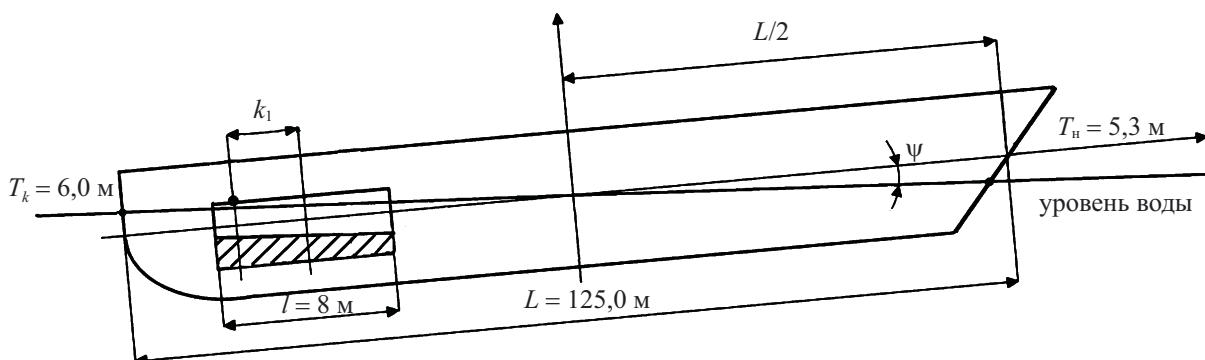


Рис. 4

В данном случае формула (1) приобретает следующий вид:

$$\Delta h_{\text{д}} = -k_1 \cdot D/L = -3,25 \cdot D/125,0 = -0,026 \cdot D, \text{ м},$$

$$\Delta h_{\text{д}} = -0,026 \cdot 0,7 = -0,018, \text{ м}.$$

Для определения объема топлива в судовом танке к фактическому значению уровня h_{ϕ} прибавляем определенную поправку $\Delta h_{\text{д}}$. Объем топлива определяется по градуировочной таблице по определенному значению уровня $h_{\text{т}}$.

Аналогичным образом при возникновении крена судна (за исключением частного случая, когда ось танка в поперечном сечении судна и измерное устройство находятся по центру поперечного

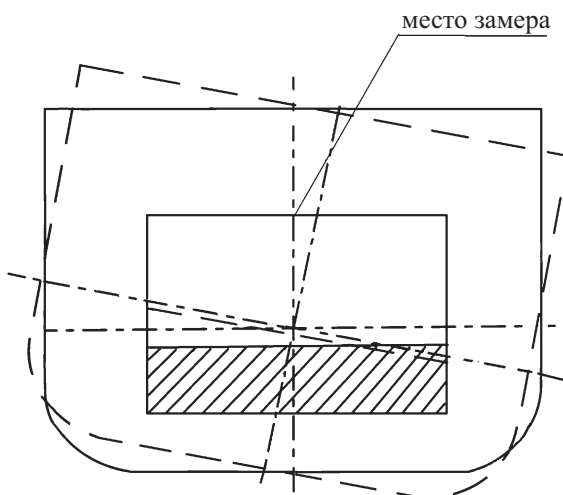


Рис. 5

сечения судна (рис. 5), возникает ситуация со смещением топлива в танке (рис. 6, 7).

Аналогично, как и в случае дифферента судна, при крене судна на угол α , поверхность жидкости в танке останется горизонтальной, т.е. повернется на этот же угол по сравнению с ее положением при нахождении судна на «ровном киле» (рис. 8). В соответствии с теоремой Эйлера о малых равнообъемных наклонениях поверхности жидкости в танке до и после наклона пересекутся по линии, проходящей через центр тяжести площади поверхности. В частном случае, при совпадении места замера уровня топлива с центром тяжести площади поверхности жидкости в танке, поправка к фактическому уровню будет равна $\Delta h_k = 0$.

В случае несовпадения места замера уровня топлива в судовом танке ситуация будет выглядеть следующим образом (рис. 8):

α — угол крена судна, град.; k_2 — расстояние от замерного устройства до оси поворота танка, м; Δh_k — поправка к фактическому значению уровня топлива в судовом танке при крене судна, м.

Поправку к фактическому уровню топлива в судовом танке, в случае, когда судно имеет крен, мож-

но определить по формуле:

$$\Delta h_k = \pm k_2 \cdot (\pm \operatorname{tg} \alpha), \text{ м}, \quad (4)$$

где k_2 — расстояние от места замера уровня топлива в танке до центра поворота танка в поперечном сечении, определяется по формуле:

$$k_2 = -(b/2 - \Delta b), \text{ м}, \quad (5)$$

b — ширина судового танка, м; Δb — наименьшее расстояние от места замера до края топливного танка в поперечном сечении судна, м.

Величина k_2 используется со знаком «+», когда место замера расположено ближе к борту судна по отношению к центру судового танка в поперечном сечении судна, и со знаком «-» в случае расположения замерного устройства ближе к диаметральной плоскости судна по отношению к центру судового танка; $\operatorname{tg} \alpha$ — тангенс угла крена судна, град. В формуле значение $\operatorname{tg} \alpha$ используется со знаком «+», когда крен на противоположной от расположения оси замерного устройства судового танка по отношению к диаметральной плоскости судна, и со знаком «-» в случае крена на борт расположения танка по отношению к диаметральной плоскости судна.

В том случае, когда центр танка совпадает с диаметральной плоскостью судна, т.е. танк расположен посередине судна, k_2 всегда используется со

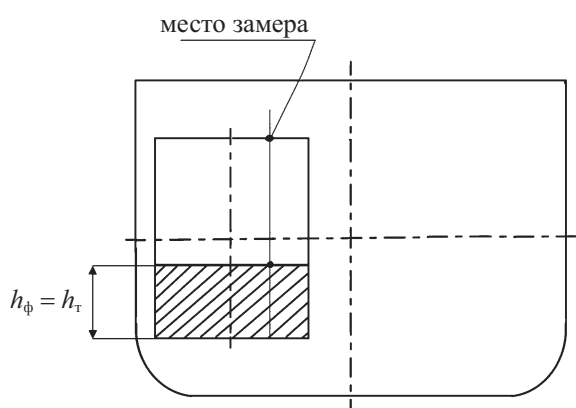


Рис. 6

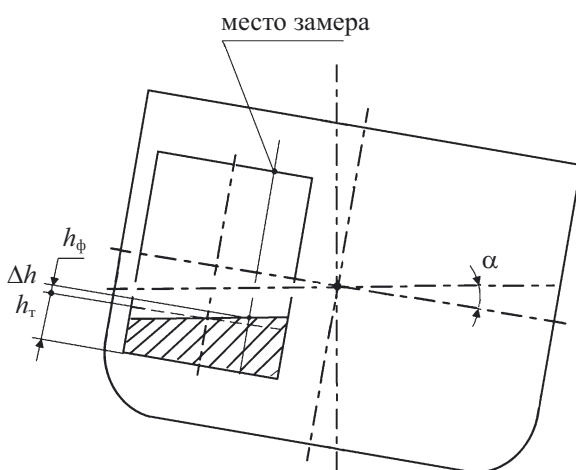


Рис. 7

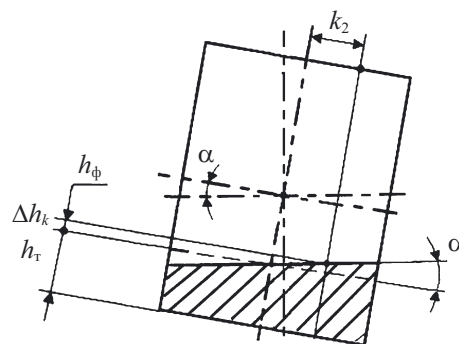


Рис. 8

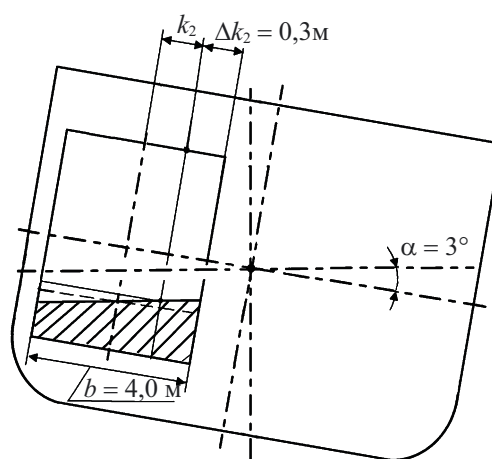


Рис. 9

знаком «+», значення $\operatorname{tg}\alpha$ використовується со знаком «+», когда крен судна на протилежний от оси замерного устройства по отношению к диаметральной плоскости судна в поперечном сечении, со знаком «-», когда крен на борт расположения оси замерного устройства по отношению к диаметральной плоскости судна.

Пример 2. Рассмотрим процедуру определения объёма топлива в танке судна, имеющего крен $\alpha = 3^\circ$ на правый борт. Судовой топливный танк расположен на левом борту судна, ширина $b = 4,0$ м; ось замерного устройства расположена на расстоянии $\Delta b = 0,3$ м от стенки танка, ближней к диаметральной плоскости танка (рис. 9).

Определяем расстояние от оси поворота танка в поперечном сечении судна до места замера топлива. Постоянная k_2 определяется по формуле (5):

$$k_2 = -(b/2 - \Delta b) = -(4/2 - 0,3) = -1,7 \text{ м.}$$

Поправку к фактическому значению топлива, в случае крена судна, определяем как:

$$\Delta h_k = -1,7 \cdot \operatorname{tg} 3^\circ = -0,089 \text{ м.}$$

Для определения объёма топлива в судовом танке к фактическому значению уровня топлива в танке h_ϕ прибавляем рассчитанную поправку Δh_k :

$$h_T = h_\phi + \Delta h_k.$$

Объём топлива определяется по градуировочной таблице по полученному значению уровня h_T .

Для определения погрешности определения объёма топлива в судовом топливном танке, выполненного при помощи градуировочной таблицы с учетом применения поправок на крен и диф-

ферент судна, необходимо учесть и проанализировать все ее составляющие — погрешность используемых СИТ и методов измерения. При определении объёма топлива, используются следующие СИТ — градуированный танк с таблицей согласно ДСТУ 4218:2003 [1] для определения объёма топлива (погрешность в пределах $\pm 0,25$ %), рулетка с лотом либо метршток для определения уровня топлива в танке ($\pm 0,1$ %), рулетка для определения геометрических размеров танка ($\pm 0,1$ %), рулетка для определения осадки судна ($\pm 0,1$ %), нивелир для определения длины судна ($\pm 0,1$ %).

Пример 3. Определим составляющие погрешности при проведении измерения объёма топлива в судовом танке.

Погрешность:

* градуировочной таблицы $\delta_{\text{табл}} = \pm 0,25$ %;

* измерительной рулетки с лотом для определения уровня (0—3000 мм) $\delta_{\text{рулетк}} = \pm 0,07$ %.

Соответственно погрешность

* измерения объёма топлива $\delta_{\text{топл}} = \pm 0,27$ %;

* измерения параметров судового танка (2,0—10,0 м) $\delta_{\text{танк}} = \pm 0,1$ %;


* определения геометрических параметров судна (0—6,0 м — осадка, 0—125,0 м — длина) $\delta_{\text{судна}} = \pm 0,1$ %.

Определим погрешность определения объёма топлива в судовом танке:

$$\delta = \pm \sqrt{\delta_{\text{табл}}^2 + \delta_{\text{рулетк}}^2 + \delta_{\text{судн}}^2};$$

$$\delta = \pm \sqrt{0,27^2 + 0,1^2 + 0,1^2} = \pm 0,31 \text{ \%} \quad (6)$$

ЛИТЕРАТУРА

1. ДСТУ 4218-2003 ГСОЕИ. Резервуары стальные горизонтальные цилиндрические. Методика поверки. Межгосударственный стандарт.
2. ДСТУ 4147-2003. Резервуары стальные вертикальные цилиндрические. Методика поверки. Метрологія.
3. Справочник по теории корабля: В трёх томах. Том 2. Статика судов. Качка судов / Под ред. Я. И. Войткунского. — Л.: Судостроение, 1985. — 440 с., ил. 


ЩОДО ПИТАНЬ ПАЛИВОРОЗДАВАЛЬНИХ КОЛОНОК І ТРАНСФОРМАТОРІВ СТРУМУ ТА НАПРУГИ

НТК з метрології Мінекономрозвитку України доводить до відома метрологів, що, враховуючи значення допустимої похибки паливороздавальних колонок $\pm 0,5$ %, встановлене Інструкцією про порядок приймання, транспортування, зберігання, відпуску та обліку нафти і нафтопродуктів на підприємствах і організаціях України, затвердженої наказом Мінпаливенерго, Мінекономіки, Мінтрансу, Держспоживстандарту України від 20.05.2008 № 281/171/578/155, зареєстрованим у Мін'юсті України 02.09.2008 за № 805/15496, збільшення значення допустимої похибки паливороздавальних колонок з $\pm 0,5$ до ± 1 % суперечить чинним нормативно-правовим актам України.

У зв'язку з набранням чинності з 25.07.2012 МПУ 324/03-2012 «Колонки паливороздавальні. Методика по-

вірки» скасовано чинність МІ 1864-88 «Колонки паливороздаточные. Методика поверки», на яку роблять посилання у листах власники АЗС.

Ухвалою НТК рекомендовано встановити такі міжповірочні інтервали для трансформаторів (ТР) струму та напруги:

- з номінальною первинною напругою від 110 до 154 кВ включно — 10 років (до закінчення строку служби);
- з номінальною первинною напругою 220 кВ та вище — 14 років (до закінчення строку служби);
- для зазначених ТР, що експлуатуються після закінчення строку служби, — міжповірочний інтервал 4 роки. 

(За матеріалами НТК з метрології від 06.11.2013, №3-2013)

УДК 531.787+53.088

БЕЗДЕМОНТАЖНИЙ КОНТРОЛЬ ПОХИБОК ВИМІРЮВАЛЬНОГО ПЕРЕТВОРЕННЯ ЗА ВИПАДКОВИМИ СИГНАЛАМИ ВИМІРЮВАЛЬНОЇ ІНФОРМАЦІЇ

П. Щапов, доктор технічних наук, професор кафедри «Інформаційно-вимірювальні технології та системи»,
І. Камбаєв, аспірант кафедри,
НТУ «Харківський політехнічний університет»

Розглянуто статистичну модель залишкової дисперсії вихідних сигналів резервованих первинних вимірювальних перетворювачів, що дозволяє контролювати зміни, що прогресують, їх систематичних і випадкових похибок за робочих впливів вимірюваних фізичних величин без відключення перетворювачів на повірку. Представлено результати статистичного моделювання лінійних вимірювальних перетворень динамічних величин, що підтверджують ефективність використання залишкової дисперсії як комплексного параметра контролю похибок вимірювального перетворення.

A statistical model for the residual variance of redundant transducers output signals which allows to control the progressive changes of systematic and random errors in the operating impacts of measured physical quantities without disconnecting the transducers for verification is discussed. The statistical modeling for linear measuring transformations of dynamic quantities reresults, which confirm the efficiency of the residual variance as a complex parameter for measuring conversion errors control are presented.



П. Щапов

Динамічний контроль точності вимірювальних перетворювачів без відключення останніх на повірку можливий лише у тестовому режимі з використанням спеціально організованих тестових впливів або структурно-алгоритмічних методів виявлення і корекції похибок. При цьому вхідні вимірювані величини — статичні, а до складу засобів контролю мають входити зразки або фізично реалізовані моделі контрольованих параметрів або величин. Структурна надмірність, у цьому випадку, обов'язково доповнюється надмірністю інформаційною, що здорожчує контроль і робить його виборчим відносно до тієї чи іншої частини діапазону вимірюваних величин. Однак, такі умови контролю точності первинних перетворювачів, наприклад,



І. Камбаєв

ІВС управління динамічними об'єктами, можуть бути незмінні через неприпустимість втрат первинної інформації щодо стану об'єкта у будь-які поточні моменти або інтервали часу. Особливо, якщо технічний стан об'єкта характеризується нестационарністю, а вимірювані величини є випадковими перехідними процесами.

Сьогодні ефективно застосовуються алгоритмічні та структурні моделі контролю і корекції похибок первинних перетворювачів, які експлуатуються в ІВС управління [1], в автоматизованих системах контролю [2, 3]. Методи і моделі автоматичного виявлення і корекції похибок особливо повно використовуються для перетворювачів температури [4, 5]. Слід пояснити, що у всіх випадках подібного контролю необхідна наявність фізично реалізованих статистичних зразків або моделей фізичних величин, що мають наперед задані властивості.

Метою роботи є проведення аналізу можливостей статистичного підходу до отримання інформації стосовно зміни метрологічних характеристик первинних перетворювачів за зміною ймовірнісних властивостей залишкового шуму останніх, коли відсутні обмеження на динаміку і випадковість вхідного вимірюваного сигналу.

СТАТИСТИЧНА МОДЕЛЬ ПАРАМЕТРА КОНТРОЛЮ

Розглянемо відому структурну модель просторового усереднення випадкових похибок [6], реалізовану у виді паралельної резервованої структури (комплексування перетворювачів) (рис. 1).

Задамо динамічну модель вхідного вимірюваного сигналу $x(t)$ у виді випадкового процесу з лінійною, наприклад, нестационарністю середнього значення $x(t_i) = A + Bt_i$ та стаціонарним шумом ε_i , $i=1, N$:

$$x(t_i) = A + B \cdot t_i + \varepsilon_i, \quad (1)$$

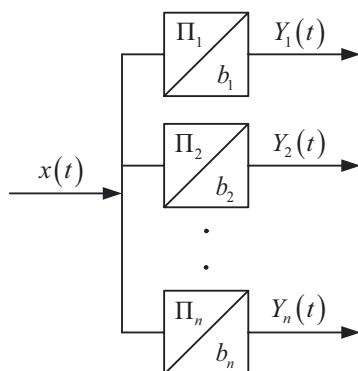


Рис. 1. Паралельна структура постійного резервування

де A, B — постійні коефіцієнти, причому:

$$M[\varepsilon_i] = 0, \quad M[\varepsilon_i^2] = \sigma_\varepsilon^2, \quad M[\varepsilon_i \cdot \varepsilon_k] = 0 \quad (2)$$

для всіх $i \neq k$ та $\varepsilon_i \sim \text{NORM}(0, \sigma_\varepsilon^2)$ для всіх i .

Перетворювачі реалізують лінійну (для простоти) функцію вимірювального перетворення з чутливостями b_1, \dots, b_n , відповідно, і випадковою похибкою, z_j , $j=1, n$. Ймовірнісні властивості похибки z_j аналогічні умовам (2), зокрема, $M[z_j] = 0$; $M[z_j^2] = \sigma_z^2$, а вихідний сигнал j -того перетворювача — це лінійна регресійна модель виду:

$$Y_j(t_i) = b_j \cdot x(t_i) + z_{ji}. \quad (3)$$

У класичному випадку, коли $x(t_i) = \text{const}$ (статичні вимірювання, $B = 0$), усереднення сигналів $y_j(t_i)$ перетворювачів Π_1, \dots, Π_n , $j=1, n$, $i=1, N$ (N — обсяг вимірювань) — це ефективний метод зменшення адитивних некорельованих похибок вимірювальних каналів (перетворювачів Π_1, \dots, Π_n). Однак виявлення систематичних мультиплікативних та адитивних похибок у цьому випадку ускладнено і просто не можливо.

Якщо у вхідному сигналі $x(t)$ присутня динаміка ($B \neq 0$), з'являється можливість оцінки кореляційних властивостей вихідних сигналів $y_j(t_i)$ перетворювачів Π_1, \dots, Π_n , а отже, і оцінки відхилень чутливостей b_1, \dots, b_n від середньої $b_c = n^{-1} \left(\sum_{j=1}^n b_j \right)$. Для цього достатньо використати випадкові відхилення сигналів $y_j(t_i)$, $j=1, n$ від середнього арифметичного:

$$\bar{y} = (nN)^{-1} \sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^N y_{ji}. \quad (4)$$

Тоді статистика контролю матиме вид:

$$\Delta = N(n-1) \sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^N (y_j(t_i) - \bar{y})^2. \quad (5)$$

Якщо знехтувати, для простоти аналізу, адитивними похибками перетворення (це розв'язана задача для класичного просторового усереднення [6]), то, з урахуванням виразів (1) і (3), можна визначити дисперсію статистики Δ :

$$\sigma_\Delta^2 = [B^2 (\sigma_t^2 + \bar{t}^2) + \sigma_\varepsilon^2] \sigma_b^2 + \sigma_z^2. \quad (6)$$

У виразі (6) маємо:

σ_t^2, \bar{t} — дисперсія і середнє часу спостереження сигналу $x(t)$;

$$\sigma_b^2 = (n-1)^{-1} \sum_{j=1}^n (b_j - b_c)^2; \quad (7)$$

$$b_c = n^{-1} \left(\sum_{j=1}^n b_j \right);$$

$$\overline{\sigma_z^2} = (n-1)^{-1} \sum_{j=1}^n \sigma_{z_j}^2 = [N(n-1)]^{-1} \sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^N z_{ji}. \quad (8)$$

Якщо врахувати дискретизацію часу t_i спостереження сигналу $x(t_i)$, за рівномірних відліків $i = 1, N$, то вираз (6) матиме вид статистичної моделі параметра контролю випадкових (дисперсія σ_z^2) і мультиплікативних (дисперсія σ_b^2) похибок вимірювального перетворення:

$$\sigma_\Delta^2 = \frac{2(2N-1)}{(N-1)} \cdot B^2 \sigma_i^2 \sigma_b^2 + \sigma_\varepsilon^2 \sigma_b^2 + \overline{\sigma_z^2}. \quad (9)$$

ВЛАСТИВОСТІ СТАТИСТИЧНОЇ МОДЕЛІ ПАРАМЕТРА КОНТРОЛЮ

1) Перший доданок виразу (9) залежить від дисперсій σ_i^2 і σ_b^2 . Це означає, що збільшення σ_i^2 , тобто часу спостереження сигналу $x(t)$ (за умови $B \neq 0$) підвищує можливості виявлення змін у відхиленнях b_j , $j = 1, n$, від середнього значення b_c . Підвищення чутливості до виявлення мультиплікативних похибок перетворювачів можна досягти, збільшуючи шум вхідного сигналу (σ_ε^2), оскільки від σ_ε^2 залежить добуток $\sigma_\varepsilon^2 \cdot \sigma_b^2$ другого доданка у виразі (9).

2) Надійність контролю змін випадкових похибок σ_z^2 можна забезпечити, задавши режим стаціонарності ($B = 0$) вхідного сигналу $x(t)$ і знизивши його дисперсію σ_ε^2 , що призводить до вже відомого класичного методу просторового усереднення (зменшення адитивних похибок [6]). У цьому випадку зникає перший доданок у виразі (9) і мінімізується другий цього ж виразу.

3) У виразі (9) випадковість значення статистики задається випадковими оцінками σ_ε^2 і σ_z^2 . Величини N , B^2 , σ_i^2 і σ_b^2 — не випадкові, причому σ_b^2 має сенс представити у формі виразу (7), в якому різниці ($b_j - b_c$) — це детерміновані величини, а середня чут-

ливість b_c має бути нормою, що не залежить від часу експлуатації перетворювачів (задається на початковому етапі експлуатації). Тоді ширина δ зони допуску для параметра контролю σ_Δ^2 визначатиметься середньоквадратичними відхиленнями оцінок дисперсій σ_ε^2 і σ_z^2 та заданим рівнем значущості α . За великих N ($N > 100$ [7]) ширина δ визначиться виразом:

$$\delta = 2K_{1-\alpha} \sqrt{\frac{2}{N} (\sigma_\varepsilon^4 \sigma_b^4 + \sigma_z^4)}, \quad (10)$$

де $K_{1-\alpha}$ — квантільний коефіцієнт довіри [8], який за $\alpha = 0,05$ близький до значення $K_{1-\alpha} = 2$.

Із виразу (10) випливає, що збільшення числа вимірювань підвищує чутливість контролю (зона допуску зменшується).

СТАТИСТИЧНЕ МОДЕЛЮВАННЯ ПРОЦЕДУР КОНТРОЛЮ

Для генерації вхідного вимірюваного сигналу $x(t)$ використовувалися послідовності нормально розподілених псевдовипадкових чисел, що піддаються лінійному перетворенню (1), в якому задавалися параметри А і В двох варіантів:

1. $A = 0$, $B = 0$;
2. $A = 0$, $B = 1$.

Кількість перетворювачів дорівнювало двом ($n = 2$), а обсяг вибірок:

- а) $N = 20$;
- б) $N = 40$.

Середньоквадратичні відхилення шумів вхідного сигналу і перетворювачів $\sigma_\varepsilon = \sigma_{z_1} = \sigma_{z_2} = 0,1$.

У таблиці представлено результати моделювання процедур контролю з розв'язками:

γ_0 — мультиплікативні похибки перетворювачів Π_1 і Π_2 відповідають нормі;

γ_1 — має місце значима розбіжність між мультиплікативними похибками перетворювачів.

Результати моделювання процедур бездемонтажного контролю (чутливість $b_j=1$)

Параметри вхідного сигналу	Кількість результатів вимірювань (N)	Межі зони допуску на параметр σ_Δ^2		Чутливість, b_2	Середнє значення параметра (контролю σ_Δ^2 моделювання)	Розв'язок
		δ_n	δ_b			
$A = 0$ $B = 0$	20	$13,7 \cdot 10^{-3}$	$26,3 \cdot 10^{-3}$	1	$19,75 \cdot 10^{-3}$	γ_0
				(0,9÷1,1)	$(23,42 \div 26,1) \cdot 10^{-3}$	γ_0
	40	$15,6 \cdot 10^{-3}$	$24,5 \cdot 10^{-3}$	1	$14,52 \cdot 10^{-3}$	γ_0
				(0,9÷1,1)	$(15,8 \div 23,5) \cdot 10^{-3}$	γ_0
$A = 0$ $B = 1$	20	$13,7 \cdot 10^{-3}$	$26,3 \cdot 10^{-3}$	1	$19,75 \cdot 10^{-3}$	γ_0
				(0,9÷1,1)	$(680,6 \div 774,2) \cdot 10^{-3}$	γ_1
	40	$15,6 \cdot 10^{-3}$	$24,5 \cdot 10^{-3}$	1	$14,52 \cdot 10^{-3}$	γ_0
				(0,9÷1,1)	$(2,68 \div 2,88)$	γ_1

Якщо δ_n, δ_v — нижня і верхня межі допускового інтервалу на параметр контролю σ_Δ^2 , то розв'язки γ_0 і γ_1 відповідають умовам [2]:

$$\begin{cases} \gamma_0: \sigma_\Delta^2 \in (\delta_n, \delta_v); \\ \gamma_1: \sigma_\Delta^2 \notin (\delta_n, \delta_v). \end{cases} \quad (11)$$

Із таблиці видно, що виявлення мультиплікативних похибок, що прогресують, (у перетворювача Π_2) можливе лише тоді, коли є динаміка середнього значення вхідного сигналу ($B = 1$). При цьому збільшення числа вимірювань N підвищує чутливість контролю (для $N = 20$ маємо $\sigma_\Delta^2 = (680,6 \div 774,2) \cdot 10^{-3}$,

а для $N = 40$, $\sigma_\Delta^2 = (2,68 \div 2,88)$). Фактично, за $B \neq 0$ значення параметра σ_Δ^2 далеко виходить за межі допускового інтервалу (δ_n, δ_v), особливо, якщо збільшувати кількість вимірювань N .

ВИСНОВОК

Статистична модель (9) вказує на принципову можливість виявлення змін мультиплікативних похибок резервованих первинних перетворювачів без відключення останніх на повірку, на основі використання випадкових вхідних сигналів з регульованими рівнями нестационарності за їх математичним сподіванням.

ЛІТЕРАТУРА

1. Кондрашов С. І. Методи підвищення точності систем тестових випробувань електричних вимірювальних перетворювачів у робочих режимах: Монографія / С. І. Кондрашов. — Х.: НТУ «ХПІ», 2004. — 224 с.
2. Володарський Є. Т. Метрологічне забезпечення вимірювань і контролю / Є. Т. Володарський, В. В. Кухарчук, В. О. Поджаренко, Г. Б. Сердюк. — Вінниця: Велес, 2001. — 219 с.
3. Туз Ю. М. Автоматическая коррекция погрешностей и расширение функциональных возможностей цифровых вольтметров и мультиметров / Ю. М. Туз, В. В. Литвих // Измерения, контроль и автоматизация: Научно-технический сборник Выпуск 1 (65). — М.: Информприбор, 1988. — С. 1—15.
4. Головка Д. Б. Структурно-алгоритмічні методи підвищення точності вимірювання температури / Д. Б. Головка, Ю. О. Скрипник, Г. І. Хімичева. — К.: ФАДА ЛТД, 1999. — 2006 с.
5. Березький О. Спосіб прогнозування похибки дрейфу термоелектроперетворювачів / О. Березький // 36. наук. праць НУ «Львівська політехніка»; вимірювальна техніка та метрологія. — 2001. — № 58. — С. 72—75.
6. Орнатский П. П. Теоретические основы информационно-измерительной техники / П. П. Орнатский. — К.: Вища школа, 1983. — 455 с.
7. Смирнов Н. В. Курс теории вероятностей и математической статистики для технических приложений / Н. В. Смирнов, И. В. Дунин-Барковский. — М.: Наука. Главная ред. физ.-мат. литературы, 1969. — 512 с.
8. Чинков В. М. Основы метрологии та вимірювальної техніки: [Навч. посібн., 2-е вид., перероб. і доп.] / В. М. Чинков. — Х.: НТУ «ХПІ», 2005. — 524 с. ■

УПОВНОВАЖЕНІ НА ПРОВЕДЕННЯ ПОВІРКИ ЗВТ

НТК з метрології Мінекономрозвитку України на своєму засіданні №3-2013 від 06.11.2013 рекомендувало уповноважити на проведення повірки засобів вимірювальної техніки (ЗВТ):

- *повірочні лабораторії відокремлених підрозділів:* «Запорізьке моторвагонне депо», «Нікопольське моторвагонне депо» ДП «Придніпровська залізниця»; «Локомотивне депо Ковель», «Моторвагонне депо Львів» «Локомотивне депо Львів-Захід» ДТГО «Львівська залізниця»; «Локомотивне депо Конотоп», «Моторвагонне депо Чернігів», «Моторвагонне депо Фастів-1», ДТГО «Південно-західна залізниця»; «Локомотивне депо Харків-Сортувальний» ДП «Південна залізниця»;

- *повірочні лабораторії швидкостемірних відділень відокремлених підрозділів:* «Локомотивне депо Христинівка» ДТГО «Одеська залізниця»; мото-

рвагонне депо Родакове ДП «Донецька залізниця»;

- *повірочні лабораторії:* локомотивного депо Волноваха, локомотивного депо Краноармійськ, локомотивного депо Попасна, локомотивного депо Ясинувата-Західна, локомотивного депо Красний Лиман, локомотивного депо Слов'янськ ДП «Донецька залізниця»; локомотивного депо Дарниця ДТГО «Південно-Західна залізниця»;

- *повірочні лабораторії:* Львівського регіонального центру з гідрометеорології; МПП «Тріумф 1».

Рекомендовано розширити галузь уповноваження на проведення повірки ЗВТ під час експлуатації та випуску з виробництва і ремонту (за результатами експертизи документації) ДП «Луганськстандартметрологія». ■

(За матеріалами НТК з метрології)

УДК 53.088.23:620.172.25



О. Ганжала, старший науковий співробітник,

І. Михайлова, кандидат технічних наук,

О. Удовенко, завідувач лабораторії,

ДП «Український науково-технічний центр металургійної промисловості «Енергосталь», м. Харків

Запропоновано алгоритм оцінювання та розрахунку невизначеностей вимірювань механічних характеристик металів та сплавів під час випробувань на розтяг для використання у практичній діяльності випробувальних лабораторій металургійних та машинобудівних підприємств.

Article shows algorithm of measuring uncertainties estimation and calculation for mechanical characteristics of metals and alloys during tension test to use in practice by testing laboratories of metallurgical and machine-building enterprises.



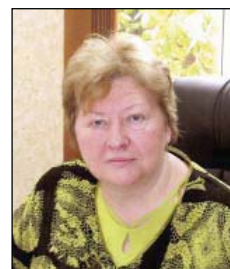
О. Ганжала

Оцінювання невизначеності вимірювання у випробувальних лабораторіях України є важливим фактором у разі надання та порівняння результатів випробувань, отриманих різними лабораторіями.

На сьогодні у періодичних виданнях та в інтернет-ресурсах міститься достатня кількість інформації з послідовним методичним викладенням теорії невизначеності [1—3], а також наведено достатньо прикладів розрахунку невизначеностей для таких видів вимірювань, як вимірювання ваги, об'єму, довжини [3, 5]. Приклади оцінювання та розрахунку невизначеностей вимірювань механічних характеристик металів під час випробувань на розтяг практично відсутні. Виходячи з цього, автори статті пропонують алгоритм розрахунку невизначеності вимірювань механічних характеристик металів у процесі випробувань зразків на розтяг, таких як границя міцності та відносне видовження.

Вимірювання механічних характеристик металів під час випробувань на розтяг належать до опосередкованих вимірювань, коли значення величини, яка підлягає визначенню, розраховують через значення інших величин, з якими вона пов'язана певною функціональною залежністю.

У випадку опосередкованих вимірювань значення фізичної величини Y визначають за результатами прямих вимірювань n інших фізичних величин:



І. Михайлова



О. Удовенко

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_n).$$

Вхідні величини X_1, X_2, \dots, X_n , від яких залежить вихідна величина Y , можна розглядати як вимірювані величини, і вони самі можуть залежати від інших величин.

Оцінка у вимірюваної величини Y — це деяке її наближене значення, яке у найкращий спосіб відповідає отриманим результатам.

На практиці, у випадку опосередкованих вимірювань, оцінку у вимірюваної величини Y розраховують за формулою:

$$y = \bar{Y} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n f(x_{1k}, x_{2k}, \dots, x_{ik}), \quad (1)$$

де $X_{1k}, X_{2k}, \dots, X_{ik}$ — k -ті вимірювання ($k = 1, 2, \dots, n$) вхідних величин.

Отже, y є середнім арифметичним n незалежних вимірювань Y_k величини Y .

У процесі отримання оцінки у вимірюваної величини Y та її невизначеності необхідно ураховувати кореляцію вхідних величин X_1, X_2, \dots, X_i . Кореляція — це такий вид зв'язку між вхідними величинами, за якого середнє значення однієї величини залежить від того, яке значення отримала інша величина. Кореляція відсутня, якщо ці величини визначені у незалежних експериментах або не було спільних для них засобів вимірювальної техніки (ЗВТ), спільних впливних факторів.

Існує два типи розрахунку стандартної невизначеності: розрахунок за типом А — шляхом статистичного опрацювання результатів багаторазових спостережень; розрахунок за типом В — іншими методами, з використанням апріорної, тобто відомої із попереднього досвіду, інформації стосовно поведінки вимірюваної величини.

Складову невизначеності вимірювання за типом А u_A оцінюють з використанням статистичного аналізу значень величин, отриманих у випадку вимірювань за повторюваності умов.

Даними для обчислення u_A є результати багаторазових вимірювань. Стандартну невизначеність результату опосередкованих вимірювань, коли за результат вимірювання приймають середнє, обчислюють за формулою:

$$u_A = \sqrt{\frac{\sum_{k=1}^n (Y_k - \bar{Y})^2}{n \cdot (n-1)}}, \quad (2)$$

де $k = 1, \dots, n$; n — число незалежних спостережень Y_k величини Y .

Цю формулу наведено для нормального закону розподілу значень вхідних величин.

Розрахунок стандартної невизначеності u_B за типом В можливий, якщо стосовно величини, яка вимі-

рюється, відома певна інформація. Нею є знання закону розподілу та його границь. Їх можна отримати із певних джерел, а саме:

- даних попередніх (архівних) вимірювань величин, що входять до рівняння вимірювання;
- інформації стосовно закону розподілу значень вхідних величин;
- даних, що ґрунтуються на досвіді фахівця або загальних знаннях щодо поведінки та властивостей відповідних приладів та матеріалів;
- невизначеності констант та довідкових даних;
- свідоцтва про перевірку (калібрування) ЗВТ, інформації виготовлювача щодо ЗВТ тощо.

Невизначеності цих даних обчислюють через верхні та нижні границі (b_i^- , b_i^+) допустимого розподілу для i -тої вхідної величини.

Якщо усередині границь закон розподілу не зазначено, то в такому випадку прийнято уважати, що він є рівномірний.

За останнього стандартну невизначеність за типом В визначають за формулою:

$$u_B = (b^+ - b^-) / 2 \cdot \sqrt{3}, \quad (3)$$

а для симетричних границь ($\pm b_i$):

$$u_B = b / \sqrt{3}, \quad (4)$$

У випадку, коли вхідні величини некорельовані, сумарна стандартна невизначеність за типом В:

$$u_{cB}(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N (df/dx_i)^2 \cdot u^2(x_i)}, \quad (5)$$

де df/dx_i — коефіцієнти впливу, які є частинною похідною від функції y за змінної x_i .

Основним кількісним виразом невизначеності результату вимірювань є сумарна стандартна невизначеність:

$$u_c = \sqrt{u_{cA}^2 + u_{cB}^2}. \quad (6)$$

Якщо вимірювання з багаторазовими спостереженнями відсутні, невизначеність результату вимірювань розраховують лише за типом В.

Розширену невизначеність результату вимірювання можна отримати зі встановленим покривним фактором, що забезпечує довірчий інтервал, який містить значення вимірюваної величини з високою ймовірністю або більшу встановлену частину розсіювання значень величин, що є атрибутом вимірюваної величини.

Визначають розширену невизначеність оцінки вимірюваної величини U за формулою:

$$U = k \cdot u_c(y), \quad (7)$$

де k — покривний коефіцієнт.

Покривний коефіцієнт k приймається рівним коефіцієнту Стюдента t_p для ефективного числа ступенів свободи ν_{ef} та довірчої ймовірності p (рівня довіри):

$$k = t_p(\nu_{ef}). \quad (8)$$

Значення коефіцієнтів розподілу Стюдента для ефективного числа ступенів свободи $v_{\text{еф}}$ та рівня довіри p знаходять за таблицею додатка Г у РМГ 43-2001 [1].

Ефективне число ступенів свободи $v_{\text{еф}}$ визначають за формулою:

$$v_{\text{еф}} = u_c^4(y) / \sum_{i=1}^n (u^4(x_i) / v_i) (df/dx)^4, \quad (9)$$

де v_i — число ступенів свободи за визначення оцінки i -тої вхідної величини, при цьому $v_i = n_i - 1$ — для обчислення невизначеності за типом А;

$v_i = \infty$ — для обчислення невизначеності за типом В.

Значення $v_{\text{еф}}$, отримане із формули, не завжди є цілим числом, тому значення $k = t_p(v_{\text{еф}})$ можна знайти шляхом інтерполяції або зменшення $v_{\text{еф}}$ до найближчого цілого значення.

Записують результат вимірювання у виді інтервалу $Y = y \pm U$.

ОЦІНЮВАННЯ ХАРАКТЕРИСТИК ПОХИБОК ТА ОБЧИСЛЕННЯ НЕВИЗНАЧЕНОСТІ ВИМІРЮВАНЬ ГРАНИЦІ МІЦНОСТІ σ_B ПІД ЧАС ВИПРОБУВАНЬ ЗРАЗКІВ НА РОЗТЯГ

Рівняння вимірювання, залежно від форми випробовуваних зразків, має такий вид:

$$\sigma_B = \frac{P}{F} = \frac{4P}{\pi s^2}, \text{ або } \sigma_B = \frac{P}{a \cdot b},$$

де вхідні величини: P — найбільше навантаження безпосередньо перед руйнуванням зразка; F — площа поперечного перерізу зразка до випробування; s — діаметр робочої частини зразка; a — товщина зразка; b — ширина зразка.

Окрім значень цих величин для подальших розрахунків необхідно мати таку інформацію:

- ♦ границі допустимих похибок, наведених у свідоцтвах про перевірку (калібрування), паспортах, інших експлуатаційних документах на ЗВТ;
- ♦ статистичні дані (якщо вони є) попередніх випробувань матеріалів у цій лабораторії, які можна використати для оцінювання характеру розподілу розсіювання результатів вимірювань.

Оцінкою вимірювання границі міцності σ_B є середнє арифметичне $\bar{\sigma}_B$.

Невизначеність вимірювання границі міцності σ_B формується із невизначеностей вимірювання:

- * під впливом зовнішніх випадкових факторів (за рахунок неоднорідності зразків);
- * величини руйнівного навантаження: похибки розривної машини, неточності зчитування оператором показань з кругової шкали;
- * площі поперечного перерізу зразків: похибок вимірювальних приладів: мікрометра, штангенцир-

куля, лінійки, — неточності зчитування показань ЗВТ.

Стандартну невизначеність вимірювання під впливом зовнішніх випадкових факторів (за рахунок неоднорідності зразків) обчислюють за типом А шляхом статистичного опрацювання результату багаторазових вимірювань σ_B у виді його стандартного квадратичного відхилення середнього значення (СКВ) за (2):

$$u_A = \sqrt{\sum_{i=1}^n (\sigma_{Bi} - \bar{\sigma}_B)^2 / n \cdot (n-1)}.$$

Якщо $n < 10$, для компенсації зміщення оцінки стандартного відхилення рекомендують до формули уводити поправковий коефіцієнт $t_p(v)/k_p$ — відношення коефіцієнта Стюдента t_p для числа ступенів свободи $(v-1)$ і рівня довіри p до покривного коефіцієнта k_p для нормального закону розподілу і такого самого рівня довіри. Його значення для рівня довіри $p = 0,95$ наведено у [3].

Оцінюють стандартну невизначеність вимірювання величини руйнівного навантаження $u(P)$ за типом В. Визначають границі допустимої похибки розривної машини θ_m під час вимірювання навантаження P . Як правило, у свідоцтві про перевірку випробувальної машини зазначено інструментальну похибку у випадку визначення величини навантаження. Наприклад, випробувальна машина має відносну похибку визначення величини навантаження $\pm 1\%$, тоді границі допустимої абсолютної похибки випробувальної машини $\theta_m = \pm 0,01 \bar{P}$. Оскільки вид закону розподілу в середині інтервалу є невідомий, вибирають рівномірний закон розподілу зі симетричними границями. Тоді стандартна невизначеність за рахунок інструментальної похибки випробувальної машини за (4):

$$u_m(P) = \frac{0,01 \bar{P}}{\sqrt{3}} H.$$

Визначають границі допустимої похибки під час зчитування оператором показань аналогових приладів (з кругової шкали) $\theta_{\text{шк}}$. Залежно від індивідуальних особливостей оператора похибка під час зчитування показань аналогових приладів може досягати 0,5 поділки шкали. Якщо ціна однієї поділки g , границя допустимої похибки під час зчитування показань величини навантаження P складатиме $\theta_{\text{шк}} = 0,5 g$. Тоді стандартна невизначеність за рахунок похибки оператора:

$$u_{\text{шк}}(P) = \frac{0,5g}{\sqrt{3}} H.$$

Отже, сумарна стандартна невизначеність вимірювання величини руйнівного навантаження $u_c(P)$ визначається за (6):

$$u_c(P) = \sqrt{u_m^2 + u_{\text{шк}}^2} H.$$

Стандартну невизначеність під час вимірювання ширини зразка b оцінюють за типом В. Припустимо, якщо ширина зразка вимірюється за допомогою штангенциркуля ШЦ-II, то джерелом невизначеності є похибка штангенциркуля. Границі допустимої похибки за паспортом не перевищують $\pm 0,05$ мм. Закон розподілу всередині інтервалу також вибирають рівномірний з симетричними границями. Отже, за (4)

$$u(b) = 0,05/\sqrt{3} \text{ мм.}$$

Стандартну невизначеність вимірювання $u(a)$ товщини зразка оцінюють за типом В.

Припустимо, що ширина зразка вимірювалася мікрометром з ціною поділки 0,01 мм та границею допустимої похибки $\pm 0,004$ мм. Складовими невизначеності $u(a)$ є похибка мікрометра та неточність зчитування показань мікрометра.

Невизначеність через похибки мікрометра

$$u_1(a) = 0,004/\sqrt{3} \text{ мм.}$$

Неточність зчитування показань мікрометра не перевищує половини ціни поділки мікрометра, тобто $\leq 0,005$ мм. Тоді стандартна невизначеність, обумовлена неточністю зчитування показань,

$$u_2(a) = 0,005/\sqrt{3} \text{ мм.}$$

Отже, стандартна невизначеність вимірювання товщини зразка за (6):

$$u(a) = \sqrt{u_1^2(a) + u_2^2(a)} \text{ мм.}$$

Сумарна стандартна невизначеність за типом В розраховується за (5):

$$u_{cB}(\sigma_B) = \sqrt{\left(\frac{\partial \sigma_B}{\partial P}\right)^2 \cdot u_c^2(P) + \left(\frac{\partial \sigma_B}{\partial a}\right)^2 \cdot u^2(a) + \left(\frac{\partial \sigma_B}{\partial b}\right)^2 \cdot u^2(b)}.$$

Коефіцієнти впливу розраховуються як частинні похідні від функції σ_B за змінними вхідними величинами P , a і b :

$$\partial \sigma_B / \partial P = 1/a \cdot b; \partial \sigma_B / \partial a = -P/a^2 \cdot b; \partial \sigma_B / \partial b = -P/b^2 \cdot a.$$

Сумарна стандартна невизначеність вимірювання границі міцності визначається, як

$$u_c(\sigma_B) = \sqrt{u_A^2 + u_{cB}^2}.$$

Ефективне число ступенів свободи обчислюється за (9):

$$v_{\text{эф.}} = (n-1) \cdot \frac{u_c^4(\sigma_B)}{u_A^4(\sigma_B)},$$

де n — число вимірювань величини σ_B .

Якщо всі невизначеності вхідних величин обчислені лише за типом В, то $v_{\text{эф.}} = \infty$.

Розширена невизначеність визначається на основі розподілу Стюдента для ефективного числа ступенів свободи $v_{\text{эф.}}$, покривного коефіцієнта k і визначає інтервал з рівнем довіри 95% (8):

$$U = k \cdot u_c(\sigma_B) = t_p(v_{\text{эф.}}) \cdot u_c(\sigma_B) = X.$$

Результат вимірювання записується в такому виді: ефективне число ступенів свободи $v_{\text{эф.}}$; рівень довіри

$p = 0,95$; покривний коефіцієнт k ; розширена невизначеність $U_{0,95} = X$; границя міцності $\sigma_B = (\overline{\sigma_B} \pm X) \text{ Н/мм}^2$.

ОЦІНЮВАННЯ ХАРАКТЕРИСТИК ПОХИБОК ТА ОБЧИСЛЕННЯ НЕВИЗНАЧЕНОСТІ ВИМІРЮВАНЬ ВІДНОСНОГО ВИДОВЖЕННЯ δ ПІСЛЯ РОЗРИВУ ЗРАЗКІВ

Рівняння вимірювання відносного видовження коротких та довгих зразків записуємо за таких позначень:

$$\delta = \frac{l_k - l_0}{l_0} 100 \%,$$

де l_0 , l_k — початкова та кінцева розрахункові довжини зразка до та після випробування відповідно.

Припускаємо, що початкова розрахункова довжина позначена двома крайніми мітками, відстань між ними до та після розриву зразків вимірювалася штангенциркулем, зруйновані частини зразків щільно складали без зазору, їх осі утворювали пряму лінію. Оскільки і початкова, і кінцева розрахункові довжини вимірюються за одними мітками, а також за допомогою одних ЗВТ (штангенциркулем, лінійкою тощо), вхідні величини l_0 , l_k можна уважати корельованими. Але вони не визначаються на одному і тому ж самому зразку (l_0 — на цілому зразку, а l_k — на двох деформованих половинках зразка), вимірювання їх проводять за різних експериментів у різний час. Тому уважатимемо кореляцію несуттєвою.

Оціненням вимірювання відносного видовження δ є середнє арифметичне $\bar{\delta}$.

Оскільки початкова розрахункова довжина розраховується за формулами $l_0 = 5,65\sqrt{F_0}$ або $l_0 = 11,3\sqrt{F_0}$, неточність розрахунку площі зразків F_0 даватиме внесок до невизначеності вимірювання l_0 ; але за вимогами ГОСТ 1497-84 отримане значення l_0 округлюється у більшу сторону до числа, кратного 5 або 10 відповідно до типу зразка, що нівелює цю неточність. Отже, розраховане за формулами і округлене значення l_0 є відправним для нанесення міток на зразках і подальших розрахунків.

Невизначеність вимірювання відносного видовження δ формується із невизначеностей вимірювання:

- ♦ під впливом зовнішніх випадкових факторів;
- ♦ за рахунок неточного нанесення міток на зразках;
- ♦ початкової та кінцевої розрахункової довжини зразків.

Стандартну невизначеність вимірювання під впливом зовнішніх випадкових факторів (за рахунок неоднорідності зразків) обчислюють за типом А шляхом статистичного опрацювання результатів

багаторазових вимірень δ за (2):

$$u_A = \sqrt{\sum_{i=1}^n (\delta_i - \bar{\delta}_B)^2 / n \cdot (n-1)}.$$

Для визначення стандартної невизначеності вхідних величин за типом В початкову розрахункову довжину зразка l_0 обмежують на робочій довжині зразка мітками та вимірюють з максимальною похибкою до 1%. Тоді границі допустимої похибки нанесення міток на зразку в абсолютних одиницях $\theta_M = 0,01 \cdot l_0$.

Оскільки вид закону розподілу всередині інтервалу є невідомий, вибираємо рівномірний зі симетричними границями. Тоді стандартна невизначеність за рахунок похибки неточного нанесення:

$$u_1(l_0) = 0,01 l_0 / \sqrt{3} \text{ мм.}$$

Оцінимо стандартну невизначеність вимірювання відстані між мітками. Припустимо, що l_0 зразка вимірюється за допомогою штангенциркуля ШЦ-ІІ, тоді джерелом невизначеності є похибка штангенциркуля. Границі допустимої похибки за паспортом не перевищують $\pm 0,05$ мм. Закон розподілу всередині інтервалу вибираємо рівномірний із симетричними границями. Маємо:

$$u_2(l_0) = 0,05 / \sqrt{3} \text{ мм.}$$

Отже, стандартна невизначеність вимірювання початкової розрахункової довжини зразків за (6):

$$u(l_0) = \sqrt{u_1^2(l_0) + u_2^2(l_0)} \text{ мм.}$$

Оскільки кінцева розрахункова довжина зразків l_k вимірюється також за допомогою штангенциркуля ШЦ-ІІ, джерелом невизначеності є похибка штангенциркуля. Стандартна невизначеність вимірювання:

$$u(l_k) = 0,05 / \sqrt{3} \text{ мм.}$$

Сумарна стандартна невизначеність вимірювань за типом В розраховується за (5):

$$u_{cB}(\delta) = \sqrt{(\partial\delta/\partial l_0)^2 \cdot u^2(l_0) + (\partial\delta/\partial l_k)^2 \cdot u^2(l_k)}.$$

Коефіцієнти впливу розраховуються як частинні похідні від функції δ за змінними вхідними величинами l_0, l_k :

$$\partial\delta/\partial l_0 = 100 l_k / l_0^2; \partial\delta/\partial l_k = -100/l_0.$$

Сумарна стандартна невизначеність вимірювання відносного видовження δ

$$u_c(\delta) = \sqrt{u_A^2 + u_B^2}.$$

Ефективне число ступенів свободи за (9):

$$v_{\text{эф.}} = (n-1) \cdot (u_c^4(\delta) / u_A^4(\delta)),$$

де n — число вимірювань величини δ .

Якщо всі вхідні величини обчислені лише за типом В, то $v_{\text{эф.}} = \infty$.

Розширена невизначеність за (7), (8):

$$U = k \cdot u_c(\delta) = t_p(v_{\text{эф.}}) \cdot u_c(\delta) = X.$$

Результат вимірювання записується в такому виді: ефективне число ступенів свободи $v_{\text{эф.}}$; рівень довіри $p = 0,95$; покривний коефіцієнт k ; розшире-

на невизначеність $U_{0,95} = X$; відносне видовження $\delta = (\bar{\delta} \pm X) \%$.

ПРИКЛАД ПРАКТИЧНОГО ОЦІНЮВАННЯ

характеристик похибок та обчислення невизначеності вимірювань границі міцності σ_B під час випробування зразків на розтяг у випробувальному центрі «УкрНДІМет»

Рівняння вимірювання границі міцності:

$$\sigma_B = \frac{P_{\text{max}}}{F} = \frac{4P_{\text{max}}}{\pi s^2},$$

де P_{max} — найбільше навантаження безпосередньо перед руйнуванням зразка, кгс; F — площа поперечного перерізу зразка до випробування, мм²; s — діаметр робочої частини зразка, мм.

Оцінкою вимірювання границі міцності σ_B є середнє арифметичне $\bar{\sigma}_B$.

Випробування на розтяг проводилися на одинадцяти циліндричних зразках із сталі марки 08 на універсальній машині ZD-10 (діапазон навантаження від 0 тс до 2 тс, ціна однієї поділки 10 кгс), яка відповідає класу IV. Результати вимірень наведено у таблиці.

n	s , мм	F , мм ²	P_{max} , кгс	σ_B , кгс/мм ²	$\bar{\sigma}_B$, кгс/мм ²	$\sigma_{B1} - \bar{\sigma}_B$	$(\sigma_{B1} - \bar{\sigma}_B)^2$
1	5,98	28,09	960	34,16	34,95	0,79	0,624
2	6,03	28,56	1010	35,36		0,41	0,168
3	6,02	28,46	1020	35,81		0,86	0,740
4	6,02	28,46	1010	35,49		0,54	0,292
5	6,04	28,65	980	34,21		0,74	0,548
6	5,98	28,09	970	34,53		0,42	0,176
7	5,99	28,18	990	35,13		0,18	0,032
8	5,98	28,09	990	35,22		0,27	0,073
9	5,97	27,99	970	34,66		0,29	0,084
10	6,05	28,75	1020	34,49		0,46	0,212
11	6,02	28,46	1010	35,44		0,49	0,240

Невизначеність вимірювання границі міцності σ_B формується під впливом невизначеностей вимірювань:

✓ під впливом зовнішніх випадкових факторів (за рахунок неоднорідності зразків);

✓ величини руйнівного навантаження: похибки розривної машини, неточності зчитування оператором показань з кругової шкали;

✓ площі поперечного перерізу зразків.

Статистичний аналіз попередніх багаторазових результатів вимірень аналогічних матеріалів, які проводилися у випробувальному центрі, дає підставу для припущення нормального закону розподілу значень границі міцності σ_B .

Стандартна невизначеність вимірювань за ти-

ном A , обумовлена джерелами невизначеності, що мають випадковий характер, визначається за (2):

$$u_A = \sqrt{\sum_{i=1}^n (\sigma_{bi} - \overline{\sigma_{bi}})^2 / n \cdot (n-1)} = 0,17 \text{ (кгс/мм}^2\text{)}.$$

Закон розподілу величин усередині границь уважаємо рівномірним і симетричним.

Визначаємо границі невилучених систематичних похибок за умов:

➤ відповідно до свідоцтва про перевірку випробувальна машина ZD-10 забезпечує визначення величини навантаження P_{\max} з відносною похибкою $\pm 1,0\%$ від вимірюваного навантаження. Границі розподілу, усередині яких міститься значення величини навантаження за $P_{\max} \approx 990$ кгс, такі: $\theta_{PI} = \pm 9,9$ кгс;

➤ похибка під час зчитування оператором показань аналогових приладів досягає 0,5 поділки кругової шкали. За ціни однієї поділки 10 кгс границя невилученої систематичної похибки під час зчитування показань величини навантаження P_{\max} складатиме $\theta_{P2} = \pm 5,0$ кгс;

➤ границя невилученої систематичної похибки мікрометра МК під час визначення діаметра зразків становить $\theta_{s1} = \pm 0,004$ мм;

➤ похибка зчитування показань мікрометра не перевищує половини ціни поділки мікрометра, тобто 0,05 мм, тоді границя допустимої похибки за рахунок неточності зчитування показань мікрометра становить $\theta_{s2} = \pm 0,005$ мм.

Обчислюємо *стандартні невизначеності вимірювань за типом B*:

- ♦ обумовлену похибкою випробувальної машини:

$$u_{P1} = \theta_{P1} / \sqrt{3} = 5,72 \text{ кгс};$$

- ♦ за рахунок похибки під час зчитування показань величини навантаження P_{\max} :

$$u_{P2} = \theta_{P2} / \sqrt{3} = 2,89 \text{ кгс};$$

- ♦ вимірювання величини навантаження P_{\max} :

$$u(P) = \sqrt{u_{P1}^2 + u_{P2}^2} = 6,41 \text{ кгс}.$$

- ◇ за рахунок похибки мікрометра:

$$u_{s1} = \theta_{s1} / \sqrt{3} = 0,0023 \text{ мм};$$

- ◇ обумовлену неточним зчитуванням оператором показань мікрометра:

$$u_{s2} = \theta_{s2} / \sqrt{3} = 0,0029 \text{ мм};$$

- ◇ діаметра зразків:

$$u(s) = \sqrt{u_{s1}^2 + u_{s2}^2} = 0,0037 \text{ мм}.$$

Розраховуємо *коефіцієнти впливу*:

$$d\sigma_b/dP = 4/s^2 \pi = 0,035,$$

$$d\sigma_b/ds = -4P/s^3 \pi = 5,84.$$

Отже, *сумарна стандартна невизначеність вимірювань за типом B*:

$$u_{CB} = \sqrt{(d\sigma_b/dP)^2 \cdot u(P)^2 + (d\sigma_b/ds)^2 \cdot u(s)^2} = 0,225.$$

Визначаємо *сумарну стандартну невизначеність*

вимірювання границі міцності σ_b

$$u_c(\sigma_b) = \sqrt{u_A^2 + u_{CB}^2} = 0,225.$$

Обчислюємо *ефективне число ступенів свободи*:

$$\nu_{\text{еф.}} = (n-1) \cdot u_c^4(\sigma_b) / u_A^4(\sigma_b) \approx 75.$$

Коефіцієнт розподілу Стюдента (покровний коефіцієнт) становить 2,0 для ефективного числа ступенів свободи $\nu_{\text{еф.}} = 75$ та рівня довіри $p = 0,95$.

Розширена невизначеність вимірювання $U = k \cdot u_c$ обчислюється на основі розподілу Стюдента для ефективного числа ступенів свободи $\nu_{\text{еф.}} = 75$, покровного коефіцієнта $k = 2,0$ і визначає інтервал з рівнем довіри 95%:


$$U_{0,95} = 2,0 \cdot u_c = 0,56 \text{ кгс/мм}^2.$$

Результат вимірювання: ефективне число ступенів свободи $\nu_{\text{еф.}} = 75$; рівень довіри 0,95; покровний коефіцієнт $k = 2,0$; розширена невизначеність $U_{0,95} = 0,56$ кгс/мм²; границя міцності: $\sigma_b = (34,95 \pm 0,56)$ кгс/мм².

Стаття може бути корисною для спеціалістів випробувальних лабораторій металургійних та машинобудівних підприємств та організацій і надасть можливість оцінювати невизначеність вимірювання механічних характеристик металів та сплавів під час випробувань на розтяг згідно з вимогами стандарту ДСТУ ISO\IEC 17025:2006.

Оскільки розрахунок невизначеностей вимірювань не є лише суто математичним процесом, а потребує детального вивчення природи вимірюваної величини і самого процесу вимірювання, автори не претендують на всю повноту і остаточність вибраних моделей побудови алгоритмів.

ЛІТЕРАТУРА

1. РМГ 43-2001 ГСИ. Применение «Руководства по выражению неопределенности измерений». Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации. — Минск.
2. Введение к «Руководству по выражению неопределенности измерения» и сопутствующим документам. Оценивание данных измерений / Пер. с англ. под науч. ред. д.т.н., проф. В.А. Слаева, д.т.н. А.Г. Чуновкиной. — СПб. «Профессионал», 2011. — 58 с. илл.
3. Захаров И.П., Кукуш В.Д. Теория неопределенности в измерениях / Учебное пособие. — Харьков: Консум, 2002. — 256 с.
4. Зайдель А.Н. Погрешности измерений физических величин. — Л.: Наука, 1985. — 112 с.
5. Новиков В.М., Коцюба А.М. Основы метрологии та метрологічна діяльність. Частина 2. Навчальний посібник. — Київ, 2001. — 210 с. 



С. Черепков, кандидат технічних наук, директор НВІ метрологічної служби України,

Л. Несвідоміна, начальник сектору НТВ загальної та законодавчої метрології,

І. Потоцький, науковий співробітник,

ДП «Укрметртестстандарт», м. Київ

Розглянуто актуальні питання створення (удосконалення) державних еталонів, забезпечення відтворення та зберігання ними одиниць вимірювань з позицій процесного підходу до управління цією діяльністю, а також значення державних еталонів для України на прикладі тих, що зберігаються у ДП «Укрметртестстандарт», з огляду на зростаючі вимоги до визнаної національної метрологічної системи.

The actual problems of creation (improvement) of state standards, assurance by them of units with process approach positions to that practice and their importance for Ukraine on example of state standards are considered with position requirements for national metrological system recognition.



С. Черепков



Л. Несвідоміна



І. Потоцький

В умовах глобалізації економік та ринку значення визнаної метрологічної системи, коли результат вимірення (і на його основі — результат випробування продукції, процесу, послуги), отриманий у країнах, визнається в усьому світі, є стратегічним завданням української економіки. Вирішення його значною мірою залежить від наявності та визнання державних еталонів, які є технічною основою державної метрологічної системи, її «метрологічної незалежності».

Державні еталони є виключно державною власністю, створюються згідно з державними науково-технічними програмами і належать до відання Міністерства економічного розвитку і торгівлі України — Центрального органу виконавчої влади у сфері метрології (ЦОВМ). Організацію та встановлення порядку створення, удосконалення, застосування державних еталонів регламентовано на найвищому, після Конституції України, законодавчому рівні — Законом України «Про метрологію та метрологічну діяльність» (Законом) [1]. Як зазначалося у Звіті [2], «практично у кожній країні є закон, який приписує уряду забезпечити створення

відповідних еталонів, що використовуються у певному Національному метрологічному інституті». Згідно із Законом:

<p><i>ЦОВМ здійснює:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • організацію створення та функціонування еталонної бази України (ст. 14 ч. 2); • розроблення або участь у розробленні державних наукових і науково-технічних програм, що стосуються забезпечення єдності вимірювань (ст. 14, ч. 2); • встановлення порядку створення, затвердження, реєстрації, зберігання та застосування, а також звірення їх з еталонами інших держав та міжнародними еталонами (ст. 14 ч. 2); • надання еталонам статусу державних еталонів у порядку, встановленому нормативним документом ЦОВМ (ст. 9, ч. 3). <p>За виконання завдань державних науково-технічних програм щодо створення й удосконалення державних еталонів, технічний рівень створених еталонів несе відповідальність ЦОВМ (ст. 9, ч. 1).</p>	<p><i>Державний науковий метрологічний центр:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • виконує наукові прикладні дослідження у сфері метрології та науково-дослідні роботи, пов'язані зі створенням, удосконаленням, зберіганням, застосуванням первинних і вторинних еталонів та створенням систем передавання розміру одиниць вимірювань у закріплених за цими центрами видах і підвидах вимірювань (ст. 15, ч. 2); • здійснює зберігання та застосування державних еталонів та звірення з еталонами інших держав і міжнародними еталонами, які проводяться у порядку, встановленому нормативним документом ЦОВМ (ст. 9, ч. 7). <p>Відповідальність за отримання правил і умов зберігання та застосування державних еталонів покладається на керівників державних наукових метрологічних центрів та вчених-зберігачів цих еталонів (ст. 9, ч. 8)</p>
---	--

Але постають питання: як забезпечується виконання цих функцій; якість робіт зі створення (удосконалення) державних еталонів та відтворення і зберігання одиниць вимірювання державними еталонами й, як наслідок, потреби економіки у єдності вимірювань?

Нові підходи в управлінні дають відповідь на них та інструмент для реалізації. Останній широко застосовують в управлінні у міжнародній практиці через упровадження Міжнародного стандарту ISO 9000:2005 [3], основу якого становить процесний підхід до управління діяльністю. Його прийнято як національний [4]. У розділі «загальні положення» («г») зазначено: «Бажаного результату досягають ефективніше, якщо діяльністю та пов'язаними з нею ресурсами управляють як процесом». На відміну від функціонального, ситуаційного чи директивного управління процесний підхід дозволяє поєднати ланцюги процесів, виключити процеси, які дублюються, уникнути довгих ланцюгів управління, розривів, регламентувати складові процесу, що забезпечує більш ефективну діяльність та подальше удосконалення¹.

¹ Процесний підхід є найважливішою ознакою досконалого управління. Використовуваний як базовий у міжнародних стандартах ISO серії 9000, він насправді не є новим. Ще у кінці 60-х років розроблено методологію структурного аналізування і проєціювання складних систем SADT. На ринку вона з'явилася у 1975 році. Пізніше цей підхід до описання процесів оформлено як Федеральний стандарт США під назвою IDEFO. Найбільший інтерес до процесів з'явився після публікацій М.Хаммера, Д.Чампі та інших. У 1988 році процесний підхід включено до моделі премії Малкольма Болдріджа, а у 1991 — до моделі досконалого бізнесу Європейської премії з якості [5].

У стандарті [6] зазначено: «Для ефективного функціонування організація повинна визначити численні взаємопов'язані види діяльності й управляти ними. Діяльність, у якій використовують ресурси і якою можна управляти для перетворення входів на виходи, може уважатися процесом. Часто вихід одного процесу безпосередньо становить вхід наступного.

Під «процесним підходом» розуміють застосування у межах організації системи процесів разом з їх визначеннями та взаємодіями й управління ними. Перевагою процесного підходу є забезпечуваний ним безперервний контроль зв'язків окремих процесів у межах системи процесів, а також їхніх сполучень та взаємодій».

Зважаючи на зазначене, та з огляду на те, що державні наукові метрологічні центри здійснюють науково-дослідні (НД) і дослідно-конструкторські роботи (ДКР) зі створення (удосконалення) державних еталонів та НД роботи із забезпечення відтворення і зберігання одиниць вимірювання державними еталонами, таку діяльність доцільно розглянути як два взаємопов'язані процеси (рисунок).

На вході процесу зі створення (удосконалення) державних еталонів (ДЕТУ) (Процесу 1) маємо:

1) вимоги:

- законодавчі: (ст. 15, 7 [1]);
- нормативні: вимоги Замовлення ЦОВМ (Замовлення), ДСТУ 3231:2007 [7] тощо, перелік яких зазначено у Замовленні;

▪ технічні: технічне завдання (ТЗ) на створення (удосконалення) ДЕТУ. ТЗ може бути у складі Замовлення;

2) метрологічну інфраструктуру, яка включає кваліфікований персонал, здатний реалізувати поставлені завдання;

3) новітні досягнення у сфері науки і техніки. Як зазначалося у [2], науково-технічні досягнення створюють уже сьогодні можливість у перевизначенні майже всіх одиниць Міжнародної системи (SI).

Замовлення, у свою чергу, можна розглядати як процес, що реалізує:

▲ потреби суспільства у забезпеченні єдності вимірювань у певному виді вимірювання (значний парк робочих еталонів та робочих ЗВТ, необхідність передавання розміру одиниці фізичної величини з наперед заданою точністю);

▲ вимоги статей 9, 14 [1]; Державної програми розвитку еталонної бази на 2011—2015 роки (Програми) [8], плану НД і ДКР на поточний рік, затвердженого ЦОВМ [9]; порядку замовлення наукових досліджень і науково-технічних розроблень у сфері стандартизації та метрології державними підприємствами, що належать до сфери управління ЦОВМ (рисунк).

Замовлення включає таку інформацію стосовно НД і ДКР:

- ◇ код, назву бюджетної програми, напрям використання бюджетних коштів;
- ◇ термін виконання;
- ◇ мету, актуальність, економічну доцільність;
- ◇ кошторисну вартість, калькуляцію кошторисної вартості;
- ◇ вимоги до виконання;
- ◇ етапи, склад робіт, термін виконання;
- ◇ вихідні дані;
- ◇ перелік нормативних документів, згідно з якими повинні бути виконані НД і ДКР, оформлені результати;
- ◇ порядок приймання результатів;
- ◇ перелік документів, що підлягають прийняттю;
- ◇ розрахунок витрат за статтями кошторису витрат;
- ◇ обґрунтування до розрахунків витрат.

Зазначена інформація є входом Процесу 1.

Виконання Процесу 1 регламентовано [7], іншими нормативними документами, перелік яких зазначають у Замовленні.

Вихід Процесу 1 — державний еталон з конструкторською документацією та комплект документів, що регламентують його подальше зберігання, застосування, дослідження:

- наказ ЦОВМ про затвердження еталона як державного;
- наказ ЦОВМ про призначення вченого-зберігача державного еталона;

➤ Правила зберігання та застосування державного еталона (додаток Г [7]);

➤ проект національного стандарту на державну повірочну схему;

➤ Методика атестації державного еталона;

➤ проект плану впровадження державного еталона та повірочної схеми (за необхідності);

➤ Відомості про еталон для внесення його до Реєстру державних, первинних та вторинних еталонів (додаток Д [7]);

➤ Паспорт державного еталона (додаток Ж [7]);

➤ Типове положення про вчених зберігачів державних еталонів (Додаток А [7]).

Виконання вимог, що були на вході Процесу 1, проходить три рівні перевіряння (зв'язок підпроцесів зазначено зеленою лінією): на рівні експертизи ННЦ «Інститут метрології», роботи міжвідомчої комісії та роботи НТК з метрології, — і регламентовано [7].

Входи і виходи Процесів 1 та 2 позначено червоними стрілками.

Вихід Процесу 1 (пунктирна червона стрілка) є входом для процесу «Забезпечення відтворення і зберігання одиниць вимірювання державними еталонами» (Процесу 2).

Вхід Процесу 2:

1) державний еталон;

2) вимоги:

✓ законодавчі (статті 9, 15 Закону);

✓ технічні (конструкторська документація державного еталона, інші документи, отримані на виході Процесу 1);

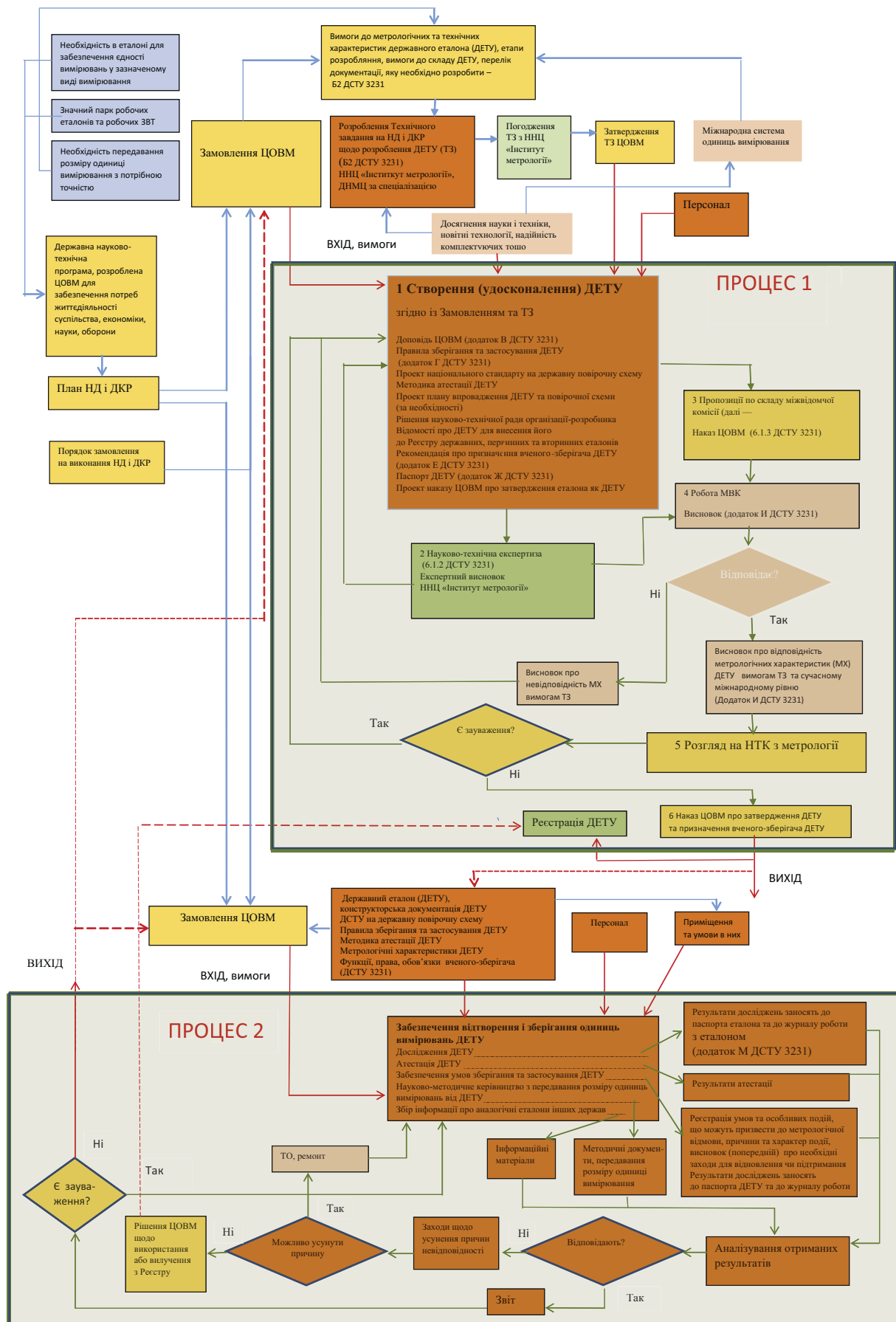
✓ нормативні (Замовлення, структура якого відповідає зазначеній до Процесу 1);

3) кваліфікований персонал;

4) приміщення та умови у них.

Виконання Процесу 2 регламентовано національними стандартами, перелік яких зазначають у Замовленні. Аналізування отриманих даних і перевірку відповідності вимогам здійснюють поетапно вчені-зберігачі державних еталонів, керівники структурних підрозділів, керівник НД і ДКР, департамент технічного регулювання ЦОВМ. За результатами перевірки відповідності приймаються рішення і дії. Вихід цього процесу (звіт разом з протоколами досліджень, інформаційними матеріалами, методичними документами з передавання розміру одиниць вимірювань тощо) може бути входом для формування Замовлення до Процесу 1 та Замовлення до Процесу 2 відповідно.

Розглянута структурна схема Процесів 1 та 2 унаочнює процесний підхід в управлінні та загальний



принцип управління якістю: «Плануй — виконуй — перевірай — дій». У функціонуванні процесів немає розривів, виконання складових процесів детально регламентовано нормативними та методичними документами з метрології (як зазначено вище, перелік цих документів наводять у Замовленні). Функції виконавців та їх відповідальність встановлено [1], [7], Замовленням. Усі ці заходи гарантують якість виконання робіт зі створення (удосконалення) державних еталонів та забезпечення відтворення і зберігання одиниць вимірювань державними еталонами.

Процесний підхід та подальше поелементне аналізування складових Процесу 1 та Процесу 2 може стати основою для подальшого удосконалення в організації та виконанні цих робіт.

Чому це важливо...

Ураховуючи значення державних еталонів у розвитку нових напрямів науки і техніки, створенні новітніх технологій, підвищенні обороноздатності країни, поліпшенні якості та конкурентоспроможності промислової та сільськогосподарської продукції, Постановою КМУ [10] державні еталони віднесено до наукових об'єктів, що становлять національне надбання.

У звіті, підготовленому Міжнародним комітетом з мір і вагів (CIPM) для урядів держав-членів Метричної конвенції [11], зазначено: «...інвестиції, щокладають уряди на створення визнаної на міжнародному рівні метрологічної інфраструктури, належать до найбільш ефективних з погляду їх окупності як такі, що приносять найбільший прибуток суспільству». Розуміючи зазначене, Урядом України затверджуються та фінансуються Державні програми розвитку еталонної бази України.

Зокрема, затверджено Постанову Кабінету Міністрів України [8], до якої включено завдання зі створення 12 та удосконалення 25 державних еталонів одиниць фізичних величин, створення 12 та удосконалення 8 вторинних еталонів.

Програму зорієнтовано на розвиток еталонної бази для метрологічного забезпечення важливих галузей економіки держави:

- ♦ охорони здоров'я;
- ♦ якості та безпеки харчових продуктів, сільськогосподарства та біотехнологій;
- ♦ інформаційних технологій та техніки зв'язку;
- ♦ енергетики;
- ♦ контролю довкілля та зміни клімату;
- ♦ транспорту.

Програму погоджено всіма зацікавленими центральними органами виконавчої влади. Загальний обсяг фінансування Програми становить 83521,0 тис. гривень, з рівномірним розподілом за роками, тобто 16704,2 тис. гривень щорічно.

Споживачами науково-технічної продукції за зазначеною Програмою є всі, без винятку, сфери економіки України, більшість міністерств і відомств, у тому числі Мінпромполітики, Міноборони, Національне космічне агентство, Національна академія наук, Міністерство охорони здоров'я.

Вартість метрологічних робіт має тенденцію до зростання, особливо на еталонному рівні. Наприклад, вартість калібрування вихідних еталонів ДП «Укрметртестстандарт», що використовуються для забезпечення єдності вимірювань радіотехнічних величин, на національних еталонах Росії зросла майже втричі і на сьогодні складає приблизно 4000 — 5000 доларів, не враховуючи транспортних витрат. Якщо навести приклади зі світової практики, то, наприклад, калібрування вихідного еталона підприємства з використанням національного еталона США складає 10000 — 30000 доларів, у Європі — до 15000 доларів, не враховуючи транспортних та митних витрат. Тобто, кожні 2 — 3 роки держава повинна витрачати не менше, ніж 500 000 доларів на калібрування своїх вихідних еталонів за кордоном. У такій ситуації все актуальнішим є афоризм Бісмарка: «Країна, яка не хоче годувати свою армію, годуватиме чужу».

Державні еталони створюються як унікальні одиничні комплекси на основі використання досягнень національної та світової науки і техніки, нових технологій, найсучасніших методів вимірювань, для функціонування яких необхідно створити спеціальну інфраструктуру (спеціальні приміщення із забезпеченням необхідних умов підтримання температури, вологості, вібрації тощо).

У ДП «Укрметртестстандарт» створено та функціонує 15 державних еталонів (перелік і метрологічні характеристики наведено на сайті ННЦ «Інститут метрології», який веде їх реєстр [12]), які є унікальними інженерними комплексами, що забезпечують потреби економіки у передаванні розміру одиниць фізичних величин згідно з державними повірочними схемами.

Наприклад, на основі найновіших наукових досягнень створено Державний еталон одиниці молярної доли компонентів у газових середовищах — еталон з метрологічними характеристиками на рівні кращих європейських зразків. Еталон дозволяє у повному обсязі вирішити питання єдності вимірювань фізико-хімічних величин і метрологічного забезпечення.

Метрологічні характеристики еталона молярної частки компонентів перебувають на рівні характеристик національних еталонів, які взагалі існують

лише у декількох провідних метрологічних інститутах світу — в Нідерландах, Великій Британії, США, Росії.

Розвиваючи напрямок фізико-хімічних вимірювань, сьогодні створено державні еталони одиниць електролітичної провідності рідин та рН. Фізико-хімічні вимірювання — одні із наймасовіших видів вимірювань (в експлуатації перебувають сотні тисяч робочих засобів вимірювальної техніки (ЗВТ) в енергетиці, хімічній, харчовій, нафтопереробній промисловості, медицині тощо), але були найменш метрологічно забезпечені, оскільки практично вся еталонна база залишилася у Росії.

На державних підприємствах, що належать до сфери управління Мінекономрозвитку України, в метрологічних службах підприємств та організацій України застосовується значна кількість ЗВТ площинного кута, у тому числі більше 500 одиниць робочих еталонів 1, 2 розрядів, яким передається розмір одиниці площинного кута від Державного первинного еталона.

Рівень розвитку еталонної бази визначає темпи науково-технічного прогресу, підвищення якості продукції та ефективності виробництва, стан довілля, обороноздатність країни, а також швидку інтеграцію її економіки до світової. Що вище метрологічний рівень еталонів, то достовірніша оцінка якості продукції та вища конкурентоспроможність на світо-

вих ринках. Мати еталони низького рівня, що за технічними показниками не відповідають потребам розвитку економіки та забезпечення обороноздатності країни, — це означає штучно стримувати розвиток економіки і забезпечувати державі задвірки світового розвитку, у тому числі й у соціальній сфері. Складність науково-дослідних робіт (про що свідчать Процеси 1, 2), вимагає від наукових метрологічних центрів та їх фахівців найвищої професійності.


ВИСНОВКИ

1. Діяльність зі створення (удосконалення) державних еталонів та забезпечення відтворення та зберігання одиниць вимірювань державними еталонами розглянуто як два взаємопов'язані процеси (Процес 1 та Процес 2 відповідно). Розроблено блок-схеми процесів.

2. Застосування процесного підходу в управлінні діяльністю зі створення (удосконалення) державних еталонів та забезпечення відтворення та зберігання одиниць вимірювань державними еталонами доцільно використовувати для забезпечення якості та подальшого удосконалення цих робіт.

3. Наведено приклади розроблених у ДП «Укрметртестстандарт» державних еталонів, як унікальних технічних засобів, та їх значення для України.

ЛІТЕРАТУРА

1. Закон України «Про метрологію та метрологічну діяльність» <http://zakon4.rada.gov.ua/laws/show/113/98-%D0%B2%D1%80>.
2. Звіт секретаря Міжнародного бюро з мір та вагів на 23 Генеральній конференції з мір та вагів <http://temperatures.ru/pdf/CIPM-report2007.pdf>.
3. ISO 9000:2005. Quality management systems — Fundamentals and vocabulary.
4. ДСТУ ISO 9000:2007. Системи управління якістю. Основні положення та словник.
5. Корольков В., Брагин В. // Стандарты и качество. — 2001. — № 9. — С. 80—82.
6. ДСТУ ISO 9001:2009. Системи управління якістю. Вимоги.
7. ДСТУ 3231:2007. Метрологія. Еталони одиниць вимірювань державні, первинні та вторинні. Основні положення, порядок розроблення, затвердження, реєстрації, зберігання та застосування.
8. Постанова КМУ від 22.12.2010 № 1165 «Про затвердження Державної програми розвитку еталонної бази на 2011—2015 роки» <http://zakon3.rada.gov.ua/laws/show/1165-2010-%D0%BF>.
9. Наказ Мінекономрозвитку України від 26.03.2013 № 307 «Про затвердження планів науково-дослідних та дослідно-конструкторських робіт Міністерства економічного розвитку і торгівлі України у сфері стандартизації та метрології на 2013 рік».
10. Постанова КМУ від 19.12.2001 № 1709 «Про затвердження переліку наукових об'єктів, що становлять національне надбання, та внесення змін до Положення, затвердженого постановою КМУ від 18.02.1997 № 174» <http://zakon4.rada.gov.ua/laws/show/1709-2001-%D0%BF>.
11. Жалдак М., Щіпка В., Несвідоміна Л., Сівер О. Наближення метрологічної системи України до вимог міжнародних організацій // Метрологія та прилади. — 2006. — № 3. — С. 15—18.
12. Реєстр державних, первинних і вторинних еталонів одиниць вимірювань. Розділ 1 «Державні еталони» <http://www.metrology.kharkov.ua/index.php?id=52>. 

УДК 681.121



В. Квасніков, доктор технічних наук, професор, завідувач кафедри інформаційних технологій Інституту інформаційно-діагностичних систем,

Т. Хаєйн, аспірантка кафедри,

Національний авіаційний університет, м. Київ

Запропоновано альтернативну концепцію підвищення швидкості й мобільності під час проведення метрологічних робіт. Обґрунтовано структуру та основні програмно-технічні компоненти дистанційного керування метрологічними роботами через мережу Інтернет. Наведено узагальнену структурну схему взаємодії координатно-вимірювальної машини з центром віддаленого контролю на базі використання мережевих технологій. Така система дозволяє виконувати імітаційне моделювання, як самого вимірювального каналу, так і процесу вимірювання у цілому з урахуванням дестабілізуючих факторів, статистичного прогнозування; проводити дистанційне керування вимірювальною головкою.

The alternative conception of the rapidity and mobility improvement by metrological operations conducting is proposed. The generalized structure and main hard and software components of the distant manipulation via Internet of metrological operations are justify. The basic functional block diagram of the interworking relationship of the network technologies is demonstrated. Such system makes possible to perform imitation modeling of the measuring channel and process in general, with due regard for destabilization factors statistical prognostic, and also to manipulate of the measuring head at distance.



В. Квасніков



Т. Хаєйн

Ефективність і достовірність процесу вимірювання на координатно-вимірювальних машинах (КВМ) залежать як від технічних і метрологічних характеристик апаратної частини КВМ [1], так і від функціональності програмного забезпечення, адекватності використовуваних методик координатних вимірювань.

Структура метрологічного забезпечення КВМ не повною мірою відповідає сучасним вимогам. Серед причин є відсутність атестованих методик проведення вимірювань на КВМ, еталонів для комплексної повірки КВМ. Процес повірки КВМ супроводжується серією складних, таких, що вимагають часових витрат, і потенційно неефективних операцій, що спричиняє похибки вимірення і некоректні інтерпретації результатів вимірення. Тому останніми роками достатньо широко застосовуються у ряді міжнародних метрологічних установ програмні комплекси для проведення моделювальних експериментів на КВМ. У [2—4] обґрунтовано необхідність використання і переваги віртуальних КВМ. Аналізування літературних джерел показало ряд недоліків існуючих віртуальних КВМ, принциповими з яких є такі:

- неможливість моделювання вимірювальних експериментів, змінних у режимі реального часу впливів дестабілізуювальних факторів. У [2, 4], наприклад, основними факторами, які впливають на точність віртуальних КВМ, зазначаються лише механічні коливання базової частини КВМ, які не ураховують теплових деформацій вимірювальної системи, значної кількості стохастичних дестабілізуювальних факторів зовнішнього середовища, оцінення яких є одним із ключових моментів у процесі розрахунку вимірювальної невизначеності [5].

- відсутність системи накопичення інформації для подальшого опрацювання і прогнозування стану метрологічних характеристик, концепції дистанційного керування метрологічною атестацією (МА) КВМ через Інтернет.

Мета роботи — обґрунтувати доцільність дистанційного проведення МА КВМ, структурні та основні програмно-технічні компоненти дистанційного керування МА КВМ через мережу Інтернет; визначити зміст і структуру програмних засобів для програмного комплексу МА КВМ у середовищі програмування LabView.

ЗАГАЛЬНА СТРУКТУРА МОДЕЛЮВАЛЬНОГО КОМПЛЕКСУ

Сформулюємо основні вимоги до моделювального комплексу МА КВМ. Цей комплекс має забезпечувати:

- генерації вибірок необхідного об'єму відповідно до заданого розподілу ймовірностей і значень його параметрів [6];
- роботу зі CAD-моделлю;
- вибір типових стратегій вимірювання і розроблення програми управління вимірювальним контролем деталі;

- управління циклом визначення координат заданого масиву вимірюваних точок, які належать поверхням деталі;

- математичне опрацювання результатів вимірення та розрахунків заданих лінійно-кутових параметрів (розмірів, відхилення від форми та розташування поверхні);

- визначення основних метрологічних характеристик [5, 6].

На етапі визначення збіжності експериментально отриманого розподілу з теоретичним число членів варіаційного ряду може змінюватися залежно від критерію оцінювання;

- візуалізацію графічної, числової і текстової інформації;

- оформлення протоколу МА КВМ;

- збереження отриманої метрологічної інформації з можливістю подальшого передавання, без втрат корисної інформації [7]. Передавання даних з підвищеними технічними характеристиками забезпечується застосуванням перетворення Гільберта, яке дозволяє збільшити інформаційну ємність каналів передавання інформації й забезпечити підвищену надійність та конфіденційність інформації [8];

- формування бази даних для проведення прогнозування і розроблення подальших рекомендацій.

Структурну схему такого комплексу дистанційної МА представлено на рис. 1.

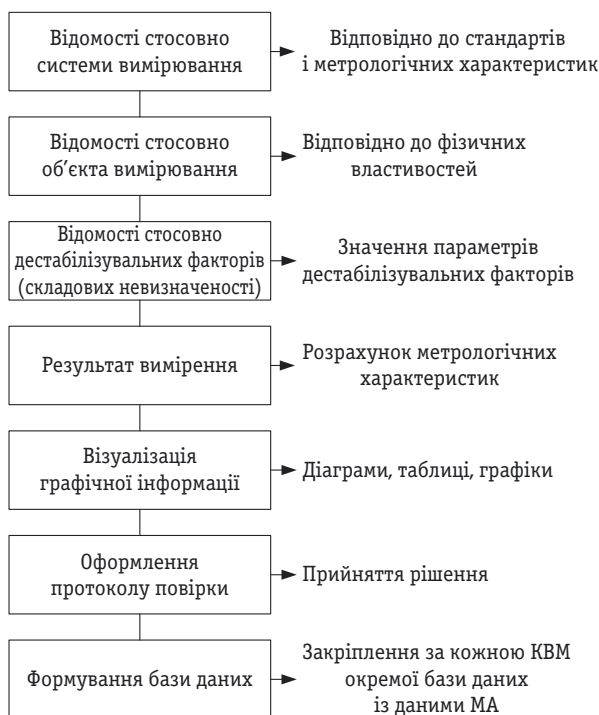


Рис. 1. Блок-схема програмного комплексу дистанційного керування МА КВМ

МОДЕЛЬ ПОХИБКИ ВИМІРЮВАЛЬНОГО КАНАЛУ КВМ

Вимірвальний канал КВМ можна описати за допомогою представленого функціоналу. Він відображає дійсне вимірвальне перетворення:

$$\tilde{y}(t) = F_a \{x(t), [\varepsilon(t)], [a]\},$$

де $x(t)$ — вимірвальна величина; $[\varepsilon(t)]$ — вектор впливних величин; $[a]$ — вектор параметрів моделі вимірального каналу.

Окрім дійсного перетворення, до моделі уведено додатковий канал з функціоналом необхідного перетворення $F_a \{ \cdot \}$, яке дозволяє шляхом зміни компонентів векторів $[a]$ і $[\varepsilon(t)]$ формувати необхідну передаткову функцію каналу.

Поліноміальну модель похибки вимірального каналу побудовано на основі нелінійної моделі каналу Гаммерштейна-Вінера [9] та відповідно до загальної моделі похибки. Включає вона два канали:

* дійсного вимірального перетворення, який описується таким функціоналом:

$$\tilde{y}(t) = F_a \{x(t), [\varepsilon(t)], [a]\};$$

* необхідного вимірального перетворення, який описується аналогічно:

$$\tilde{y}(t) = F_b \{x(t), [\varepsilon(t)], [a]\}.$$

Реалізацію нелінійної ланки представлено функціоналом:

$$\tilde{y}_1(t) = F_a \{x(t), [\varepsilon(t)], [a]\}$$

і, без урахування динаміки каналів, можна записати у загальній формі у такому виді:

$$\begin{aligned} \tilde{y}_1(t) = & a_{0,0} + \sum_{k=1}^3 a_{0,k} x^k(t) + \sum_{k=1}^3 a_{1,k} s^k(t) + \sum_{k=1}^3 a_{2,k} s_2^k(t) + \\ & + \sum_{k=1}^3 a_{3,k} x(t) s_1^k(t) + \sum_{k=1}^3 a_{4,k} x(t) s_2^k(t), \end{aligned}$$

де матриця параметрів моделі

$$[a] = \begin{bmatrix} a_{0,0} & a_{0,1} & a_{0,2} & a_{0,3} \\ 0 & a_{1,1} & a_{1,2} & a_{1,3} \\ 0 & a_{2,1} & a_{2,2} & a_{2,3} \\ 0 & a_{3,1} & a_{3,2} & a_{3,3} \\ 0 & a_{4,1} & a_{4,2} & a_{4,3} \end{bmatrix}$$

відображає такі коефіцієнти: нелінійності каналу вимірювання — $a_{0,k}$; першого каналу адитивної похибки — $a_{1,k}$; другого каналу адитивної похибки — $a_{2,k}$; першого каналу мультиплікативної похибки — $a_{3,k}$; другого каналу мультиплікативної похибки — $a_{4,k}$, де $(k = \overline{1,3})$.

Аналогічно реалізується і функція додаткового каналу

$$\tilde{y}_1(t) = F_b \{x(t), [\varepsilon(t)], [a]\}.$$

Дослідженню підлягають весь вимірвальний канал і давачі.

Окрім стандартних вимог до системи, необхідно забезпечити взаємодію її підсистем, яка встановлю-

ється умовами узгодженості, що задаються у формі відношень вихідних змінних:

$$\varphi_y(y) = 0, \quad (1)$$

де φ_y — гладка вектор-функція розмірності $(m-\mu)$, і обумовлює необхідність погодження керувальних впливів u_i .

У просторі R^m рівняння (1) визначає деякий геометричний об'єкт — μ -мірний цільовий підбагатовид S_y . Узагальнений μ -мірний вектор вихідних змінних y_i визначається виразом

$$\bar{y} = \partial \psi_y(y),$$

де ψ_y — гладка вектор-функція розмірності μ .

Основою процедури синтезу закону керування є використання нелінійного перетворення змінних станів, представлене функцією

$$e = \varphi(x),$$

де e — вектор відносно руху, яке характеризує відхилення від поверхні S , якщо для $x \in S$ матриця Якобі

$\Phi(x) = \begin{bmatrix} \partial \psi / \partial x \\ \partial \varphi / \partial x \end{bmatrix}$ оборотна, тобто виконується умова регулярності перетворення $\det \Phi \neq 0$.

Використовуючи зазначене перетворення, можна отримати описання системи у виді взаємопов'язаних моделей поздовжніх і відносних рухів

$$\dot{s} = f_s(s, e) + G_s(s, e)u, \quad (2)$$

$$\dot{e} = f_e(s, e)e + G_e(s, e)u. \quad (3)$$

Матриця керувальних впливів має вид

$$u = L_s(x)u_s + L_e(x)u_e,$$

де u_s — вектор поздовжніх пересувань, а u_e — вектор відносних керувань.

Тоді загальний розв'язок задачі (2), (3) можна представити у виді

$$u_e = u_e(s) + K(s)e,$$

де $K(s)$ — матриця нестационарних зворотних зв'язків за відносним рухом.

ПОБУДОВА САД МОДЕЛІ ПОВЕРХНІ ДОВІЛЬНОЇ ФОРМИ

Характеристики поверхні довільної форми, використані для САД моделі, базуються на застосуванні неоднорідних раціональних В-сплайнів, запропонованих у [10]. Ці сплайни є невід'ємною частиною стандартних пакетів програм для комп'ютерної графіки. Вимірвальна поверхня визначається за допомогою $(n+1) \cdot (m+1)$ контрольних точок $P_{i,j}$, зі степенями (p, q) , означена в параметричному просторі (u, v) , задається рівнянням:

$$S(u, v) = \frac{\sum_{i=0}^n \sum_{j=0}^m N_{i,p}(u) N_{j,q}(v) w_{i,j} P_{i,j}}{\sum_{i=0}^n \sum_{j=0}^m N_{i,p}(u) N_{j,q}(v) w_{i,j}}, \quad u, v \in [0, 1],$$

де множина $\{P_{i,j}\}$ — контрольні точки, які формують

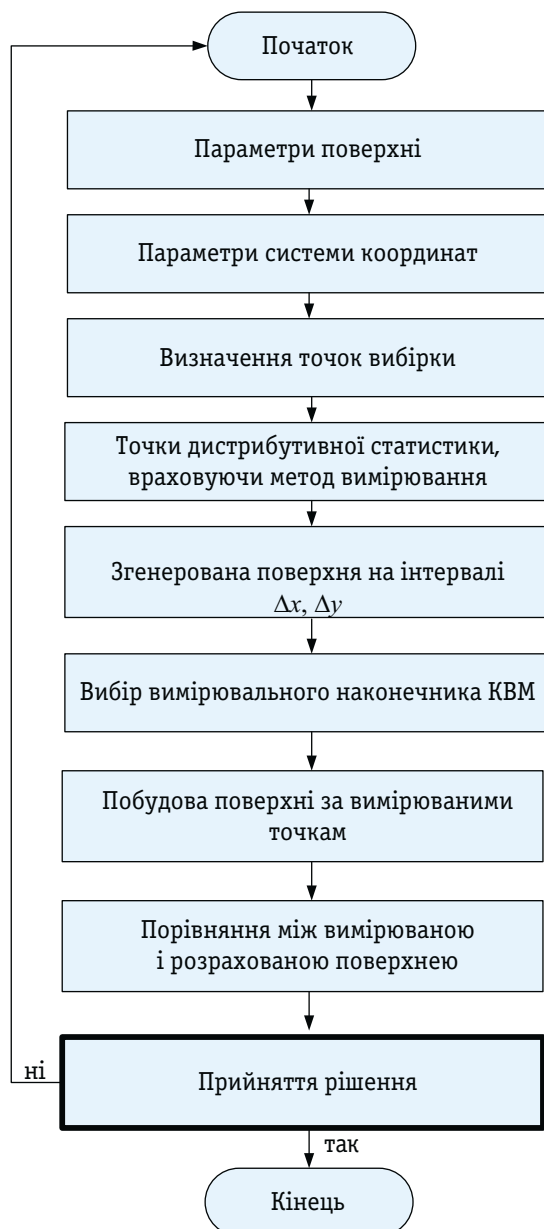


Рис. 2. Блок-схема алгоритму побудови комп'ютерної моделі вимірювальної поверхні деталі

двонаправлену сітку точок; $\{w_{i,j}\}$ — вагові функції; $\{N_{i,p}(u)\}$ і $\{N_{j,q}(v)\}$ — нерациональні В-сплайнові базисні функції, визначені у векторах U і V відповідно. Значення $N_{i,p}(u)$ можна оцінити за допомогою рекурсивних співвідношень

$$N_{i,p}(u) = \frac{u - u_i}{u_{i+p} - u_i} N_{i,p-1}(u) + \frac{u_{i+p+1} - u}{u_{i+p+1} - u_{i+1}} N_{i+1,p-1}(u),$$

$$\text{де } N_{i,0}(u) = \begin{cases} 1, & u_i \leq u \leq u_{i+1} \\ 0, & \text{інше} \end{cases}.$$

Наведене вище рівняння можна використати для обчислення $N_{j,q}(v)$ відповідною заміною змінних. Узагальнений алгоритм для побудови вимірювальної просторової поверхні представлено на рис. 2

Побудовану поверхню представлено у декартовому просторі з підібраними інтервалами Δx і Δy за осями x і y . Значення відповідних параметрів u і v обчислені для будь-якої точки простору.

ДИСТАНЦІЙНЕ КЕРУВАННЯ МА КВМ

Віддалене керування МА дозволяє зменшити витрати на транспортування еталонного засобу вимірювання, мінімізуючи необхідність переміщення людей з місця на місце з метою збору даних. Робота такого комплексу забезпечується за допомогою спеціальних програм, які базуються на використанні методів штучного інтелекту, які дозволяють опрацювати значний обсяг вимірювальної інформації з використанням мережі Інтернет. Структурну схему зв'язку комплексу дистанційного керування метрологічною атестацією КВМ представлено на рис. 3.

Структурні модулі програмного блока системи дистанційного моніторингу:

- ♦ програмний — передавання даних від досліджуваного КВМ до комп'ютера технічної діагностики;
- ♦ програмний — стиснення отриманих даних;
- ♦ програмний — автоматичного розпакування архівів параметрів;
- ♦ передавання даних до системи управління базами даних, які доцільно будувати на базі технології SAP, доцільність якої описано в [11];
- ♦ обміну даними;
- ♦ підключення у реальному часі через Інтернет для дистанційного доступу.

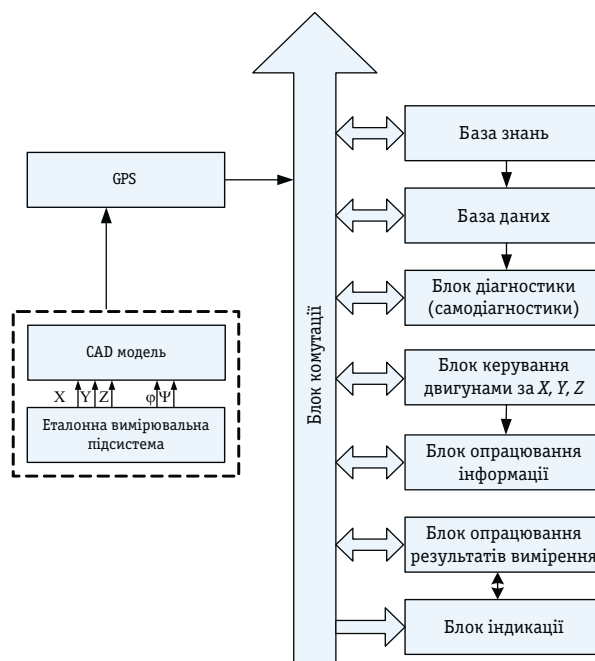


Рис. 3. Структурна схема зв'язку комплексу дистанційного керування МА КВМ

Підсистеми, що входять до програмного комплексу МА КВМ:

▲ *комутації та зв'язку* — слугує для безпосереднього підключення системи до об'єкта контролю. Реалізується за допомогою височастотного радіоканалу або ж за використання провідних і кабельних ліній. До її складу входять пристрої комутації еталонних сигналів;

▲ *узгоджувальних перетворювачів* — складається із перетворювачів уніфікованих сигналів у код АЦП і зворотних перетворювачів ЦАП;

▲ *операційна* — є спеціалізованим ПК;

▲ *уведення — виведення* — включає пристрої, які забезпечують зв'язок оператора з системою, реєстрації інформації, зовнішні — запам'ятовування, а також засоби підготовки і введення програм, наприклад, керування ПК.

Відповідно до структурної схеми зв'язку об'єкта МА з використанням мережі Інтернет, до складу комплексу програмно-технічних засобів включено обладнання:

➤ комунікаційний модуль, призначений для прийняття і передавання інформації від системи автоматичного управління до модуля приймання та опрацювання даних системи технічної діагностики;

➤ комп'ютер;

➤ доступу до Інтернету з постійною IP-адресою. У цьому випадку можливе використання як високошвидкісних з'єднань, так і безпроводних технологій;

➤ робоча станція діагностування;

➤ комутатор, призначений для побудови мережі передавання даних від сервера до робочих комп'ютерів.

Оператор-метролог має можливість через Інтернет виконувати операції:

➤ підключення в онлайн режимі до системи дистанційного керування;

➤ перегляду отриманих результатів у архівах, як локально, так і відділено;

➤ проведення контролю на проміжній стадії;

➤ актуалізації даних через певні проміжні часи;

➤ одночасного порівняння з іншими метрологічними установками.

Отримані дані метрологічної атестації з кожного етапу приймаються у заархівованому виді до віддаленого комп'ютера, після якого відбувається їх розархівування, опрацювання і занесення до бази даних відповідно до критерію класифікації КВМ.

ПРОГРАМНА РЕАЛІЗАЦІЯ

Обґрунтовану структуру програмних засобів моделювального комплексу аналізування результатів вимірення під час МА на КВМ реалізовано у середовищі графічного програмування LabView. Фрагмент інтерфейсу користувача розробленого комплексу і вихідного коду комп'ютерної програми представлені на рис. 4 і 5 відповідно.

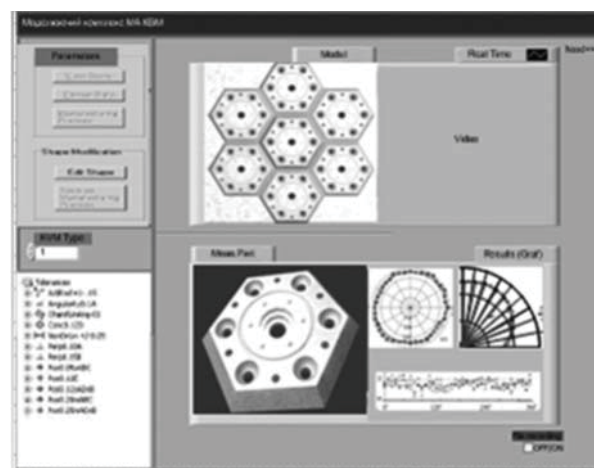


Рис. 4. Фрагмент інтерфейсу користувача розробленого комплексу

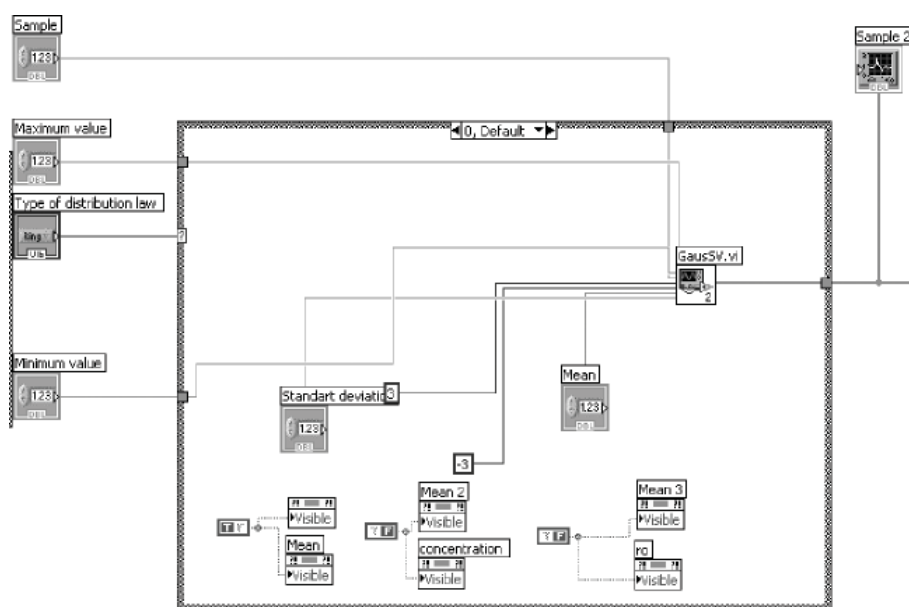


Рис. 5. Фрагмент вихідного коду розробленої комп'ютерної програми у середовищі LabView

Програмний комплекс дозволяє створювати бібліотеки стандартних програм опрацювання лінійно-кутових вимірювань, дає можливість розроблення та випробовування нових алгоритмів вимірювання на КВМ і опрацювання лінійно-кутових величин, виконання імітаційного моделювання як самого вимірювального каналу, так і процесу вимірювання в цілому з урахуванням дестабілізуючих факторів, статистичного прогнозування. Інтерфейс користувача дає можливість інтерактивного керування параметрами програмного комплексу.

ПЕРСПЕКТИВИ ПОДАЛЬШИХ ПОШУКІВ

Результати вимірень, отримані після перетворення і опрацювання, можуть суттєво залежати як і від використовуваних алгоритмів, так і від технічних засобів, які їх реалізують. У цьому випадку складові похибки, обумовлені видом алгоритму, необхідно розглядати як методичні, а обумовлені технічними засобами — як інструментальні. Для забезпечення єдності вимірювань необхідно нормувати зазначені види похибок. При цьому мають ставитися і вирішуватися завдання МА, повірки і контролю деталі в цілому.

ВИСНОВКИ

Розглянуто питання побудови ефективної процедури і оптимальної структури комплексу МА КВМ. Запропоновано альтернативну концепцію підвищення швидкості і мобільності у процесі проведення метрологічних робіт. Результати МА представлено у виді таблиці, в якій наведено вирази для основних показників алгоритму за типових моделей даних. Така таблиця, з відповідними поясненнями, оформлюється як свідоцтво про атестацію. Обґрунтовано структуру і основні програмно-технічні компоненти дистанційного керування метрологічними роботами. Наведено загальнену структурну схему взаємодії КВМ з центром віддаленого контролю на базі використання мережевих технологій.

Запропонований комплекс дозволяє виконувати імітаційне моделювання, як самого вимірювального каналу, так і процесу вимірювання в цілому з урахуванням дестабілізуючих факторів, статистичного прогнозування; проводити дистанційне керування МА КВМ.

ЛІТЕРАТУРА

1. Координатно-измерительные машины и их применение / [Гапшис В.-А., Каспарайтис А. Ю., Модестов М. Б. и др.]. — М.: Машиностроение, 1988. — 328 с.
2. Śladek J. Virtual coordinate measuring machine built using lasertracer system and spherical standard / J. Śladek, A. Gąska, M. Olszewska, R. Kupiec, M. Krawczyk // *Metrology and Measurement Systems*. — 2013. — № 1. — Vol. XX. — С. 77—86.
3. Baldwin J. M. Application of Simulation Software to Coordinate Measurement Uncertainty Evaluations / J. M. Baldwin, K. D. Summerhays, D. A. Campbell, R. P. Henke // *Measure*. — 2007. — № 2(4). — С. 40—52.
4. Phillips S. D. The Validation of CMM Task Specific Measurement Uncertainty Software / S. D. Phillips, B. Borchardt, A. J. Abackerli, C. Shakarji, D. Sawyer // *Proceedings of the American Society for Precision Engineering Summer Topical Meeting on Coordinate Measuring Machines* (Charlotte, North Carolina, June 25 — 26, 2003): paper. — Charlotte, USA.: ASPE, 2003. — P. 1—6.
5. Пирог Т. М. Аналіз розрахунку невизначеності вимірювального результату на координатно-вимірювальних машинах / Т. М. Пирог // *Вісник Інженерної академії України*. — 2012. — № 2. — С. 253 — 255.
6. Пирог Т. М. Виртуальный прибор «Генератор случайных углов» для статистических экспериментов со случайными углами в системе LABVIEW Труды международной конференции «Образовательные, научные и инженерные приложения в среде LabVIEW и технологии National Instruments — 2008». — М., 2008. — С. 161—166.
7. Пирог Т. М. Визначення кількісної міри випадковості при метрологічній атестації КВМ / Т. М. Пирог // *Авиационно-космическая техника и технология*. — Х.: ХАИ, 2011. — №8 (85). — С. 197—200.
8. Гопієнко А. Застосування перетворення Гільберта в системах передачі інформації / А. Гопієнко, І. Борошенко, Т. Пирог // «Авіа-2007» VII міжнар. наук.-техн. конф. (Київ, 25—27 квітня 2007 року): Тези доп. — К.: НАУ, 2007. — Том 1. — С. 11.41—11.44.
9. Кузнецов Б. Ф. Стохастические модели и методы анализа информационно-измерительных систем АСУ ТП. / Кузнецов Б. Ф. — Ангарск: Ангарская государственная техническая академия, 2007. — 180 с.
10. Piegls L. The NURBS Book / L. Piegls, W. Tiller. — Berlin: Springer-Verlag, 1997. — 641 p.
11. Haein G. A Collaborative method as a key for an automated technical configuration / G. Haein // *Integrated intellectual robotechnical complexes*. — К.: NAU, 2012. — P. 53—54. ■



УДК 539.213.2

В. Ковальчук, доктор фізико-математичних наук, професор, директор коледжу комп'ютерних технологій, Одеський екологічний університет,
О. Маслій, кандидат педагогічних наук, заступник начальника,
О. Афанасьєва, старший викладач,
Військова академія, м. Одеса

Розглянуто можливість управління властивостями аморфних матеріалів за рахунок їх модифікування нанокластерами.

The management material's property by nanoclusters using fittings is considered.

Керування властивостями наноматеріалів — одна із ключових задач у технології виготовлення сучасних приладів твердотільної електроніки [1, 2]. Саме кластерна модифікація різних фаз речовини, зокрема, аморфної матриці, відкриває додаткові можливості щодо практичного використання матеріалів для приладів нового покоління [3—7].

Мета роботи полягала у вивченні фізико-хімічних властивостей керметів — аморфних матеріалів, створених на основі SiO_2 -матриці, яка модифікувалася шляхом введення кластерного растру з d -металів (таких як Cr, Mo, Nb).

Для отримання плівок Cr-SiO_2 , Mo-SiO_2 , Nb-SiO_2 використовувалися очищені з'єднання: бісбензіолхром, бісбензілмолібден, NbCl_4 , а також тетраетоксисилан. Принципову схему установки наведено на рис. 1.

Для отримання плівки Cr-SiO_2 очищений інертний газ пропускався через нагріті органічні рідини (бісетилбензолхром та тетраетоксисилан), насичувався парами відповідних сполук, а потім потрапляв до кварцового реактора з підкладкою. На останню, за допомогою системи лінз, фокусувався пучок потужного ультрафіолетового випромінювання (УФВ), що створювався ртутною лампою (ПРК-200 або ДРШ-500). Температура осідання плівки кермету сягала $\sim 550^\circ\text{C}$. Змінюючи умови реакції (температуру підкладки, швидкість потоку реактиву в камері, інтенсивність УФВ), отримано плівки SiO_2 з різним вмістом Cr атомно-кластерної дисперсності. Величина питомого поверхневого опору таких плівок змінювалася у межах від 10 до 10^4 Ом/кв.

На рентгенограмах плівок Cr-SiO_2 , що знімалися на відбиття за методом Дебая-Шерера (на мідному випромінюванні) [8], були відсутні дифракційні лінії, за ви-



В. Ковальчук



О. Маслій



О. Афанасьєва

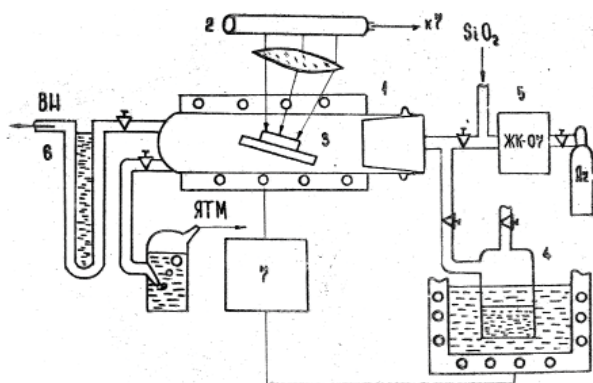


Рис. 1. Принципова схема технологічної установки для отримання плівок Cr-SiO_2 :

1 — кварцовий реактор; 2 — джерело УФ — випромінювання, 3 — підкладка, 4 — реактив, 5 — система очищення, 6 — азотна пастка, 7 — система контролю

нятком розмитого максимуму в області малих кутів — гало.

Загальна картина, яку отримано на електронограмі від цих плівок, характеризується максимумом, розташованим поблизу первинного пучка. Величина зерна при цьому не перевищувала $\sim 50 \text{ \AA}$, а висота нерівностей поверхні плівок, визначена методом реплік за кутом відтінків важким металом, складала не більше $(50\text{—}70) \text{ \AA}$ (рис.2), залежно від температури осадження керметних плівок. Нами зафіксовано певні тенденції щодо зміни характеру структури плівок (табл. 1).

Утворенню аморфної структури сприяє такий тип хімічних зв'язків, якому відповідає енергетичний мінімум, що свідчить стосовно стійкого структурування у найближчому оточенні кластероутворювальних атомів.

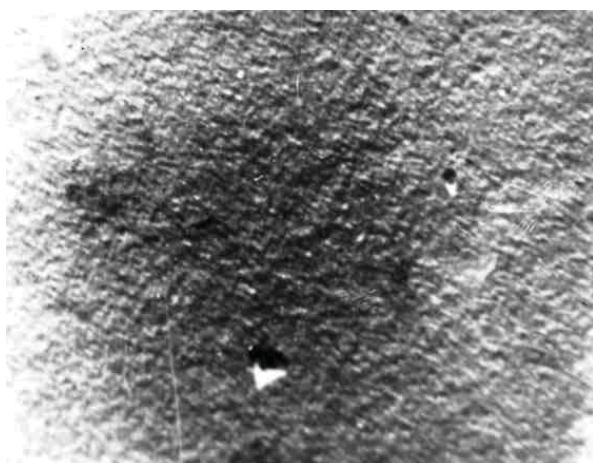


Рис. 2. Мікрорельєф поверхні плівки Cr-SiO_2 на ситалі. Збільшення складає $8 \cdot 10^4$, кут відтінку дорівнює 13°

Таблиця 1. Вплив температури осадження на структуру плівок керметів (С — плівка містить сліди домішкового вуглецю; АС — аморфна структура; УДС — ультрадисперсна структура; ККС — квазікристалічна структура)

Плівка	Температура осадження, $^\circ\text{C}$				
	400	500	600	700	800
Cr-SiO_2	АС	АС	УДС	УДС, С	ККС, С
Mo-SiO_2	АС	АС	УДС, С	С	С
Nb-SiO_2	АС	УДС			

Ефекти провідності, що спостерігалися нами на аморфних плівках керметів (ці плівки складені із окремих атомів або груп атомів — кластерів — кластерних центрів (КЦ), наприклад, d -металу, оточені склоподібною діелектричною оболонкою SiO_2) залежно від напруженості електричного поля можна умовно розділити на дві групи. До першої належать ефекти «слабкого поля», що не зумовлюють необернених змін електричних властивостей плівок керметів. До другої — ті явища, що виникають за рахунок необернених змін в електричній структурі зразків (сформовані «сильним полем»). Зупинимось детальніше на цих ефектах.

ЕФЕКТИ СЛАБКОГО ПОЛЯ

Характерною особливістю провідності аморфних плівок Cr-SiO_2 у цьому діапазоні напруженостей електричного поля є різка нелінійність вольт-амперних характеристик (ВАХ) плівок на постійному і змінному сигналі. Оскільки недротяні резистори або кермети, що використовують на практиці, є зазвичай тонким провідним шаром з омичними електродами на ізолювальній підкладці, результати, наведені далі, належать до вимірювань повздовжньої провідності Cr-SiO_2 керметів на ситалі.

Зразки виконано у виді вузьких смужок шириною $0,1 \text{ мм}$ і завтовшки $(0,5\text{—}10) \text{ мкм}$ з напиленими Au або Al контактами.

На рис. 3 подано сімейство ВАХ типових зразків за кімнатної температури та частоти електричного поля $(0\text{—}10) \text{ МГц}$. Допустима величина амплітуди напруги визначалася за допомогою необоротних електричних змін і не перевищувала $\sim 2 \text{ В}$.

Звертає на себе увагу складний характер електропровідності плівок Cr-SiO_2 як функції прикладеного електричного поля і частоти. Найрізкіше неомічну провідність аморфних плівок виявлено саме на нульових частотах. У діапазоні напруги до $0,5 \text{ В}$ ВАХ залежність має степеневий характер у виді $I \sim U^a$, де $a \sim 3\div 4$ (область А).

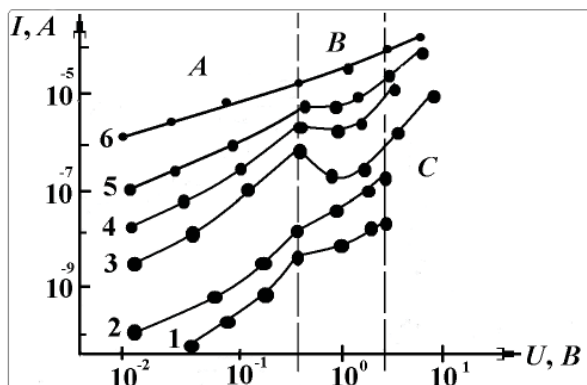


Рис. 3. ВАХ плівок Cr-SiO_2 (частота сигналу (Гц): 1—0; 2—20; 3— 10^3 ; 4— 10^4 ; 5— 10^5 ; 6— 10^7)

Подальше збільшення напруги супроводжується насиченням струму, коли крива $I(U)$ виходить на полого плато (область В), а потім за $U_0 \sim 1,5B$ струм експоненціально зростає за законом $I \sim \exp(\beta U)$, де згідно з оцінками $\beta \sim 3 \div 4$ (область С).

Зі збільшенням частоти зовнішнього поля в області А спостерігається збільшення абсолютної величини струму, при цьому показник α спадає до 1. В області В на ВАХ з'являється спадаюча ділянка N-типу, причому максимум I_{\max}/I_{\min} на цій ділянці відповідає частотам $f \sim (1-5)$ кГц. Подальше збільшення частоти призводить до спадання, а за $f \sim 1$ МГц виявляється повне зникнення ділянки з негативним опором. Порогова напруга U_0 відповідає експоненціальному зростанню струму в області С, а зі зростанням частоти монотонно зміщується у бік вищої напруги. Отже, провідність аморфних плівок Cr-SiO_2 зі зростанням частоти від різко нелінійної змінюється на майже омичну.

ЕФЕКТИ СИЛЬНОГО ПОЛЯ

Якщо величина струму через плівку кермета перевищує деяку величину I_0 , як правило, виникає новий стан, що характеризується необоротними

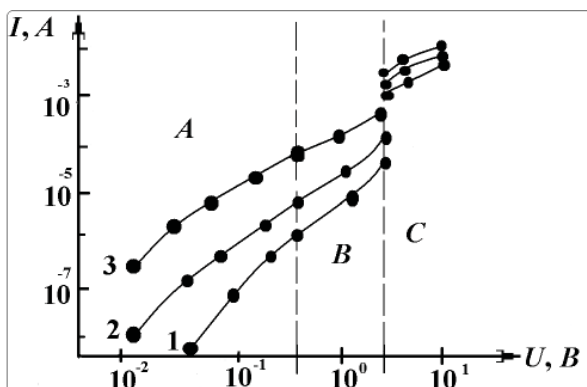


Рис. 4. ВАХ плівок Cr-SiO_2 (частота сигналу (Гц): 1—0; 2— 10^3 ; 3— 10^7)

змінами в електричній структурі плівки. Для визначення величини I_0 реєстрація ВАХ Cr-SiO_2 здійснювалася через електронне реле струму, що дозволяло відключити випробовуваний резистор від джерела у момент появи у ньому оборотних змін. Змінюючи величину порогового струму спрацювання, вдалося, орієнтуючись визначити значення I_0 , що складало величину $(5 \div 10^{-3} \div 10^{-1})$ А.

ВАХ, що формується в режимі «сильного поля» зразків на певних частотах, показана на рис. 4.

Області А і В тут є омичними, проте в області С виявляються характерні стрибки провідності. Абсолютна величина стрибків провідності є значно вищою у разі поперечної провідності, коли тонкий шар кермету (до ~ 10 мкм) містився між металевими електродами, розташованими знизу і зверху керметного шару.

На нульових частотах абсолютна величина стрибків струму ΔI була найбільшою і досягала $3 \div 4$ порядків. Ретельне аналізування показало, що в області U_0 спостерігається не просто стрибок, а різке експоненціальне зростання провідності (рис. 5). Зі збільшенням частоти величина показника β у експоненті збільшувалася, а струм в області стрибка мав характер зриву, час перемикавання струму за цими оцінками за імпульсних вимірювань досягав $\sim 10^{-7}$ с.

Фізична природа провідності в аморфних плівках Cr-SiO_2 залишається неясною. Ймовірно тут проявляються механізми, описані авторами у [4—6].

Високий питомий опір плівок Cr-SiO_2 може бути обумовлений: а) тунелюванням носіїв у склоподібному Cr-SiO_2 (островкова провідність), якщо ізолювальні прошарки між Cr кластерами є малими, або ж б) стрибковою провідністю у деякому гіпотетичному середовищі Cr-SiO_2 , де перестрибок

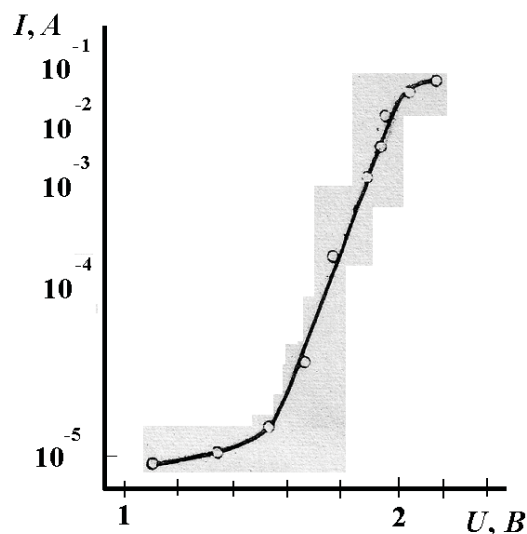


Рис. 5. ВАХ формованих плівок Cr-SiO_2 у границях стрибка провідності

електронів за флуктуаційними рівнями у склі є полегшеним завдяки наявності великої кількості домішкових центрів Cr.

У областях А і В, переважає інтенсивне захоплення інжекттованих на пастки носіїв. При цьому залежність $I(U)$ може сягати насичення або навіть супроводжуватися зменшенням струму зі зростанням напруги.

Згідно з моделлю стрибкової провідності частотна залежність провідності визначається за законом:

$$R_e \sigma = \frac{e^2 \cdot \omega}{12k_o T} \int_0^\infty W(\Delta E, r) Ch^2 \left(\frac{\Delta E}{2k_o T} \right) d(\Delta E) \times \times \int_0^\infty \frac{r^2 N(r)}{\omega \tau + \frac{2}{\omega \tau}} dr, \quad (1)$$

де $W(\Delta E, r)$ — ймовірність того, що енергетична різниця центрів, що містяться на відстані r , дорівнює ΔE ; N_r — концентрація пар центрів; e — заряд електрона; k_o — стала Больцмана; T — температура; ω — циклічна частота зовнішнього поля; τ — час перестрибка.

Область С стрибкоподібної зміни σ може бути пов'язана з лавинним звільненням електронів із локалізованих центрів електричним полем. А що розбіжності мають ступінь іонізації станів, свідчить поява необоротних змін в електричній структурі плівок за енергій $U > U_o$.

ВИСНОВОК

Аналізування співвідношення (1) дозволяє зробити висновок щодо селективного характеру стриб-

Таблиця 2. Типові значення величини τ , визначені за ВЧ — характеристиками плівок керметів


Плівка	Значення величини τ , с		
Cr- SiO ₂	$5,2 \cdot 10^{-7}$	$3 \cdot 10^{-8}$	$2,7 \cdot 10^{-8}$
Mo-SiO ₂	$7,2 \cdot 10^{-7}$	$8,5 \cdot 10^{-8}$	$4,8 \cdot 10^{-8}$
Nb-SiO ₂	$8,6 \cdot 10^{-6}$	$4,3 \cdot 10^{-7}$	$2,5 \cdot 10^{-8}$

кової провідності на змінному струмі. Це відкриває можливість визначити частотний спектр локалізованих станів і оцінити час перестрибка τ . Ймовірно, що максимальне значення величини $R_e \sigma$ буде у тому випадку, якщо частота зовнішнього поля визначатиметься залежністю τ^{-1} . З цією метою визначено частотний спектр аморфних плівок Cr-SiO₂, Mo-SiO₂, Nb-SiO₂. Великі значення часу перескоку характеризують багатотунельні переходи у межах окремих груп КЦ. Якщо геометричні розміри таких груп кластерів перевищують відстані між найближчими центрами, дипольний момент групи КЦ є більшим, а отже, сумарна провідність збільшується. Центри (КЦ) з великими значеннями τ , аналогічними до глибоких центрів захоплення носіїв, що є характерним для піролітичних плівок SiO₂.

Типові значення величини τ наведено у табл. 2.

Описані вище ефекти «аномальної» провідності є стійкими і можуть знайти технічне застосування у процесі розробляння, наприклад, нових типів нелінійних резисторів.

ЛІТЕРАТУРА

- Красников Г.Я., Зайцев Н.А. Система кремний-диоксид кремня субмикронных СБИС. — М.: Техносфера, 2008. — 367 с.
- Находкін М.Г., Сізов Ф.Ф. Елементи функціональної електроніки. — К.: ВД «Професіонал», 2002. — 201 с.
- Ковальчук В. Метрологія формування наносистеми з використанням фрактального підходу / В. Ковальчук, А. Сиротенко // Метрологія та прилади. — 2012. — № 2 (34). — С. 61—65.
- Kovalchuk V.V. Nanoelectronic's material for optic system / V.V. Kovalchuk // Photoelectronics. — 2012. — № 21. — Р. 65—68.
- Ковальчук В. В. Измерение толщины кластерного слоя методом кварцевого резонатора / Коломиец Л.В., Ковальчук В.В., Грабовский О.В., Жеребцова Л.Н. // 36. наук. праць Кіровоградського національного технічного університету. — 2010. — № 1. — С. 11—17.
- Ковальчук В.В. Кластерная модификация полупроводников. — К.: Хай-Тек Пресс, 2007. — 309 с.
- Дорожовець М. Основи метрології та вимірювальної техніки: Підручник: у 2 т. / М. Дорожовець, В. Мотало, Б. Стадник, В. Василюк, Р. Борець, А. Ковальчик; за ред. Б. Стадника. — Львів: Вид-во НУ «Львівська політехніка», 2005. — Т. 1. Основи метрології. — 532 с.; Т. 2 «Вимірювальна техніка». — 656 с.
- Ковальчук В. В. Тополого-енергетические характеристики нанокластерной подсистемы / В. В. Ковальчук, О. Н. Маслий, В. А. Рац, В. А. Громов // Вестник ИАН Украины. — 2012. — № 2. — С. 78—82. 



УДК 539.219.1:546.28

ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ КИСНЮ У КРЕМНІЇ

Н. Калинюк, старший науковий співробітник лабораторії аналізу газів у металах,
Інститут електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України, м. Київ

*Представлено літературний огляд
за методами визначення вмісту
кисню у кремнії.*

*Розроблено методики, визначення
вмісту кисня (температури дегазації
та аналізу, маси аналітичних зразків,
час аналізу, конструкція графітового
тигля тощо):*

1. Розчиненого («оптично-активного») у кремнії
2. Пов'язаного в оксид
3. Спільно за п.1 і п.2.

*Literature review on methods
of determination oxygen of content
in silicon is given.*

*Methods of determination oxygen
of content in silicon (temperatures
degasing and analysis,
mass of analytical sample, time
of analysis, design of carbon crucibles, etc)
are prepared:*

1. Soluble («optical-active») in silicon
2. Combined in to oxide
3. Together with tem1: and tem2

Сонячна енергетика розвивається
у двох напрямках [1]:

1. Перетворення сонячної енергії в електричну за допомогою напівпровідникових елементів (фотоелектроенергетика).
2. Отримання теплової енергії за допомогою сонячних колекторів (теплоенергетика).

Значну увагу проблемі розвитку сонячної енергії приділяють у Японії, США, Німеччини, У цих країнах існує повний цикл виробництва полі- і монокристалічного кремнію [2—4]. Німеччина є лідером з виробництва та функціонування геліоелектростанцій [5].

Останнім часом в Україні приділяють серйозну увагу розвитку сонячної енергетики. Наприкінці 2009 року затверджено цільову державну науково-технічну програму «Створення хіміко-металургійної галузі виробництва чистого кремнію на 2009—2012 роки» [6]. У 2011 році прийнято цільову держпрограму з енергоефективності, відповідно до якої до 2015 року не менше 10 % у загальній структурі енергобалансу країни має належати відновлюваній енергетиці, у тому числі й сонячній [5]. В Україні побудовано найбільшу в світі сонячну електростанцію [5]. Однак, навіть найкращі зразки існуючих сонячних батарей мають коефіцієнт корисної дії приблизно 15 % [7, 8].



Н. Калинюк

© Калинюк Н., 2013

Полі- і монокристалічний кремній є головним матеріалом для виробництва фотоелектричних перетворювачів. Але полікристалічний кремній характеризується високим ступенем деградації електрофізичних властивостей, що обмежує його використання [2, 8]. На головний параметр — тривалість життя нерівноважних носіїв зарядів (ННЗ) в активних шарах сонячних батарей — впливають структурні дефекти і домішкові елементи. З останніх серйозної уваги заслуговують фонові домішки (кисень і вуглець) [2, 9, 10, 11]. Існують два методи вирощування монокристалів кремнію: Чохральського і безтигельної зонної плавки (БЗП).

Розподіл кисню в монокристалах кремнію, вивчених методом Чохральського, вивчено у [2]. Показано, що на тривалість життя ННЗ суттєво впливають домішки цього елемента: у разі підвищення концентрації кисню вона зменшується. Виявлено, що джерелом забруднення монокристала кремнію киснем є кварцовий тигель, розглянуто процеси розподілу кисню між твердою, рідкою і газовою фазами. Вимірювання концентрації кисню в кремнії проводили методом ІЧ-спектроскопії з використанням інфрачервоного спектрометра VEKTOR-22 [2].

У [4, 12] показано перспективність використання електронно-променевого переплаву (ЕПП) для рафінування кремнію, зокрема, у першій як вихідний матеріал використовувався кристалічний кремній марки КРО (ГОСТ 2169-69). Процеси плавлення, рафінування і кристалізації проводили в дво-секційній проміжній ємності, зливному лотку і виливниці, виготовлених із кварцового скла та вміщених у графітову форму. Розплав витримували за температури $\sim 1500^\circ\text{C}$ протягом 10 хв у проміжній ємності, потім зливали через лоток у виливницю, де кремній кристалізувався. Дослідження зразків кремнію до і після ЕПП на вміст кисню (у тому числі й інших домішок) проводили за допомогою приладу JMA-3 (фірми «Leubold-Heraeus», Німеччина) методом мас-спектроскопії вторинних пост-іонізованих нейтральних частинок. Вміст кисню у вихідному кремнії — 0,26 % мас, а у пере-

плавленому — 0,18 % мас. Електроннопроменева безтигельна зонна плавка дозволила знизити вміст кисню у монокристалах кремнію з $3 \cdot 10^{17}$ ат/см³ до $5 \cdot 10^{15}$ ат/см³ [12]. Вимірювання проводили методом ІЧ-спектроскопії (за використання якого приладу не зазначено).

У [11] методом FT-IR спектроскопії визначено вміст кисню у монокристалах кремнію, отриманих методом Чохральського на рівні ~ 30 ppm. У [13] розглянуто умови плавлення полікристалічного кремнію за вертикального індукційного безтигельного зонного плавлення і визначено оптимальні режими процесу, але не йдеться стосовно очищення переплавленого кремнію від домішок кисню.

Кремній має велику спорідненість до кисню, й у «великій» металургії його використовують для розкислювання сталей у виді комплексних розкислювачів (FeSi, SiMn тощо). Продукти розкислення (оксиди кремнію, інші сполуки) частково спливають і переходять у шлак, частково залишаються в металі. Якість сталі (її фізико-хімічні та експлуатаційні властивості) залежать від вмісту в ній неметалічних включень, розчинених газів і шкідливих домішок [14, 15].

У [16—18] наведено діаграми стану подвійних систем SI-O (табл. 1). Із неї та наведених вище даних видно, що кисень у твердому кремнії міститься у виді твердого розчину й оксиду кремнію.

Основним методом визначення концентрації кисню у кремнії є інфрачервона спектроскопія [19, 20]. Цей метод призначено для визначення концентрацій «оптично активного» кисню в полі- і монокристалічному кремнії. «Оптично активними» є ті атоми кисню у кремнії, які містяться між вузлами кристалічної ґратки, тобто кисень є домішкою упорядкування [19, 20]. Передбачається, що у кремнії всі атоми кисню є оптично активними [19, 20].

Основними виробниками ІЧ-спектrometerів є Thermo Fisher scientific (США), Shimadzu (Японія), Perkin Elmer (США), Philips (Голландія), Bruker (Швеція). У [2, 11, 21, 22] наведено приклади застосування методу ІЧ-спектроскопії для визначення вмісту кисню у полі- і монокристалічному кремнії.

Таблиця 1. Розчинність кисню у кремнії

[16]		[17]		[18]	
T, °C	O, % мас	T, °C	O, % мас	T, °C	O, % мас
1000	$2,8 \cdot 10^{-4}$	1000	$2,7 \cdot 10^{-4}$	574	$2,0 \cdot 10^{-7}$
1100	$5,3 \cdot 10^{-4}$	1100	$5,3 \cdot 10^{-4}$	870	$4,0 \cdot 10^{-5}$
1200	$9,1 \cdot 10^{-4}$	1250	$1,2 \cdot 10^{-3}$	1407	$3,0 \cdot 10^{-3}$
1300	$1,5 \cdot 10^{-3}$	—	—	1470	$2,0 \cdot 10^{-2}$
1412	$2,2 \cdot 10^{-3}$	1412	$2,3 \cdot 10^{-3}$	1703	$2,0 \cdot 10^{-1}$

У [23—27, 29—31] наведено методи визначення концентрації кисню у кремнії, вихідних продуктах для його отримання й у кварці з використанням іонів He^3 з енергією 13 МеВ, а у [27, 28] — результати визначення вмісту кисню в кремнії активацією за допомогою нейтронів з енергією 14 МеВ.

Усі зазначені вище методи визначають лише «оптично активний» кисень, тобто кисень, що міститься між вузлами кристалічної ґратки кремнію. При цьому вміст кисню, що міститься у виді неметалічних включень — оксиду кремнію, — ігнорується.

Класичним методом визначення вмісту кисню в металах є відновлювальне плавлення аналізованого зразка в графітовому тиглі, що міститься між двома водоохолоджуваними мідними електродами. Через тигель проходить змінний електричний струм величиною до 1100 А за напруги (10—20) В. Температуру тигля встановлюють, змінюючи величину струму (потужності). У [32] описано принципи роботи таких приладів і наведено бібліографію застосування цього методу для аналізу різних металевих і неметалевих матеріалів, у тому числі й кремнію, на вміст у них кисню.

У [33] проби кремнію аналізували в графітовому тиглі зі застосуванням розплавлених ванн з міді або олова, але концентрацію кисню не повідомили.

У [34—36] проведено екстракцію газів із проб кремнію, які аналізували шляхом плавлення їх у насиченому кремнієм графітовому тиглі за температури (1900—2000) °С. Маса проби кремнію — (0,15—0,20) г. Тигель мав діаметр 16 мм і глибину 5 мм. Вміст кисню становив $(4,5 \cdot 10^{-5} - 1,5 \cdot 10^{-4})$ % мас.

У [37—39] наведено інформацію стосовно визначення вмісту кисню в нітриді кремнію. У першій експерименті проводили методом вакуумного плавлення у графітовому тиглі з рідкою металевою ванною із нікелю та олова. Кількість газів, які виділилися, визначали вимірюваннями тиску манометрами масляним і Пірані за постійного об'єму. Температура аналізу (1700—1750) °С. Наважку Si_3N_4 прокалювали до постійної маси за 200 °С, потім у нікелевій фользі вміщували у графітовий тигель, який нагрівали струмом високої частоти.

У [38] вміст кисню у нітриді кремнію визначали екстракцією газів із проби шляхом збудження спектрів елементів, що досліджувалися. Виділення газів відбувалося у результаті відновлювального нагрівання проби постійним електричним струмом у графітовій капсулі, що слугувала анодом.

У [39] пробу Si_3N_4 аналізували за використання приладу ТС-436 фірми «LECO» (США), вміщуючи її у графітовий тигель з розплавленою нікеле-

вою або нікель-олов'яною ванною за температурою 2900 °С. Тигель нагрівали змінним електричним струмом, що проходив через нього, у потоці гелію.

У [40—42] представлено рекомендації щодо визначення кисню у кремнії за використання приладів RO-416 і RO-116 фірми «LECO» (США). На жаль, замість температур дегазації тигля та аналізу кремнію наведено величину електричного струму, що проходить через тигель [40], або потужність, яка вкладається у тигель [41, 42]. Визначався загальний вміст кисню у кремнії. У [42] подано методику роздільного визначення вмісту «поверхневого» (киснево-вмісні сполуки, адсорбовані на поверхні аналітичного зразка) і «об'ємного» (кисень у твердому розчині й у виді оксиду кремнію); рекомендації з підготовки зразка до аналізу (травлення у суміші кислот, промивання у дистильованій воді та спирті). Після такої підготовки «поверхневий» кисень є O_2 , H_2O , CO_2 , адсорбовані із повітря на поверхні зразка кремнію. Ураховуючи вміст кисню у монокристалічному кремнії ~ (5 — 30) ppm [11], відносно велику площу поверхні (товщина зразка (0,1 — 2,0) мм) і малу масу наважки (0,1 — 0,4) г, можна припустити, що вміст «поверхневого» кисню може бути цілком порівняним за величиною з «об'ємним».

Ураховуючи викладене вище, було поставлено завдання розробити методику роздільного визначення вмісту кисню у кремнії, усунувши вплив «поверхневого» кисню:

- «оптично активного», що міститься у межвузловому просторі кристалічної ґратки, тобто у виді домішки упродовження.
- пов'язаного в оксид кремнію й який міститься у матриці у виді неметалічних включень.

Розробляння методики визначення кисню у кремнії проведено за використання аналізаторів RO-316 і ТС-436 фірми «LECO» (США) в Інституті електрозварювання НАН України. Методику засновано на взаємодії аналізованої проби кремнію з графітовим тиглем, нагрітим до робочої температури змінним електричним струмом величиною до 1100 А за напруги (10 — 20) В у потоці газу-носія. У приладі ТС-436 газ-носії — гелій, у приладі RO-316 — азот. Чистота газів — не менша 99,995 % об.

Із аналізованої проби виділяються кисень у виді монокісу вуглецю і молекулярні N_2 і H_2 . Газова суміш (CO , N_2 , H_2 і газ-носії) надходить до трубки з CuO , нагріту до 400 °С, де CO окислюється до CO_2 , а H_2 — до H_2O . Газова суміш (газ-носії, N_2 , CO_2 і H_2O) проходить через ІЧ-чарунку. У ній вимірюється зниження інтенсивності ІЧ випромінювання, обумовлене поглинанням вуглекислим газом. Це зниження

пропорційне вмісту визначуваного кисню. У приладі ТС-436 потік газів із ІЧ-чарунки надходить до трубки з ангідроном і аскарітом, які поглинають CO_2 і H_2O . Азот, що залишився, потоком газу-носія переноситься у термокондуктометричну чарунку, де за принципом різної теплопровідності двох газових потоків (чистого гелію і детектовуваної суміші азоту і гелію) визначається вміст азоту.

Для прискорення процесу видалення кисню, азоту і водню із кремнію використовують рідкі металеві ванни (нікель, нікель-олово, кобальт, залізо, платину тощо). Найчастіше використовують нікель [32—40]. Ванну завантажують у тигель, проводять цикл дегазації тигля разом з ванною за температури приблизно 2500 °С. Метал ванни плавиться, взаємодіє з тиглем, насичуючися вуглецем. Із рідкої ванни видаляються газові домішки. Температуру тигля знижують до робочої. У рідкий нікель із шлюзу скидають аналізований зразок кремнію.

Прилад RO-316 має нижню межу визначення кисню 10^{-4} % мас, а ТС-436 — 10^{-5} % мас. Крім того, на ТС-436 є можливість проводити нагрівання аналізованого металу за заданою програмою з різною швидкістю підйому (зниження) температури аналізу (°С/сек) і попереднє нагрівання аналізованого металу в тиглі до аналізу, тобто видаляти адсорбовані його поверхнею газові домішки.

За допомогою приладу RO-316 проведено попередні експерименти:

- вивчено взаємодію матеріалу тигля (графіту) з пробю кремнію і з рідкими металевими ваннами (нікелем, кобальтом, міддю, оловом);
- визначено технологічні особливості аналізу (підготовки ванн і проб кремнію, їх завантаження у тигель або шлюз печі тощо);
- обрано оптимальну конструкцію тигля;
- визначено загальний вміст кисню в кремнії — поверхневий, оптично-активний і пов'язаний в оксиди кремнію.

За допомогою приладу ТС-436 визначено основні параметри аналізу (температуру і час дегазації тигля, необхідність застосування графітового порошку під час аналізу, температуру і час аналізу, масу аналітичного зразка). На рис. 1 наведено фотографії приладів RO-316, ТС-436, на рис. 2 — схему газового тракту приладу ТС-436.

У табл. 2 наведено результати аналізів кремнію на вміст кисню, отримані за допомогою приладу RO-316. Значний розкид результатів пояснюється усередненням усіх експериментальних даних, отриманих за різних умов аналізу: температури аналізу — (1800 — 2200) °С, маси проби — (0,1—0,3) г; кон-



Рис. 1а. Прилад ТС-436 (фірма «LECO» США) для визначення вмісту кисню та азоту у металах



Рис. 1б. Прилад RO-316 (фірма «LECO» США) для визначення вмісту кисню у металах

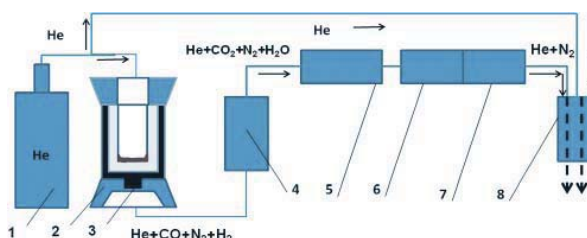


Рис. 2. Схема газового тракту приладу ТС-436 для визначення вмісту кисню та азоту у металах (фірма «LECO»):

- 1 — балон с гелієм, 2 — піч опору,
- 3 — графітовий тигель, 4 — піч з SiO_2 ,
- 5 — детектор на CO_2 , 6 — поглинач H_2O ,
- 7 — поглинач CO_2 , 8 — детектор на N_2 .

струкції тигля — високотемпературної (782—720), стандартної (776—247), подвійної (775—433/431); матеріалу рідкометалевої ванни — нікелю (1,0 г) і нікель-олова (1,0—0,2) г; розміщення ванни — у тиглі з подальшою дегазацією або у шлюзі разом із аналізованою пробю кремнію тощо.

На рис. 3 представлено характерну криву екстракції кисню з кремнію за його аналізу в нікелевій ванні (прилад ТС-436) за температури 2000 °С. Область 1 — це вміст поверхневого і частково

Таблиця 2. Хімічний склад полікристалічного кремнію

№ зразка	Вміст елементів у кремнії, % мас $\times 10^{-4}$													
	Ag, Be, Cd, Co, Ga, Hf, Hg, Jn, Li, Mn, Nb, Pd, Se, Sn, Sr, Ta, Te, Tl, V, W	B, Ba, Cu, Mo, Ni, Zn, Cr, Na	Sb	As	Al	Bi	Ca	Fe	K	Mg	P	S	Ti	Zr
1—7	менше 0,1	0,1	<0,1	32,7	0,4	0,2	0,3	0,8	0,2	0,2	0,5	1,0	0,3	0,2
8, 9			117,1	0,2	0,3	0,1	1,0	1,0	0,1	0,1	<0,1	0,7	<0,1	0,1

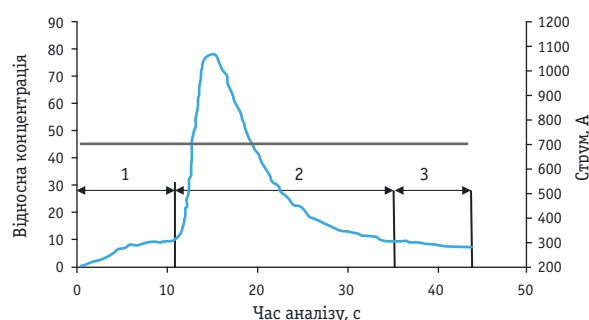


Рис. 3. Характерна крива екстракції кисню із кремнію за його аналізу в нікелевій ванні за 2000 °C на приладі ТС-436

розчиненого (оптично активного) кисню в кремнії. Область 2 — вміст розчиненого і пов'язаного в оксид кисню в кремнії. Область 3 — «хвіст», який тягнеться до закінчення аналізу через інтенсивне випаровування кремнію, нікелю, олова та взаємодію металевих перегонів з внутрішніми порожнинами печі.

Отримано цінний досвід роботи з кремнієм, намічено шляхи вирішення основного завдання цієї роботи. Показано, що використання рідкометалевих ванн для аналізу кремнію на вміст кисню не дозволяє вирішити поставлене завдання через утворення великої кількості металевого пилу, неможливість роздільно визначити концентрації оптично активного і пов'язаного в оксид кисню. З точки зору технології проведення аналізу оптимальним представляється використання подвійних тиглів (775-433 і 775-431).

Інформація стосовно температур нагрівання тигля (дегазації й аналізу), правильності отриманих результатів аналізу мають першорядне значення. Тому проведені калібрування приладів ТС-436 (RO-316) за температурами плавлення чистих металів (Pb, Al, Cu, Pt, V, Nb, Mo, Ta) [43], які у процесі плавлення або не взаємодіють, або слабо реагують з графітовим тиглем (рис. 4), й за стандартними зразками сталі з відомими вмістами кисню (табл. 3).

Вивчено взаємодію аналізованого кремнію з подвійним графітовим тиглем за різних умов аналізу (рис. 5). Найкращі результати отримано у разі використання варіанту Д (рис. 5), як за визначення вмісту «оптично активного» (розчиненого) кисню,

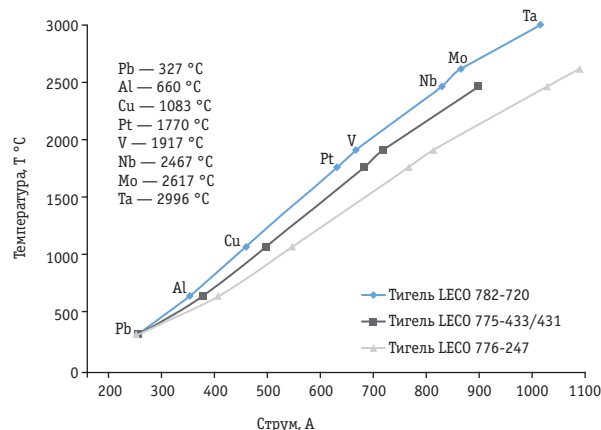


Рис. 4. Калібрування приладу ТС 436 за температурами плавлення металів Pb, Al, Cu, Pt, V, Nb, Mo, Ta

так і пов'язаного в оксид. Варіанти Б, В, Г не можуть бути використані для проведення аналізів — розтріскування тиглів (Б, Г), інтенсивне випаровування кремнію, проникнення його через стінки внутрішнього тигля до зовнішнього й утворення великої кількості перегонів кремнію у внутрішньому об'ємі печі (В). Варіант А наведено як приклад для випадку аналізу сталі. Застосування графітового порошку (Д) дозволило:

- * запобігти інтенсивному випаровуванню кремнію за температури аналізу (1900—2200) °C;
- * ефективно очищати аналізовану пробу кремнію від адсорбованих на її поверхні домішок кисню (O_2 , CO_2 , H_2O);
- * зберігати зовнішній тигель для наступних аналізів (~50—70 аналізів);
- * використовувати вдруге внутрішній тигель після його очищення від залишків кремнію і графіту та додаткової дегазації.

Для проведення основних експериментів відібрано 9 проб полікристалічного кремнію. Хімічний склад цих проб визначено методом оптичної емісійної спектроскопії з індуктивно пов'язаною плазмою за допомогою приладу ICP-OES iCAP 6500 DUO фірми Thermo Fisher (табл. 2). Проби 1—7 леговано миш'яком (32,7 ppm), проби 8, 9 — сурмою (117,1 ppm).

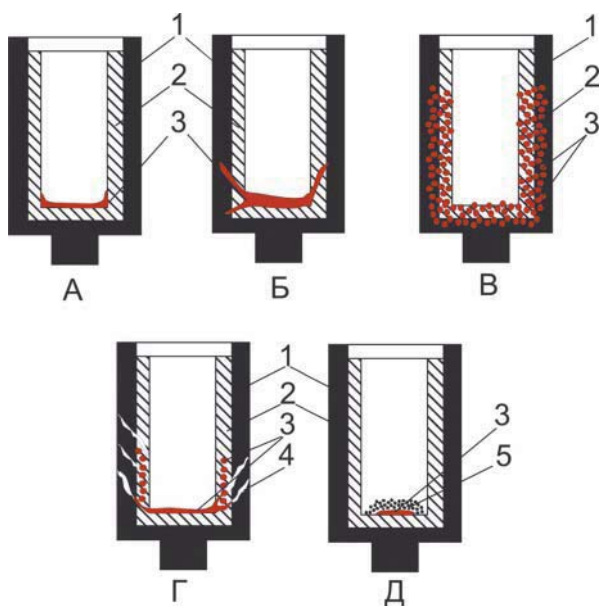


Рис. 5. Схема взаємодії кремнію з подвійним графітовим тиглем за різних умов аналізу

1 — зовнішній тигель, 2 — внутрішній тигель, 3 — кремній, 4 — тріщини у тиглях, 5 — графітовий порошок, А — аналіз сталі без ванни, Б — аналіз Si в Ni — ванні ($T_{ан} > 1500\text{ }^{\circ}\text{C}$), В — аналіз Si без ванни і без графітового порошку ($T_{ан} > T_{пл}\text{ Si}$), Г — аналіз Si без ванни і без графітового порошку ($T_{ан} \approx T_{пл}\text{ Si}$), Д — аналіз Si без ванни з графітовим порошком ($T_{ан} \geq T_{пл}\text{ Si}$)

Визначення вмісту розчиненого (оптично активного) кисню в кремнії проведено за температури $\sim 1420\text{ }^{\circ}\text{C}$ тобто майже за $T_{пл}$ кремнію — $1415\text{ }^{\circ}\text{C}$ [43]. Вміст кисню, пов'язаного в оксид кремнію, визначено за температури $2000\text{ }^{\circ}\text{C}$.

На пробі 7 визначено найкращі умови аналізу:

- ♦ дегазація подвійного тигля за $T = 2500\text{ }^{\circ}\text{C}$ з графітовим порошком у внутрішньому тиглі;
- ♦ попередня підготовка аналітичного зразка кремнію в тиглі перед аналізом за $T \sim 800\text{ }^{\circ}\text{C}$ протягом $\sim 15\text{ с}$;
- ♦ аналіз за $T \sim 1420\text{ }^{\circ}\text{C}$ або $\sim 2000\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- ♦ маса аналітичного зразка кремнію — $(0,2\text{—}0,3)\text{ г}$.

Ретельна підготовка приладу і використовуваних у процесі аналізу матеріалів дозволяє мати поправку холостого досліду за $T = 2000\text{ }^{\circ}\text{C}$ на рівні $(0\text{—}0,1)\text{ ppm}$.

У табл. 3 та на рис. 6, 7 наведено результати аналізів кремнію на вміст кисню за $T = 1420\text{ }^{\circ}\text{C}$ і $2000\text{ }^{\circ}\text{C}$. Контроль правильності отриманих результатів і розроблених методик роздільного визначення розчиненого (оптично активного) і пов'язаного в оксид кисню в кремнії проведено, аналізуючи стандартні зразки (табл. 3).

Таблиця 3. Аналіз кремнію на вміст кисню, розчиненого («оптично активного») й пов'язаного в оксид

Зразок	Вміст кисню, ppm	Кількість паралельних визначень	Температура аналізу, $^{\circ}\text{C}$
Стандарт ДСЗУ (CRM) 083.24-2008 02-9 \pm 1 ppm	9 \pm 1	10	2000
Стандарт LECO 501-550 02-22 \pm 2 ppm	22 \pm 2	11	2000
Стандарт LECO 502-197 02-14 \pm 2 ppm	14 \pm 2	9	2000
1	5,2 \pm 0,5	5	1420
	11,7 \pm 1,6	4	2000
2	3,5 \pm 0,4	7	1420
	10,3 \pm 1,2	4	2000
3	7,7 \pm 1,4	7	1420
	17,2 \pm 3,1	5	2000
4	4,9 \pm 0,5	4	1420
	12,3 \pm 0,2	6	2000
5	10,2 \pm 0,7	6	1420
	24,4 \pm 2,2	8	2000
6	9,5 \pm 0,6	5	1420
	29,4 \pm 8,3	7	2000
7	11,1 \pm 3,4	15	1420
	39,9 \pm 11,6	20	1900 \div 2200
8	3,3 \pm 0,4	5	1420
	10,4 \pm 1,7	4	2000
9	3,6 \pm 0,7	4	1420
	8,7 \pm 0,7	4	2000

Розроблено методику послідовного визначення вмісту кисню в кремнії. В одному аналітичному зразку кремнію спочатку визначено вміст розчиненого (оптично активного) кисню, а потім — пов'язаного в оксид. На рис. 8 наведено циклограму такого аналізу, а на рис. 9 — криву екстракції кисню із кремнію.

У табл. 4 наведено результати порівняння вмісту розчиненого (оптично активного) кисню в кремнії, визначеного різними методами. Спостерігається хороша порівнянність результатів. Зразок № 5 проаналізовано трьома методами: відновлювального плавлення за використання приладу TC-436 (наша нова методика); лазерної екстракції за використання приладу EXO-4M; ГЧ-спектроскопії.

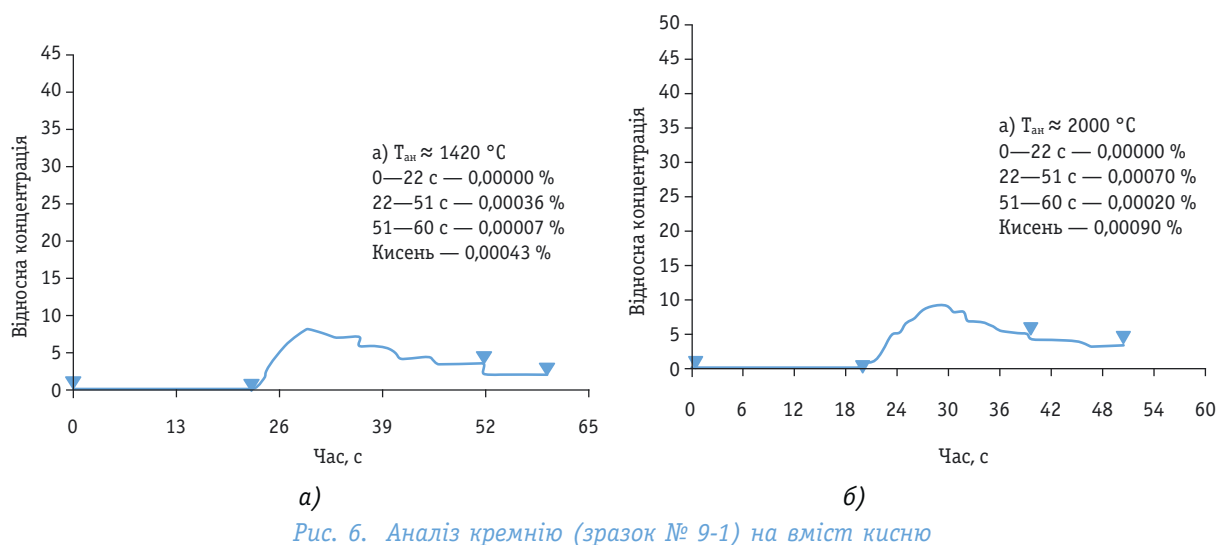


Рис. 6. Аналіз кремнію (зразок № 9-1) на вміст кисню

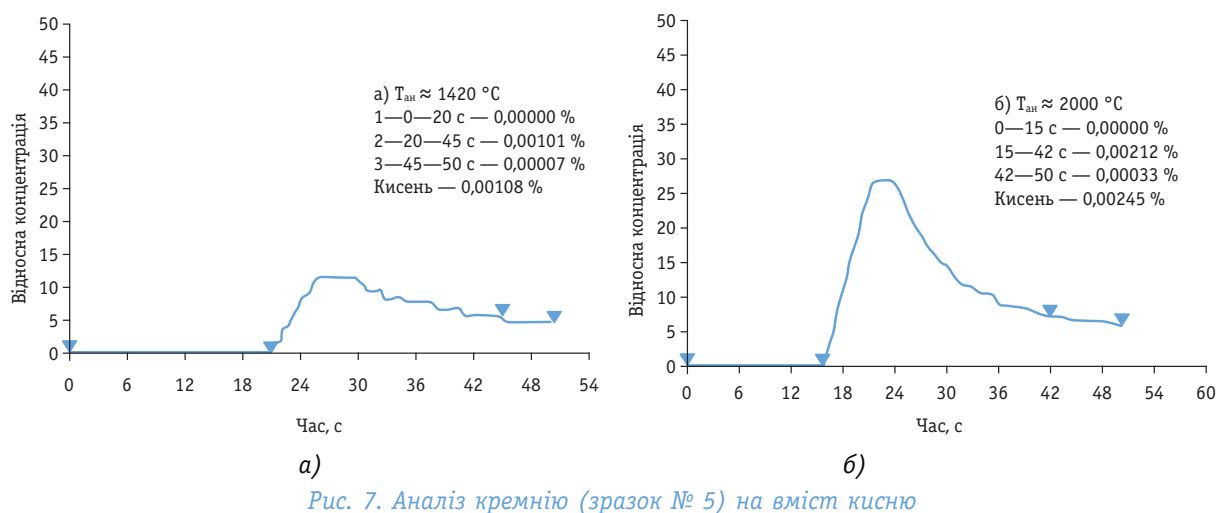


Рис. 7. Аналіз кремнію (зразок № 5) на вміст кисню

На жаль, проби № 8 і 9 не можна було проаналізувати на ІЧ-спектрометрі. Ці зразки леговано сурмою (117,1 ppm) (табл. 1). Значення питомого електроопору (ПЕО) у пробах № 8, 9 складають ~ 0,01 ом · см. У зразках кремнію з ПЕО, меншим від 0,04 ом · см, неможливо вимірити кількість кисню методом ІЧ-спектроскопії. Це обмеження методу — більше розсіювання через велику концентрацію легувальних домішок [19, 20].

Розроблений нами метод визначення вмісту кисню у кремнії має певні переваги порівняно з ІЧ-спектроскопією:

➤ **Пробопідготування:**

▲ для ІЧ-спектроскопії необхідно виготовити плоскопаралельний полірований зразок розміром ~ 20 · 30 мм або діаметром (25—50) мм, товщиною $(2,0 \pm 0,04)$ мм, — на це потребується (1,5—2) години. Злиток кремнію необхідно різати [11, 19, 20];

▲ для методу відновлювального плавлення можна використовувати шматочки кремнію будь-якої

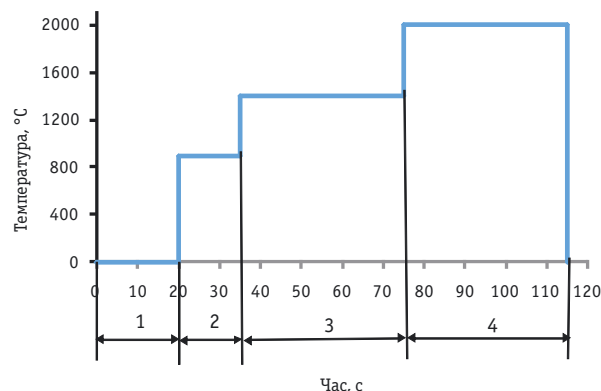


Рис. 8. Циклограма аналізу кремнію на вміст кисню

1 — продувка зразка у тиглі без нагрівання (≈ 20 с), 2 — підготовка зразка у тиглі перед аналізом ($\approx 800\text{ }^{\circ}\text{C}$, 15 с), 3 — визначення вмісту розчинного («оптично активного») кисню у кремнії ($\approx 1420\text{ }^{\circ}\text{C}$, 40 с), 4 — визначення вмісту пов'язаного (оксид кремнію) кисню ($\approx 2000\text{ }^{\circ}\text{C}$, 40 с)

Таблиця 4. Вміст оптично активного (розчиненого кисню у кремнії, % мас $\times 10^{-4}$)

№ зразка	Відновлювальне плавлення	ІЧ-спектрометрія				Лазерна екстракція
		ASTM F121-83		SEMJ MF 1188-1107		
	TC-436	Shimadzu FTJR-840S	Biorad QS-312	Shimadzu FTJR-840S	Biorad QS-312	ЭХО-4М
5	10,2±0,7	9,3	9,5	11,7	13,3	8,1±0,8
1	5,2±0,5	3,6	3,6	5,4	4,8	Не визначали
2	3,5±0,4	6,6	5,5	5,3	4,8	
3	7,7±1,4	4,8	7,9	5,8	7,0	
4	4,9±0,5	5,4	6,2	5,7	6,1	
6	9,5±0,6	11,6	10,6	10,7	10,0	
7	11,1±3,4	10,5	10,7	12,1	9,9	
8	3,3±0,4	Не визначали				
9	3,6±0,7					

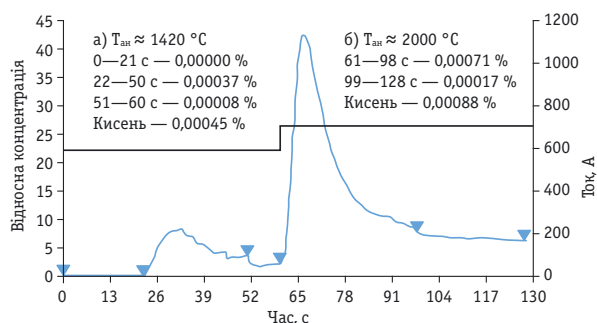


Рис. 9. Аналіз кремнію (зразок № 9-2) на вміст кисню

форми масою (0,2—0,3) г, відібрані (відбиті зубилом, молотком) із будь-якої частини злитка, не розрізаючи його. Час (разом з травленням, промиванням і сушінням) ~ 15 хв.

➤ *Обмеженість застосування методу:*

▲ ІЧ-спектрометрію не можна застосувати у разі вимірювання зразків кремнію з ПЕО, меншим від 0,04 ом · см, та для визначення вмісту кисню, пов'язаного в оксид;

▲ методом відновлювального плавлення можна визначати вміст кисню, що міститься на поверхні зразка, розчиненого (оптично активного) у матриці й пов'язаного в оксид.

➤ *Час аналізу:*

▲ ІЧ-спектрометрія — до 30 хв;

▲ метод відновлювального плавлення — роздільне визначення оптично активного кисню ~ 40 с;

▲ пов'язаного в оксиді ~ 40 с, послідовне ви-

значення оптично активного, а потім пов'язаного в оксид ~ 120 с.

➤ *Поширеність методу:*

▲ ІЧ-спектрометрія є загальноприйнятим методом, на який є стандарти країн-виробників політа монокристалічного кремнію;

▲ метод відновлювального плавлення є загальноприйнятим методом контролю вмісту кисню, азоту і водню в металах. Є багато методик стосовно визначення вмісту цих газів у металах і еталонів з відомими концентраціями цих газів. Метод можна рекомендувати як експресний для визначення вмісту кисню в кремнії з наступним, якщо необхідно, здавальним — приймальним контролем на ІЧ-спектрометрії.

ВИСНОВКИ

Розроблено метод визначення вмісту кисню в політа монокристалічному кремнії з використанням відновлювального плавлення аналізованого зразка у графітовому тиглі, який нагрівається таким, що проходить через нього, змінним електричним струмом до 1100А за напруги (10—20) В, що забезпечує:


✓ усунення впливу адсорбованих на поверхні аналітичного зразка забруднень;

✓ роздільне визначення вмісту кисню, розчиненого в матриці кремнію й пов'язаного в оксид;

✓ послідовне визначення в одному аналітичному зразку вмісту кисню, розчиненого в матриці й пов'язаного в оксид.

ЛІТЕРАТУРА

1. В солнечной энергетике // ФРГ, Бюл.инж. коммерч. информ. — 2005. — № 1—2. — 14 с.
2. Червоный И.Ф., Швец Е.Я., Воляр Р.Н., Голев А.С. // Распределение кислорода в монокристаллах крем-
- ния и его влияние на время жизни неравновесных носителей заряда — Соврем. электрометаллургия. — 2007. — №1. — 21—24 с.
3. Наумов А.В. Производство фотоэлектрических

- преобразователей и рынок кремниевого сырья в 2006—2010 годах // *Технология и конструирование в электронной аппаратуре*. — 2006. — № 4. — С. 3—8.
4. Березос В.А., Ерохин А.Г. Рафинирование кремния способом электронно-лучевой плавки // *Соврем. электрометаллургия*. — 2009. — № 3. — С. 29—31.
 5. Соломко И. Деньги из солнца // *Корреспондент*. — 2012. — №10 (498).
 6. Старостин А. Кремний поделят... // *Комментарии*. — 20.11.2009.
 7. Туркевич И. Продается вселенная. Дешево // *Комментарии*. — 2012. — 39 (327).
 8. Шаповалов В.А., Шейко И.В., Никитенко Ю.А., Якуша В.В., Степаненко В.В. Проблемы получения чистого кремния для солнечной энергетики // *Современная электрометаллургия*. — 2012. — №3 (108). — С. 48—53.
 9. Ференбух А., Бьюб Р. Солнечные элементы. Теория и эксперимент // *Энергоиздат*. — 1987. — 280 с.
 10. Шаповалов В.А., Шейко И.В., Никитенко Ю.А., Якуша В.В., Степаненко В.В. Индукционная плавка и рафинирование кремния в секционном кристаллизаторе // *Современная электрометаллургия*, 2012. — № 4 (109). — С. 25—28.
 11. Zachmann G. FT-JR Spectroscopy for Routine Semiconductor Applications, Messtechnik GMBH, Karlsruhe, FRG, Bruker Report. — 1987. — № 1. — С. 8—12.
 12. Аснис А.Е., Лесной А.Б., Пискун Н.В. Рафинирование монокристаллов кремния при выращивании их способом электроннолучевой бестигельной зонной плавки // *Современная электрометаллургия*. — 2011. — №3 (104). — С. 17—20.
 13. Червоный И.Ф., Швец Е.Я., Егоров С.Г. Плавление кремния при вертикальной индукционной бестигельной зонной плавке // *Современная электрометаллургия*. — 2006. — № 3. — С. 27—29.
 14. Бернацкий И.И. Физико-химические основы сталеплавильных процессов. — М.: *Металлургия*, 1974. — 320 с.
 15. Явойский и др. Включения и газы в сталях. — М.: *Металлургия*, 1979. — 272 с.
 16. Смитлс К. Дж. *Металлы. Справочник*. — М.: *Металлургия*, 1980. — 447 с.
 17. Лякишев Н.П. Диаграмма состояния двойных металлических систем. — М.: *Машиностроение*, 1996. — Том 1.
 18. ASM International Binary Alloy Phase Diagrams, Second Edition, 1996.
 19. SEMI MF 1188-1107. Test method for interstitial oxygen content of silicon by infrared absorption with short baseline. — 2003, 2007.
 20. ГОСТ 19658-81. Кремний монокристаллический в слитках. Технические условия.
 21. Ковалев И.Д., Котерва Г.В., Гусев А.В., Гавва В.А. и др. Определение примесей кислорода и углерода в поликристаллическом кремнии методом ИК-спектроскопии // *Журнал аналитической химии*. — 2008. — 63. — № 3. — С. 274—278.
 22. Ильин М.А., Коварский В.Я., Ремизов О.А. Определение содержания углерода и кислорода в кремнии оптическим методом // *Научные труды ГИРЕДМЕТ*. — 1980. — С. 101—107.
 23. ГОСТ 26239.7-84. Кремний полупроводниковый, Метод определения кислорода, углерода, азота.
 24. ГОСТ 26239.5-84. Кремний полупроводниковый и кварц. Метод определения примесей.
 25. ГОСТ 26239.1-84. Кремний полупроводниковый, исходные продукты для его получения и кварц. Методы определения примесей.
 26. ГОСТ 26239.0-84. Кремний полупроводниковый, исходные продукты для его получения и кварц. Общие требования к методам анализа.
 27. Фирсов В.И., Шулепников М.Н. Современное состояние нейтронно-активационного метода анализа полупроводникового кремния // *Журнал аналитической химии*. — 1988. — 43. — № 5. — С. 773—785.
 28. Chiba Minoru, Ando Tsutomu, Determination of oxygen in silicon, silicon carbide and silicon nitride by 14MeV neutron activation analysis, *Trans, Nat. Res. Inst. Metals*. — 1984. — 26. — № 1. — С. 73—81.
 29. Vandecasteele C., Adams F., Hoste J., The simultaneous determination of carbon and oxygen in semiconductor silicon by helium-3 activation analysis, *Anal. chim. acta*. — 1974. — 72. — № 2. — С. 269—274.
 30. Александрова Г.И., Демиров А.М., Котельников Г.А., Плешакова Г.П., Сухов Г.В., Чопоров Д.Я., Шманенкова Г.И. Определение содержания кислорода в германии и кремнии при активации ионами гелия-3 // *Методы определения и исследования состояния газов в металлах*. — М.: *Наука*, 1968. — С. 102—108.
 31. Александрова Г.И., Ионов В.И., Шманенкова Г.И. Активационный метод определения кислорода в монокристаллах альфа карбида кремния // *Научн. труды ГИРЕДМЕТ*. — 1976. — 71. — С. 164—169.
 32. Вассерман А.М., Кунин Л.Л., Суровой Ю.Н. Определение газов в металлах. — М.: *Наука*, 1976. — С. 250—277.
 33. Engelsmann J.J., Meyer A., Visser J, *Talanta*. — 1966. — 13. — 409 с.
 34. Jiro Kashima, Takuo Yamazaki, *Bull. Chem. Soc, Japan*. — 1966. — 39. — 448 с.
 35. Jiro Kashima, Takuo Yamazaki, *Japan Analyst*. — 1966. — 15. — 9 с.
 36. ВИНТИ. Экспресс-информация. Цветная металлургия. — 1966. — № 43,1.
 37. Огахира Иити, Определение содержания кислорода в нитриде кремния методом вакуумной плавки (в никель-оловянной ванне), *Bull, Jap, Inst. Metals*, 1985, апр, спец.номер, 110.
 38. Курочкин В.Д. Определение кислорода и азота в нитриде кремния, высокотемпературном нитриде и материалах на их основе. — Киев, 1985. — С. 126—130.
 39. Kaiser G., Schubert H., The Determination of Oxygen in Si₃N₄ Powder // *Journ, European Ceramic Society*. — 1993. — 11. — С. 253—262.
 40. Application bulletin, LECO corp., form № 203-601-042, Oxygen in silicon, aug. 1984.
 41. Application bulletin, LECO corp., form № 203-601-205, Oxygen in silicon, Wafers, febr. 1989.
 42. Application bulletin, LECO corp., form № 203-601-219, Oxygen in solid silicon, jan. 1991.
 43. Hultgren R., Orr R.L., Anderson P.D., Kelley K.K., *Selected Values of Thermodynamic Properties of Metals and Alloys*, John Wiley and Sons, Jnc., N.Y., London. — 1963. — 963 p. 

УДК 53.088.24:530.16



ВПЛИВ СГЕНЕРОВАНОЇ ПОСЛІДОВНОСТІ ПСЕВДОВИПАДКОВИХ РІВНОМІРНО РОЗПОДІЛЕНИХ ЧИСЕЛ НА ПОХИБКУ ВИКОНАННЯ ОПЕРАЦІЇ ЙМОВІРІСНОГО МНОЖЕННЯ

М. Сапожніков, доктор технічних наук, професор, проректор з навчальної роботи,

О. Чужикова-Проскурніна, аспірант,

Севастопольський національний університет ядерної енергії та промисловості

Розглянуто ймовірнісне перетворення інформації та виконання операції множення над ймовірнісно представленими даними. Наведено приклад ймовірнісного множення двох чисел. Детально розглянуто процес формування результату за ймовірнісного множення та появу похибки. Виявлено основну причину похибки операції ймовірнісного множення.

The probabilistic transformation of information as well as carrying out the multiplication operation with the stochastically represented data is considered. An example of two numbers probabilistic multiplication is given. The formation of the probabilistic multiplication result and the emergence of uncertainty is considered in detail. The root cause of the probabilistic multiplication operation is identified.

Принцип представлення значення будь-якого параметра сигналу ймовірністю не є новим [1]. З розвитком цифрової обчислювальної техніки й методів імітаційного моделювання став широко використовуватися метод статистичних випробувань. Його основна ідея — зв'язок між ймовірнісними характеристиками випадкових процесів і величинами, які є розв'язками задач математичного аналізу.

Як переваги ймовірнісної форми представлення даних можна виділити: зменшення апаратного обсягу пристроїв і, отже, їхніх лінійних розмірів і споживаного живлення; собівартості пристроїв за рахунок зниження апаратних витрат; стійкість у випадку виникнення перешкод.

Однак існують і недоліки: обмежений діапазон вимірюваних величин; робота лише з позитивними або лише з негативними числами; залежність точності обчислень від обраного діапазону й кількості статистичних випробувань.

Ураховуючи недоліки, можна зробити висновок, що створення універсальних ймовірнісних пристроїв є складним трудомістким завданням, але воно ідеально підходить для застосування у вимірювальних системах.

Діапазон вимірювання заздалегідь обмежений діапазоном сигналів від датчиків, що дозволяє створити точні ймовірнісні пристрої й використовувати всі переваги такого представлення даних.

У загальному виді суть стохастичного або ймовірнісного перетворення [2] полягає в тому, що будь-якому значенню перетворюваної величини можна привести



М. Сапожніков



О. Чужикова-Проскурніна

у відповідність деяку ймовірність. У найбільш простому випадку процес перетворення виконується відповідно до правила:

$$y_j = \begin{cases} 1 & \text{за } x > R_j \\ 0 & \text{за } x \leq R_j \end{cases}, \quad (1)$$

де x — значення перетворюваної величини з інтервалу $[0; X_{\max}]$; R_j — j -й член послідовності псевдовипадкових рівномірно розподілених чисел, що приймають значення в інтервалі $[0; X_{\max}]$; $j = \overline{1, K}$ — кількість статистичних випробувань імовірнісного перетворення значення x ; y_j — j -е значення імовірнісного відображення величини x із ряду $Y = \{y_1; y_2; \dots; y_j; \dots; y_K\}$.

Для отримання вихідного значення визначену кількість одиниць в імовірнісному відображенні відносять до кількості статистичних випробувань (кількості членів імовірнісного відображення):

$$x^* = \{M[Y]\}^* = \frac{X_{\max}}{K} \sum_{j=1}^K y_j. \quad (2)$$

Імовірнісне представлення даних є непозиційною системою числення, оскільки значення визначає не розташування одиниць в імовірнісній послідовності, а їх кількість.

Імовірнісне множення [3] виконується згідно з формулою:

$$(x_1 \cdot x_2)^* = \frac{X_{\max}^2}{K} \sum_{j=1}^K (y_{1j} \& y_{2j}), \quad (3)$$

де y_{1j} та y_{2j} — j -і члени імовірнісних відображень першого й другого операнда відповідно.

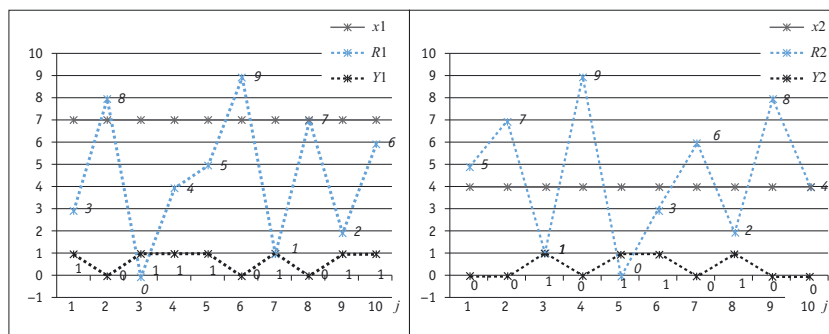


Рис. 1. Імовірнісне перетворення чисел 7 і 4

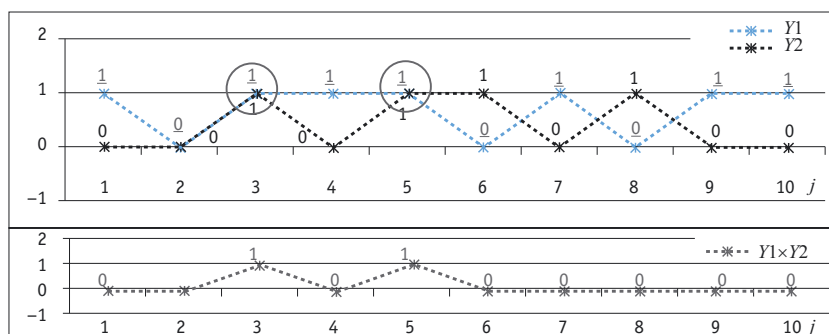


Рис. 2. Імовірнісне множення чисел 7 і 4

Отже, добутку двох імовірнісно представлених значень відповідатиме нова імовірнісна послідовність, одиничні значення в якій матимуть ті члени послідовності, які одночасно мають одиничні значення в імовірнісних відображеннях операндів.

Для наочності розглянемо приклад імовірнісного перетворення цілих чисел 7 і 4 (рис. 1) із інтервалу $[0, 10]$, й їхнє імовірнісне множення. Видно, що числу 7, за кількості статистичних випробувань $K = 10$, відповідає імовірнісна послідовність, у якій сім одиниць і три нулі, а числу 4, — у якій чотири одиниці й шість нулів, що відповідає теоретичним викладенням.

На рис. 2 зіставлені імовірнісні послідовності чисел 7 і 4 та позначені ті члени послідовності, які одночасно приймають одиничне значення. Саме вони визначають появу одиничних значень в імовірнісній послідовності добутку, зображеній на ньому.

Виконаємо перетворення згідно з формулою (3):

$$(7 \cdot 4)^* = \frac{1}{10} \sum_{j=1}^{10} (0 \ 0 \ 1 \ 0 \ 1 \ 0 \ 0 \ 0 \ 0 \ 0) \cdot 10^2 = 20$$

Отримане число свідчить стосовно значної похибки, обумовленої малим числом статистичних випробувань і похибкою самої операції імовірнісного множення.

Якщо розглянути суть імовірнісного перетворення, не складно зрозуміти, що одне й теж саме число може мати різні імовірнісні послідовності навіть за однакової кількості статистичних випробувань, оскільки така система є непозиційною. Формування

імовірнісної послідовності залежить від того, які значення прийматиме випадкова величина R_j .

Теоретично визначити, скільки одиниць міститиме імовірнісне відображення деякого числа, можна за таким виразом:

$$n = (x/X_{\max}) K. \quad (4)$$

Для числа 7, узятото з інтервалу $[0, 10]$, $n = 7$ за $K = 10$, а для числа 4 — $n = 4$. Використовуючи формули комбінаторики

$$C_K^n = \frac{K!}{n!(K-n)!}, \quad (5)$$

можна визначити кількість варіантів імовірнісного відображення кожного із чисел, що відповідає вибору n елементів із K без повторень і без урахування порядку, тоб-

то визначення n членів, які приймають одиничні значення, з імовірнісної послідовності довжиною K . Для числа 7 кількість комбінацій складе 120, а для числа 4 – 210. А це означає, що імовірнісно помножити їх можна $120 \cdot 210 = 25\,200$ способами, використовуючи різні пари імовірнісних відображень.

Виникає питання: чи всі комбінації імовірнісних операндів дадуть однаковий результат множення? Щоби відповісти на нього, повернемося до імовірнісного множення. Як впливає з виразу (3), одиничне значення в результувальній послідовності виникає в тих розрядах, у яких вихідні імовірнісні послідовності одночасно приймають одиничні значення. Очевидно, що кількість таких збігів не може перевищити кількості одиниць у меншому операнді. Отже, максимальний результат операції множення двох імовірнісно представлених чисел досягатиметься тоді, коли перетнеться в однакових розрядах операндів максимальна кількість одиниць, а мінімальний, — коли максимальна кількість одиниць меншого операнда поглинеться нульовими розрядами більшого.

Максимальну й мінімальну кількості одиниць у результаті можна визначити у такий спосіб:

$$n_{\max} = \min\{n_1, n_2\}, \quad (6)$$

$$n_{\min} = \begin{cases} 0 & \text{за } (K - n_1) \geq n_2 \\ n_2 - (K - n_1) & \text{за } (K - n_1) < n_2' \end{cases} \quad (7)$$

де n_1 й n_2 — кількості одиниць в імовірнісних послідовностях першого й другого операндів.

Знаючи мінімальну й максимальну кількості одиниць у результаті, можна визначити кількість різних результатів:

$$c = n_{\max} - n_{\min} + 1. \quad (8)$$

Повернемося до розглянутого раніше прикладу: максимальна кількість одиниць у результаті $n_{\max} = \min(7, 4) = 4$, мінімальна кількість одиниць у результаті $n_{\min} = 4 - (10 - 7) = 1$, кількість різних результатів $\epsilon 4 - 1 + 1 = 4$.

Який же результат із усієї множини є найбільш точним? Очевидно той, який має найменше відхилення від дійсного значення.

Різні результати імовірнісного множення чисел 7 і 4

Кількість одиниць у результувальній послідовності	Результат після зворотного перетворення	Відносна похибка, %
1	10	64,3
2	20	28,6
3	30	7,1
4	40	42,9

Використовуючи (4) і знаючи добуток чисел 7 і 4, визначимо, кількість одиниць в результувальній послідовності: $n = (28/100)10 = 2,8$. Однак результат може бути лише цілим числом, як такий, що визначається кількістю одиничних розрядів, що збіглися, вихідних послідовностей. Отже:

$$n_{\text{мн}} = \text{round}\left(\frac{n_1 n_2}{X_{\max}^2} K\right), \quad (9)$$


де $\text{round}()$ — операція округлення до найближчого цілого значення.

Для чисел 7 і 4, з інтервалу $[0, 10]$, за $K = 10$ маємо отримати $n_{\text{мн}} = \text{round}\left(\frac{4 \cdot 7}{10^2} \cdot 10\right) = 3$. У цьому випадку результат дорівнюватиме 30, а відносна похибка складатиме 7,1 % і включатиме лише похибку імовірнісного перетворення. У випадку іншого результату операції множення, похибка складатиметься із похибок імовірнісного перетворення й самої операції імовірнісного множення. Усі можливі результати імовірнісного множення для розглянутого прикладу представлено у таблиці.

ВИСНОВКИ

Виходячи із зазначеного вище, можна зробити висновок, що відносна похибка значно зростає за відхилення результату операції імовірнісного множення від оптимального. Це свідчить, що похибка операції імовірнісного множення залежить від того, які саме із усіх можливих імовірнісних послідовностей операндів сформулюються в конкретному випадку. А це залежить від генерації послідовності псевдовипадкових рівномірно розподілених чисел R_j .

ЛІТЕРАТУРА

1. Гладкий В.С. Імовірнісні обчислювальні моделі. — М.: Наука, 1973. — 300 с.
2. Сапожников М.Є. Про імовірнісне перетворення інформації / Сапожников М.Є. // Приладобудування. — 1983. — Вып. 34. — С. 31—38.
3. Сапожников М.Є. Аналіз і моделювання роботи імовірнісних помножувачів / Сапожников М.Є., Сапожникова А.В. // Вісник СевДТУ, Інформатика, електроніка, зв'язок. — 1998. — № 10. — С. 15—20. 

ДО 60-РІЧЧЯ СЕРГІЯ ТИМОФІЙОВИЧА ЧЕРЕПКОВА

25 грудня 2013 року виповнилося 60 років від дня народження кандидата технічних наук, доцента, професійного метролога, директора Інституту метрологічної служби України ДП «Укрметртестстандарт» **Сергія Тимофійовича Черепкова.**

Народився Сергій Тимофійович в Острогожську Воронежської області. Після закінчення середньої школи вступив до Харківського вищого військового командного училища, яке закінчив у 1977 році. У 1984 році закінчив ад'юнктуру при Харківському вищому військовому командно-інженерному училищі ракетних військ, а у 1988 — вищі академічні курси Військової інженерної академії ім. Ф. Е. Держинського.

Більшу частину свого життя, з 1972 по 2003 рік, Сергій Тимофійович присвятив службі у Збройних силах СРСР та України, де виявив себе як талановитий вчений та педагог. Крилатий вислів «є така професія — Батьківщину захищати» безумовно стосується Сергія Тимофійовича. Працюючи на різних посадах у Харківському вищому військовому командному інженерному училищі, Харківському військовому університеті, він зробив значний внесок у розвиток наукових основ метрологічного забезпечення Збройних Сил України (ЗСУ).

Особливо успішною стала його робота на посадах начальника Наукового метрологічного центру військових еталонів (1996—2001 року) та начальника Военстандарту Озброєння Збройних Сил України (2001—2003 роки). За цей період створено і модернізовано значну кількість військових еталонів, без яких не може існувати ні одна армія у світі. Наявність еталонів високого рівня стала запорукою ефективної модернізації технічної складової ЗСУ, що є визначальним фактором успіху у військовому протистоянні. Керівництво ЗСУ високо оцінило внесок Сергія Тимофійовича у розбудову сучасної армії, і військове звання генерал-майор тому підтвердження.

У жовтні 2003 року Указом Президента України С.Т. Черепкова призначено на посаду заступника Голови Держспоживстандарту України. Він очолив напрями стандартизації, метрології та сертифікації. Під його безпосереднім керівництвом у системі Держспоживстандарту України значно активізувалися науково-дослідні роботи зі створення й удосконалення еталонної бази України. За час роботи Сергія Тимофійовича заступником Голови створено і прийнято Колегією Держспоживстандарту України 12 державних еталонів України, створено 16 вторинних.

Як заступник Голови Держспоживстандарту С.Т. Черепков активно працював і захищав інтереси України на міжнародній арені, зокрема, у парламентсько-урядовій комісії щодо вступу України до СОТ та ЄС; координаційній раді з питань економічного співробітництва з Японією; Міждержавній Раді зі стандартизації, метрології та сертифікації.

Його призначали національним координатором зі співробітництва України з НАТО у сфері стандартизації та метрології; керівником національних частин робочої групи № 3 «Технічні регламенти та інтелектуальна власність» із формування єдиного економічного простору; членом Міжвідомчої комісії з питань вступу України до СОТ; Комітету з питань співробітництва між Україною та ЄС; Ради стандартизації при Кабінеті Міністрів України.

Протягом тривалого часу він був головним редактором «Українського метрологічного журналу»; членом редакційної Ради науково-технічного журналу «Стандартизація, сертифікація, якість», від дня створення і до сьогодні є членом редколегії науково-виробничого журналу «Метрологія та прилади»

Сергій Тимофійович — автор більше 100 наукових робіт і винаходів. Його добросовісна і віддана військова служба, натхненна і плідна праця, творче ставлення до справи відзначені державними нагородами України та відомчими відзнаками: орденом «За заслуги» III ступеня, медалями «Ветеран військової служби» й іншими, нагрудними знаками Держспоживстандарту України «За заслуги» і «Почесний працівник».

Високий професіоналізм керівника, істинна інтелігентність, скромність і делікатність, особистий такт і відкритість у спілкуванні викликають до Сергія Тимофійовича симпатії і повагу всіх, хто працював і нині працює з ним.



*Друзі, колеги, співробітники, редакція і редколегія журналу «Метрологія та прилади» щиро вітають і поздоровляють Сергія Тимофійовича з ювілеєм!
Бажають йому доброго здоров'я, невичерпної бадьорості,
щастя, подальших творчих наукових здобутків!*

ВИМОГИ ДО МАТЕРІАЛІВ, ЯКІ НАДАЮТЬСЯ ДЛЯ ОПУБЛІКУВАННЯ У ЖУРНАЛІ «МЕТРОЛОГІЯ ТА ПРИЛАДИ»

Наукова публікація у спеціалізованому журналі «Метрологія та прилади» має відповідати **вимогам п. 3 Постанови ВАК України № 7-05/1 від 15.01.2003 року** і враховувати **вимоги міжнародних наукометричних баз даних до наукових статей (журнал включено до наукометричної бази Index Copernicus (лист від 08.03.2013))**.

До публікації у журналі приймаються статті українською, російською або англійською мовами узагальнювального або проблемного характеру (до 30 000 знаків з пробілами), методичного характеру (до 24 000), повідомлення про результати наукових та / або практичних досліджень (до 18 000), які раніше ніде не видавалися. Статті більшого обсягу, зокрема оглядові, можуть бути прийняті за рішенням редколегії.

Стаття має бути написана в Microsoft Word версії 2003 або раніше. Документи Word 2007, у форматі *docx* не приймаються. Змінні мають бути написані курсивом, а цифри, скорочені математичні терміни (наприклад, \sin , \arcsin , \lg , \lim , const , \max) і константи — прямим шрифтом). Цифри, які позначають межі якоїсь величини, розділяються трикрапкою, наприклад, 20...80 мм. Підписи до рисунків та назви таблиць мають бути українською (російською) та англійською мовами.

Усі статті публікуються за наявності позитивної зовнішньої рецензії. Матеріали рецензуються членами редакційної колегії журналу і сторонніми незалежними експертами, виходячи з принципу об'єктивності і позицій вищих міжнародних академічних стандартів якості.

Зміст статті та якість перекладу (українською, російською або англійською мовами) переглядаються редакцією журналу, проте відповідальність за зміст статті та якість перекладу несуть автори. Текст статті, розширена анотація англійською мовою мають завірятися бюро перекладів. Редакція залишає за собою право на переклад статті українською мовою (авторів з України), стилістичну правку рукопису без згоди автора.

Наведені нижче додаткові вимоги, що стосуються анотації та списку використаних джерел, обумовлені обов'язковими вимогами світових реферативних баз даних.

Якщо статтю оформлено з порушенням зазначених вимог та правил, редакція журналу після попереднього розгляду повідомляє авторам стосовно необхідності її доопрацювання. Остаточний висновок щодо публікації схвалює редакційна колегія журналу.

Подані статті, окрім замовлених редакцією, після урахування та узгодження зауважень і побажань, викладених у зовнішній рецензії, друкуються в журналі за умови його передплати організацією, яка представляє статтю, та оплати мінімальної кількості авторських примірників. Автори, які передплатили журнал особисто, отримують авторський примірник безоплатно.

Структура статті

Індекс УДК (або відповідний індекс міжнародного кодування).

Автори (ПІБ) 3 мовами (українською, російською, англійською).

Назва (до 10 слів) 3 мовами (українською, англійською, російською).

Анотація 2 мовами (українською, російською). Має бути наведена коротка інформація стосовно основних ідей статті, підкреслено, що нового в ній та наведено основні результати та висновки. Має містити до 500 знаків (включаючи пробіли). **Розширена анотація англійською**. Має містити до 1500 знаків (включаючи пробіли). У ній має бути

зазначено, чому присвячена стаття, що в ній нового, короткий опис змісту статті з посиланнями на номери рисунків, таблиць, пунктів і цитованої літератури, висновки авторів.

Ключові слова 3 мовами (українською, російською, англійською), до 10 слів.

Вступ пишеться у формі, доступній для розуміння широкому колу спеціалістів відповідної галузі науки. У ньому наводяться: обґрунтування актуальності проблеми, розв'язуваної автором, аналіз останніх досліджень і публікацій, в яких розпочато вирішення проблеми і на які спирається автор; виокремлення не вирішених раніше частин загальної проблеми, яким присвячується стаття.

Мета статті і постановка досліджень. Формулювання цілей статті, постановка проблеми у загальному вигляді, її зв'язок з важливими науковими або практичними завданнями.

Основний текст статті. Викладаються і ґрунтовно роз'яснюються отримані твердження і результати. Їх можна розбивати на розділи з назвами, які відображають зміст. Необхідні для глибшого розуміння змісту статті матеріали виносяться у додаток; найбільш громіздкі й об'ємні частини слід позначати певними символами. Не слід перевантажувати статтю надмірною кількістю формул, дублюванням одних і тих самих результатів у формулах, таблицях та графіках. Бажано уникати довгих назв таблиць; уживані у статті маловідомі позначення і терміни необхідно пояснити.


Заклучна частина. Має містити приклад (якщо це можливо), який ілюструє ефективність отриманих результатів, та висновки, що відображають нові відомості, отримані автором (авторами), рекомендації щодо їх практичного застосування і перспективи подальшого розвитку запропонованого напрямку. Висновки та рекомендації мають повною мірою відповідати змісту основного тексту.

Список використаних джерел. У роботі мають бути посилання не менше ніж на 10 джерел, переважно на наукові статті, опубліковані в журналах, проіндексованих наукометричними базами даних (Web of Science). Посилання іноземною мовою мають бути написані в оригінальній версії, кирилицею — потім латиницею (<http://www.translit.ru/>; <http://translit.kh.ua/#passport> за постановою Кабінету Міністрів України від 27.01.2010 р. № 55).

Список літератури має бути поданий двома мовами (мовою статті та англійською). Для оформлення списку англійською мовою переважним є стиль APA (<http://www.apastyle.org/>). Зазначаються всі автори. Список мовою статті оформлюється за ДСТУ ГОСТ 7.1:2006.

Відомості про авторів 3 мовами (українською, російською, англійською). Всі відомості подаються у називному відмінку.

До редакції подаються:

- Електронний варіант статті українською, або російською, або англійською мовами.
- Два примірники статті у роздрукованому варіанті (підписані на зворотній стороні останнього аркуша усіма авторами).
- Експертний висновок (два примірники) щодо можливості опублікування матеріалів.
- Рецензія на статтю (доктора наук, професора).
- Рекомендація від організації, де проводилися дослідження (витяг із засідання кафедри).
- Довідка про авторів (прізвище, ім'я, по батькові (повністю), науковий ступінь, вчене звання, почесні звання, посада, повна назва установи, номери телефонів та e-mail для зв'язку); кольорові фото авторів, організацій, лабораторій, які вони представляють, та за темою статті для її художнього оздоблення. 

ХАРКІВСЬКА ФІЛІЯ ДП «УкрНДНЦ»

Харківська філія ДП «Український науково-дослідний і навчальний центр проблем стандартизації, сертифікації та якості» проводить підвищення кваліфікації державних повірників, повірників метрологічних служб підприємств та організацій, фахівців калібрувальних, випробувальних та вимірювальних лабораторій, метрологічних служб підприємств, а також спеціалістів, які працюють у напрямках стандартизації, сертифікації та управління якістю. Після успішного закінчення курсу слухачі отримують посвідчення чи посвідчення з сертифікатом ДП «УкрНДНЦ».

План набору слухачів на 2014 рік

Ч/ч	Курс	Період навчання
	1. Підвищення кваліфікації фахівців повірочних та калібрувальних лабораторій з повірки та калібрування засобів вимірювальної техніки за видами вимірювань:	
1.1	геометричних величин	31.03 — 12.04; 08.12 — 19.12
1.1.1	спеціалізованих засобів вимірювань геометричних величин на залізничному транспорті	у міру комплектування, 1 тиждень
1.1.2	колієвимірювальних шаблонів	у міру комплектування, 1 тиждень
1.1.3	шаблонів вагонного господарства	у міру комплектування, 1 тиждень
1.2	механічних величин	12.05 — 23.05
1.2.1	маси	12.05 — 19.05
1.3	параметрів потоку, витрат, рівня та об'єму речовин	16.06 — 27.06
1.3.1	маси, об'єму, місткості та витрати	16.06 — 27.06
1.3.2	маси, об'єму, місткості	16.06 — 27.06
1.3.3	об'єму, місткості	16.06 — 20.06
1.4	температури, тиску, витрати	10.03 — 21.03; 10.11 — 21.11
1.4.1	температури, тиску	10.03 — 21.03; 10.11 — 21.11
1.4.2	тиску	10.03 — 17.03; 10.11 — 17.11
1.5	електричних величин	03.02 — 14.02; 22.09 — 03.10
1.5.1	електричних величин на залізничному транспорті	у міру комплектування, 1 тиждень
1.6	радіотехнічних величин	03.02 — 14.02; 22.09 — 03.10
1.6.1	радіотехнічних величин на залізничному транспорті	у міру комплектування, 1 тиждень
	2. Підвищення кваліфікації фахівців за курсами:	
2.1	Забезпечення єдності вимірювань на підприємстві	07.04. — 18.04; 20.10 — 31.10
2.2	Метрологічна експертиза технічної документації	07.04. — 18.04; 20.10 — 31.10
2.3	Забезпечення єдності вимірювань в закладах охорони здоров'я	26.05 — 30.05
2.4	Забезпечення єдності вимірювань ВК ВІС та АСК ТП. Метрологічний контроль ВК	30.06 — 11.07
2.5	Забезпечення єдності вимірювань в калібрувальних та вимірювальних лабораторіях	07.04 — 11.04; 20.10. — 24.10
2.5.1	Забезпечення відповідності калібрувальних та вимірювальних лабораторій критеріям атестації в ДМС, підготовка до атестації	07.04 — 11.04; 20.10. — 24.10
2.6	Забезпечення єдності вимірювань при проведенні контролю колісних транспортних засобів	27.01 — 31.01; 24.03 — 28.03
2.6.1	Забезпечення єдності вимірювання димності відпрацьованих газів двигунів автомобілів згідно з ДСТУ 4276:2004	27.01 — 31.01; 24.03 — 28.03
2.7	Забезпечення єдності вимірювання та обліку витрат енергоносіїв	13.01 — 17.01; 02.06 — 06.06; 24.11 — 28.11
2.7.1	Забезпечення обліку якості та кількості вугілля при прийманні на підприємствах	у міру комплектування, 1 тиждень
2.7.2	Забезпечення єдності вимірювання та обліку витрати природного газу	13.01 — 17.01; 02.06 — 06.06; 24.11 — 28.11
2.7.3	Основні методи та засоби вимірювання витрати та кількості газу на підприємствах постачання газу споживачам. Калібрування та повірка ЗВТ	13.01 — 17.01; 02.06 — 06.06; 24.11 — 28.11
2.8	Розробка та атестація методик виконання вимірювань. Оцінка похибки та невизначеності вимірювань	17.02 — 21.02
2.9	Технічне регулювання в Україні	27.01 — 31.01; 16.06 — 20.06
2.10	Розробка і впровадження систем управління якістю	27.01 — 31.01; 27.10 — 31.10
2.10.1	Забезпечення функціонування систем управління якістю та проведення внутрішнього аудиту	27.01 — 31.01; 27.10 — 31.10
2.11	Стандартизація, розробка та впровадження нормативних документів	02.06 — 06.06
2.12	Тепловізійні вимірювання. Тепловізійні методи контролю і діагностика	27.01 — 31.01; 24.03. — 28.03; 24.11 — 28.11; 01.12 — 05.12
2.13	Проведення вимірювань та випробувань електротехнічними лабораторіями	24.02 — 28.02; 01.12 — 05.12
2.14	Підготовка внутрішніх аудиторів систем екологічного менеджменту (ISO 14001:2004)	у міру комплектування, 1 тиждень
2.15	Вимоги до калібрувальних та випробувальних лабораторій відповідно до ДСТУ ISO/IEC 17025:2006. Внутрішній аудит в лабораторіях	20.01 — 24.01; 03.11 — 07.11
2.15.1	Вимоги до калібрувальних лабораторій відповідно до ДСТУ ISO/IEC 17025:2006. Оцінювання невизначеності вимірювань	20.01 — 24.01; 03.11 — 07.11
2.15.2	Вимоги до випробувальних лабораторій відповідно до ДСТУ ISO/IEC 17025:2006. Оцінювання невизначеності вимірювань	20.01 — 24.01; 03.11 — 07.11
	3. Підвищення кваліфікації та тематичні семінари на вїзній базі Харківській філії ДП «УкрНДНЦ»:	
3.1	Забезпечення єдності вимірювань на підприємстві (для метрологів з досвідом роботи)	21.04 — 25.04; 13.10 — 17.10
3.1.1	Особливості забезпечення єдності вимірювань в сучасних умовах	23.04 — 25.04; 15.10 — 17.10
3.2	ISO 14001:2004. Аудитор систем екологічного менеджменту	жовтень, квітень

Заявки на навчання надсилає на адресу Харківської філії ДП «УкрНДНЦ», електронну адресу або факсом.

Комплектування додаткових груп проводиться на замовлення підприємств. За вимогою підприємств надсилаємо інформаційні листи з тематикою окремих курсів навчання.

61002, м. Харків, вул. Митрофанівська, 40, кімн. 3; тел./факс: (057) 752-00-89, 752-00-69; 050 403-84-90; e-mail: hf_ukrndnc@i.ua
Навчально-методичний відділ