

Вимірюйте  
усе доступне вимірюванню  
й робіть недоступне вимірюванню  
доступним.

Галілео Галілей

ISSN 2307-2180

# Метрологія



# та прилади

№ 4(54), 2015

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.  
Косач Н. І., д. т. н., с. н. с.  
Кошева Л. О., д. т. н., проф.  
Крюков О. М., д. т. н., проф.  
Кузьменко Ю. В.  
Мачехін Ю. П., д. т. н., проф.  
Назаренко Л. А., д. т. н., проф.  
Неежмаков П. І., д. т. н. доц.  
Петришин І. С., д. т. н., проф.  
Пістун Є. П., 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.  
Науковий редактор — відповідальний  
секретар Винокуров Л. І.  
Дизайнер-верстальник Зайцев Ю. О.

Журнал **рекомендовано до друку**  
вченою радою ХНУРЕ  
(протокол №7 від 03.08.2015)

**Видавник** ВКФ «Фавор»

**Адреса редакції:**

61002, Харків, вул. Мироносицька, 40;  
Тел.: (057) 700-46-81, (095) 00-68-665  
E-mail: metrolog-prylady@ukr.net  
mp@metrology.kharkov.ua  
<http://www.metpriladi.com/>

Підписано до друку 31.08.2015.  
Формат 60×84/8. Папір крейдований.  
Ум. друк. арк. 8,43. Обл.-вид. арк. 7,13.  
Друк офсетний. Тираж 500 прим.  
Замовлення № 15.

© «Метрологія та прилади», 2015

**Р**ік, що минув між 23 і 24 річницями незалежності України, виявився найважчим в історії нашої держави. Розпочавшись з відкритого вторгнення російських військ на територію суверенної країни, він став роком окупації ними Криму, частини Донецької та Луганської областей, тривалої війни між сусідніми країнами. Як наслідок — численні жертви як серед військових, так і мирного населення, зруйновані міста і селища, промислові та сільськогосподарські підприємства, мільйони біженців, вкрай складна економічна ситуація.

Проте, кремлівські плани знищення державності України провалилися. Український народ, виявивши високий патріотизм і героїзм, вистояв, дав достойну відсіч агресору. За рік фактично з нуля створено потужні Збройні Сили України, здатні захистити державу, призупинено різке падіння економіки. Величезну роль в цьому відіграли провідні країни світу, надавши Україні істотну фінансову допомогу, застосувавши відчутні економічні й політичні санкції проти Росії.

В останні дні серпня намітилася певна надія на мирне врегулювання проблем Донбасу відповідно до Мінських угод. І хоча мир на лінії розмежування сторін достатньо крихкий, сподіватимемося, що рік прийдешній, до ювілейної 25 річниці незалежності, стане більш прийнятним в історії України.

<b>МІЖНАРОДНЕ СПІВРОБІТНИЦТВО</b>	<b>INTERNATIONAL COOPERATION</b>
Левбарг О. Засідання Технічного комітету ISO/TC 193 «Природний газ» ..... 3	Levbarg O. The Meeting of Technical Committee ISO/TC 193 «Natural Gas» ..... 3
<b>МІЖНАРОДНІ ЗВІРЕННЯ ЕТАЛОНІВ</b>	<b>INTERNATIONAL COMPARAISONS OF MEASUREMENT STANDARDS</b>
Рожнов М., Гаврилкін В., Прокопенко Л., Стеннік О. Міжнародні ключові звірення еталонів електролітичної провідності рідин COOMET.QM-K36 ..... 5	Rozhnov M., Gavrylkin V., Prokopenko L., Stennik O. International Key Comparisons of the Liquids Electrolytic Conductivity Standards COOMET.QM-K36 ..... 5
<b>ЕТАЛОНИ ТА ЕТАЛОННІ УСТАНОВКИ</b>	<b>STANDARDS AND STANDARD MACHINES</b>
Воронцов Є., Гиря П., Лобойченко М., Коршунов В., Народницький Г. Щодо похибки еталонних металевих мірників 1-го розряду, які використовують як еталони порівняння під час звірень ..... 9	Vorontsov Ye., Gyrya P., Loboichenko M., Korshunov V., Narodnytskyi G. Concerning the Error of Standard Metal Tank 1 <sup>st</sup> Level, Which are Used as Standards of Comparison when Comparisons ..... 9
<b>МЕТОДИ ТА МЕТОДИКИ</b>	<b>METHODS AND PROCEDURES</b>
Голуб К., Заболотний О., Заболотний В. Експериментальні дослідження перспективного способу визначення вологості речовин ..... 12	Holub K., Zabolotnyi O., Zabolotnyi V. Experimental Studies of Promising Method Moisture Determination ..... 12
<b>МЕТРОЛОГІЧНІ ХАРАКТЕРИСТИКИ</b>	<b>METROLOGICAL CHARACTERISTICS</b>
Петришин І., Присяжнюк Т., Петришин Н., Бас О., Данів В. Аналіз і оцінка метрологічних характеристик вимірювальної системи енергетичної цінності природного газу ..... 21	Petryshyn I., Prysyazhnyuk T., Petryshyn N., Bas O., Daniv V. Analysis and Evaluation of Metrological Characteristics for Natural Gas Energy Value Measurement System ..... 21
<b>ПОХИБКИ ТА НЕВИЗНАЧЕНОСТІ</b>	<b>ERRORS AND UNCERTAINTY</b>
Лесовой Л., Матіко Ф. Удосконалення рівняння невизначеності результату вимірювання витрати перегрітої пари за допомогою стандартного сопла ..... 28	Lesovoi L., Matiko F. Improving of the Equation of Uncertainty of Superheated Steam Flowrate Measurement Using Standart Nozzle ..... 28
<b>ВІРТУАЛЬНІ ПРИЛАДИ</b>	<b>VIRTUAL DEVICES</b>
Петровська І., Івах Р., Ковальчук О. Методика проектування вольтметра в середовищі LabVIEW для модуля NI USB-6009 ..... 36	Petrovska I., Ivakh R., Kovalchuk O. Design of Voltmeter Methodology in LabVIEW Using NI USB-6009 DAQ Board ..... 36
<b>МОДЕЛЮВАННЯ ВИМІРЮВАЛЬНИХ СИСТЕМ</b>	<b>MEASURING SYSTEMS MODELATION</b>
Мануляк І. Модель оцінювання нижньої межі чутливості міткового перетворювача витрати газу ..... 40	Manulyak I. Model for Assessment of Mark Converter Gas Costs Lower Limits of Sensitivity ..... 40
<b>ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ</b>	<b>TERMS AND DEFINITIONS</b>
Чалий В., Чала О. Щодо обґрунтування терміна «непевність» у вимірюванні ..... 46	Chalyv V., Chala O. As for the Justification of «Incertitude» in the Measurement ..... 46
<b>ГЕДЕЗИЧНА МЕТРОЛОГІЯ</b>	<b>GEODESIC METROLOGY</b>
Тревого І., Цюпак І. Визначення нормальних висот пунктів еталонного геодезичного полігону технологією GNSS ..... 50	Trevoho I., Tsyupak I. Normal Height Points of the Standard Geodetic Test Field Determination by GNSS Technology ..... 50
<b>ХІМІЧНА МЕТРОЛОГІЯ</b>	<b>CHEMICAL METROLOGY</b>
Козубовський В. Іон-селективні датчики рідких середовищ ..... 55	Kozubovskyy V. Ion-selective Sensors for Liquid Media ..... 55
<b>СЕМІНАРИ, КОНФЕРЕНЦІЇ, З'ЇЗДИ</b>	<b>SEMINARS, CONFERENCES, CONGRESSES</b>
Зайцева О., Ісхакова О. IX міжнародна науково-практична конференція «Проблеми обліку теплоти та води» ..... 69	Zaytseva O., Iskhakova O. IX International Scientific-Practical Conference «Problems of Heat and Water Accounting» ..... 69
<b>ОЛІМПІАДИ ТА КОНКУРСИ</b>	<b>OLYMPIADS AND COMPETITIONS</b>
VI Міжнародний конкурс «Кращий молодий метролог KOOMET-2015» ..... 71	VI International Competition «The Best Young Metrolog KOOMET-2015» ..... 71
<b>ПІДГОТОВКА ФАХІВЦІВ</b>	<b>TRAINING EXPERTS</b>
План набору слухачів на 2015 рік ..... 72	State Enterprise for Year 2015 ..... 72
<b>ІНФОРМАЦІЯ</b>	<b>INFORMATION</b>
..... 11	..... 11



**О. Левбарґ**, начальник лабораторії, ДП «Укрметртестстандарт», м. Київ

**26**-е засідання Технічного комітету (ТК) ISO/TC 193 «Природний газ», його підкомітетів та робочих груп відбулося у Мілані, Італія, з 30 червня до 3 липня 2015 року. У ньому взяли участь представники 15 країн (Бразилії, Великобританії, Іспанії, Італії, Китаю, Кіпру, Нідерландів, Німеччини, Норвегії, Росії, США, Таїланду, України, Франції, Чехії).

Робота ТК розпочалася з засідань робочих груп, на яких, відповідно до їхньої спеціалізації, було розглянуто проекти міжнародних стандартів, інших документів, які нині розробляє ISO/TC 193, а також пропозиції щодо нових тем. Основні питання, які обговорено на засіданнях, такі:

- обчислення термодинамічних властивостей природного газу;
- аналіз природного газу методом газової хроматографії;
- обчислення теплоти згорання і густини природного газу за його складом та оцінка непевності (невизначеності) результатів;
- одоризація;
- визначення вмісту сірки;
- визначення вмісту кисню;
- відбирання проб газу;
- визначення енергії природного газу.

Методи обчислення термодинамічних властивостей природного газу викладено у стандартах серії ISO 20765. У 2015 році опубліковано другу частину: ISO 20765-2 «Природний газ. Обчислення термодинамічних властивостей. Частина 2. Властивості в однофазному стані (газ, рідина та надкритичний стан) у розширеному діапазоні застосування». Найближчим

часом заплановано завершити роботу над третьою частиною, ISO 20765-3, присвяченою властивостям природного газу у двофазному стані, та четвертою, ISO 20765-4, в якій представлятимуться методи обчислення в'язкості, коефіцієнта Джоуля-Томсона, показника адіабати та швидкості звуку. Розпочато роботу над п'ятою частиною, ISO 20765-5, яка встановлюватиме спрощений метод обчислення термодинамічних властивостей природного газу за неповними даними щодо його складу.

Стосовно хроматографічного аналізу природного газу, актуальним є питання доповнення та перегляду стандартів серії ISO 6974. Прийнято рішення щодо розроблення нових частин: ISO 6974-3, присвяченої визначенню прецизійності та зсуву результатів вимірювань, та ISO 6974-4, в якій розглядатимуться різновиди хроматографічного методу з урахуванням різних можливостей, описаних у стандарті ISO 6974-1 (з лінійною або нелінійною калібрувальною функцією, з прямим або непрямим визначенням окремих компонентів тощо). Учасники дискусій погодилися з тим, що чинні на сьогодні стандарти ISO 6974-3 — ISO 6974-6 фактично є конкретними прикладами технічної реалізації загального методу газової хроматографії, однак не стали, за своєю суттю, нормативними документами. За результатами обговорення прийнято таке рішення: скасувати нині чинні стандарти ISO 6974-3 та ISO 6974-4 зараз, а ISO 6974-5 та ISO 6974-6 — після розроблення нового стандарту ISO 6974-4, до якого включатимуться довідкові додатки з прикладами конкретної реалізації методу (типи та кількість колонок, детекторів, режими роботи тощо). Також, відповідно до пропозиції



України, вирішено видати виправлені версії стандартів ISO 6974-1, поправку до якого опубліковано раніше, та ISO 6974-2 з виправленими помилками у деяких рівняннях.


Схвалено остаточну версію проекту стандарту ISO 6976 (ISO/DIS 6976), присвяченого обчисленню теплоти згорання, густини та числа Воббе природного газу за його компонентним складом, та одночасно завершено роботу над технічним звітом ISO/TR 29922, який містить допоміжну інформацію та роз'яснення щодо обчислення густини та теплоти згорання природного газу згідно з ISO 6976. Обидва документи заплановано опублікувати у 2016 році.

Робоча група з питань одоризації завершує роботу над документом ISO 18222 «Природний газ. Ольфактометричний метод встановлення залежності між концентрацією одоранту у повітрі та інтенсивністю запаху». Після прийняття остаточного рішення щодо його статусу (стандарту чи технічного звіту) документ опублікують. Нова тема з одоризації — розроблення стандартизованої методики оцінювання характеру запаху речовин, які пропонують застосовувати як одоранти природного газу. Таке завдання виникло, по-перше, оскільки запропоновано додавати до природного газу речовини, які, на відміну від традиційних одорантів, не містять сірки, але й характер запаху в них зовсім інший. По-друге, введення до газових мереж біометану (біогазу) також змушує шукати нові підходи до одоризації, оскільки біогаз може мати достатньо сильний запах, причому різний, залежно від застосованої сировини, але цей запах може бути не ідентифікований як сигнал стосовно витікання газу та загрози вибуху. Відзначено, що у різних країнах застосовують різні підходи як до характеристики запаху одорантів, так і до навчання населення відносно розпізнавання запаху, поява якого свідчить щодо витікання газу.

На засіданні робочої групи з визначення енергії природного газу розглядали можливі зміни у стандарті ISO 15112 «Природний газ. Визначення енергії» з урахуванням, зокрема, змін у законодавстві щодо організації європейського ринку природного газу, удосконалення методу обчислення непевності, застосування нових методів вимірювання витрати газу тощо.

Після засідань робочих груп відбулися засідання підкомітету ISO/TC 193/SC1 «Аналіз природного газу» та ТК ISO/TC 193, на яких узагальнено результати роботи над проектами документів, ухвалено плани подальшої роботи, прийнято рішення стосовно поширення сфери діяльності ISO/TC 193 на визначання складу та властивостей біометану, сланцевого газу, інших замінників природного газу.

Зауваження України з багатьох питань порядку денного висловлено як шляхом письмового голосування, так і безпосередньо під час дискусій на засіданнях, і переважну їх кількість було прийнято та враховано у документах ISO/TC 193. У такий спосіб представники України роблять свій внесок у розроблення міжнародних стандартів, які надалі впроваджуватимуться в Україні. Гармонізація національних нормативних документів у зазначеній сфері з міжнародними стандартами є необхідною умовою для утвердження України як активного та рівноправного учасника європейського ринку природного газу.

Участь у міжнародній діяльності, зокрема, у роботі ТК ISO/TC 193 «Природний газ» дає можливість вести на сучасному рівні роботи зі стандартизації у рамках Технічного комітету України ТК 122 «Аналіз газів, рідких та твердих речовин», підтримувати контакти та вести спільну роботу з провідними фахівцями у сфері фізико-хімічних вимірювань — представниками метрологічних інститутів, інших установ і організацій з різних країн світу. 



УДК 53.089.68

# МІЖНАРОДНІ КЛЮЧОВІ ЗВІРЕННЯ ЕТАЛОНІВ ЕЛЕКТРОЛІТИЧНОЇ ПРОВІДНОСТІ РІДИН COOMET.QM-K36

**М. Рожнов**, кандидат хімічних наук, заступник директора науково-виробничого інституту,  
**В. Гаврилкін**, начальник науково-виробничого відділу,  
**Л. Прокопенко**, провідний науковий співробітник,  
**О. Стеннік**, молодший науковий співробітник,  
ДП «Укрметртестстандарт», м. Київ

*Представлено результати ключових міжнародних звірень національних еталонів електролітичної провідності рідин COOMET.QM-K36 (тема COOMET 540/UA/11). Більшість учасників звірень підтвердила еквівалентність результатів у межах заявленої невизначеності.*

*Results are presented of the international key comparisons of the national measurement standards of liquids electrolytic conductivity COOMET.QM-K36 (project COOMET 540/UA/11). The majority of participants of the comparisons confirmed the equivalence of the results within the stated uncertainty.*

**Ключові слова:** міжнародні ключові звірення, національні еталони, електролітична провідність, рідина.  
**Keywords:** international key comparisons, national measurement standards, electrolytic conductivity, liquid.

**М**іжнародні звірення еталонів — це науково-технічна основа для підтвердження їхніх метрологічних характеристик у процесі експлуатації, для реєстрації калібрувальних та вимірювальних можливостей (СМС) національних метрологічних інститутів (НМІ) країн-учасниць звірень та науково-методична основа для аналізування необхідності та способів удосконалення і модернізації еталонів.

ДП «Укрметртестстандарт» бере активну участь у проведенні міжнародних звірень еталонів у сфері вимірювань фізико-хімічних величин (5-8 звірень щорічно), які здійснюються під егідою Консультативного Комітету з хімічної метрології (CCQM) Міжнародного Бюро з мір та вагів (BIPM) або ТК COOMET 1.8 «Фізико-хімія».

Ця публікація продовжує знайомство фахівців з найбільш значимими результатами завершених звірень, певну інформацію стосовно яких опубліковано раніше [1—4].

Нагадаємо, що СМС реєструють у базі даних KCDB BIPM лише на підставі позитивних результатів ключових міжнародних звірень. Що стосується ДП «Укрметртестстандарт», 3 рядки СМС у сфе-

рі вимірювань електролітичної провідності рідин, які охоплюють увесь практичний діапазон вимірювань, на підставі результатів міжнародних звірень CCQM-K36.1 [2, 5] занесено до KCDB у 2009 році.

Масштабні ключові звірення CCQM потребують багато методичних та організаційних зусиль, плануються і обговорюються світовою метрологічною спільнотою завчасно і проводяться, якщо виникають загальні потреби в уточненні сучасного світового метрологічного рівня у відповідних сферах вимірювань. Наприклад, у звірненнях CCQM-K36 брали участь 14 НМІ країн Європи, Азії та Америки. Для НМІ, які не брали участі в таких звірненнях, але мають наміри зареєструвати власні СМС, існує можливість провести додаткові регіональні ключові звірення за участю двох-трьох провідних НМІ, які мають надійні позитивні результати у попередніх загальносвітових звірненнях. Результати учасників таких додаткових звірень за встановленою методикою пов'язуються з опорним значенням раніше проведених звірень та отримують відповідну оцінку ступеня еквівалентності.

За рішенням ТК 1.8 COOMET такі додаткові ключові звірення для НМІ країн-учасників COOMET

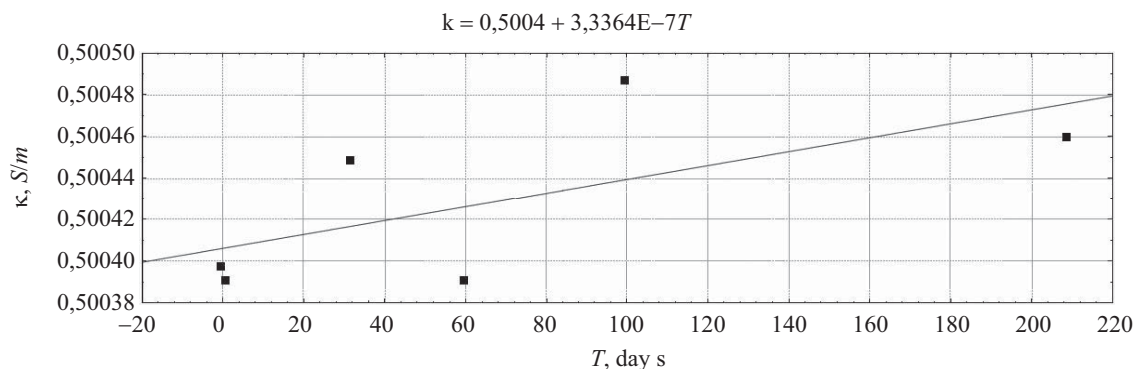


Рис. 1. Зміна провідності зразків за час проведення звірень

Fig. 1. Variation of the samples conductivity during the comparison

(пізніше до них приєднався INDESCOPI (Перу)), проведено протягом 2011–2015 років за темою COOMET 540/UA/11: «Ключові звірення COOMET. QM-K36. «Електролітична провідність 0,5 См/м». Координатором (пілот-лабораторією) звірень призначено ДП «Укрметртестстандарт».

Остаточний звіт стосовно звірень зареєстровано в базі даних KCDB BIPM у березні 2015 року.

## 1. РЕЗУЛЬТАТИ ЗВІРЕНЬ

### 1.1 Учасники звірень

У звіреннях взяли участь 8 НМІ: БелГІМ (Білорусь); GEOSTM (Грузія); КазИнМетр (Казахстан); INDESCOPI (Перу); ВНИИМ, ВНИИФТРИ (Росія); SMU (Словаччина), ДП «Укрметртестстандарт» (Україна, координатор).

### 1.2 Підготування, розсилання та дослідження стабільності зразків

Зразки розчинів приготували на основі деіонізованої води та очищеного хлориду калію за спеціальною методикою, яка передбачала очищення і контроль ступеня чистоти вихідних матеріалів, контроль стабілізації характеристик розчинів перед пакуванням для розсилання тощо.

Перед транспортуванням зразки упаковували у подвійні пакети з фольгованого та прозорого пластику. Масу зразків визначали для кожної пляшки розчину, наданої учасникам звірень. Порівняння мас пляшок, отриманих учасниками звірень, з масою пляшок перед відправленням дозволило встановити наявність ушкоджень тари під час транспортування, митного контролю тощо, що призвело до витікання або випаровування розчину. Зразки, маса яких за час транспортування зменшилася більше, ніж на 0,02 %, замінили для окремих учасників звірень.

Певну кількість зразків також залишили у координатора для дослідження їхньої стабільності у пе-

ріод проведення вимірювань. Вимірювання (рис. 1), проведені протягом 7-ми місяців, свідчать стосовно відсутності значимої тенденції зміни провідності за зазначений час (зміни складають половину значення сумарної стандартної невизначеності результатів вимірювань  $u_c(\kappa) = 1,25 \times 10^{-4}$  См/м ( $\kappa = 1$ )), тому корекцію результатів звірень визнано недоцільною.

### 1.3 Експериментальні результати

Звіти учасників звірень стосовно експериментальних досліджень отримано у період із січня до червня 2012 року. Вимірювання проводилися з використанням як первинних, так і вторинних еталонних кондуктометричних комірок, які демонстрували найвищі вимірювальні можливості країн-учасниць зі стандартною невизначеністю, оціненою ними згідно з [7].

У таблиці 1 та на рис. 2 представлено результати вимірювання електролітичної провідності НМІ країн-учасниць звірень.

Таблиця 1. Результати вимірювань електролітичної провідності  $\kappa$  і оцінки стандартної невизначеності  $u(\kappa)$ Table 1. Measured electrolytic conductivity  $\kappa$  and estimated standard uncertainty  $u(\kappa)$ 

НМІ	Країна	$\kappa$ , См/м	$u(\kappa = 1)$ , См/м
БелГІМ	Білорусь	0,49952	$3,6 \times 10^{-4}$
ВНИИФТРИ	Росія	0,50002	$1,5 \times 10^{-4}$
GEOSTM	Грузія	0,50021	$4,0 \times 10^{-4}$
SMU	Словаччина	0,50032	$1,7 \times 10^{-4}$
ДП «Укрметртест-стандарт»	Україна	0,50039	$1,3 \times 10^{-4}$
INDESCOPI	Перу	0,50074	$7,9 \times 10^{-4}$
ВНИИМ	Росія	0,5010	$2,0 \times 10^{-4}$
КазИнМетр	Казахстан	0,5038	$3,0 \times 10^{-4}$

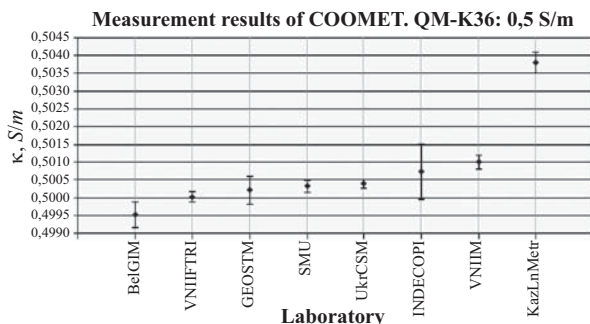


Рис. 2. Результати вимірювання електролітичної провідності та оцінювання невизначеності ( $\kappa = 1$ ).

Результати ДП «Укрметртестстандарт» — під акронімом «UkrCSM».

Fig. 2. Measured electrolytic conductivity  $k$  and estimated uncertainty  $u(\kappa = 1)$

SE «Ukrmetrteststandard» is represented by the acronym «UkrCSM».

#### 1.4 Оцінка ступеня еквівалентності

Для зв'язку отриманих даних регіональних звірень з раніше проведеними ключовими звіреннями використано один із методів, зазначених у настанові [8]. Він дозволяє оцінити ступінь еквівалентності еталонів НМІ, які беруть участь у регіональних ключових звіреннях, відносно до опорного значення ключових звірень, обчисленого на основі результатів вимірювань зв'язувальних НМІ. Результати звірень для зв'язувальних НМІ представлено в таблиці 2.

Згідно з [7] алгоритм зв'язування результатів регіональних ключових звірень складається з таких етапів:

1) обчислення трансформованих даних  $\kappa_i'$  учасників регіональних ключових звірень у відповідності з формулою (1):

$$\kappa_i' = \kappa_i + \Delta \quad (1)$$

де  $\kappa_i$  — результати учасників COOMET.QM-K36;  $\Delta$  — адитивна поправка, оцінка якої і відповідна невизначеність обчислюються відповідно за формулами (2) і (3):

$$\Delta = \left( \sum_{L=1}^3 \Delta_i / S_i^2 \right) / \sum_{L=1}^3 S_i^{-2} \quad (2)$$

де  $\Delta_i$  — різниця результатів зв'язувальних НМІ, представлених у CCQM-K36  $\kappa_{iK36}$  і у COOMET.QM-K36  $\kappa_{iCOOMET}$ ;  $\Delta_i = \kappa_{iK36} - \kappa_{iCOOMET}$ ;  $S_i$  — СКВ результатів, отриманих у зв'язувальних НМІ, за умов проміжної прецизійності (табл. 2).

$$u(\Delta) = \sqrt{2 / \sum_{L=1}^3 S_i^{-2}}; \quad (3)$$

2) обчислення ступеня еквівалентності еталонів  $d_i$  з відповідною невизначеністю  $u(d_i)$  за

Таблиця 2. Результати зв'язувальних НМІ, отримані в ключових звіреннях CCQM-K36

Table 2. Results of the linking NMIs obtained in key comparisons CCQM-K36

НМІ	Країна	Результат вимірювань, $\kappa_{i-K36}$ , СМ/М	СКВ, $S_i$ , СМ/М	$\kappa_{ref}$ , СМ/М	$u(\kappa_{ref})$ , СМ/М
ВНИИФТРИ	Росія	0,50653	$4,5 \times 10^{-5}$	0,506992	0,000072
SMU	Словаччина	0,50684	$1,1 \times 10^{-5}$		
ДП «Укрметртестстандарт»	Україна	0,50697	$3 \times 10^{-5}$		

формулами:

$$d_i = \kappa_i' - \kappa_{ref} \quad (4)$$

$$u(d_i) = \sqrt{u^2(\kappa_i) + u^2(\kappa_{ref}) + u^2(\Delta) \times \left[ 1 - u^2(\kappa_{ref}) \cdot \sum_{L=1}^3 u^{-2}(\kappa_{i-K36}) \right]}; \quad (5)$$

3) обчислення показника  $D_i$ , який показує узгодженість заявлених невизначеностей з результатами ключових звірень, за виконання нерівності:

$$|d_i| \leq 2u(d_i) \quad (6)$$

у відповідності з формулою:

$$D_i = |d_i| / 2u(d_i). \quad (7)$$

У таблиці 3 представлені ступінь еквівалентності результатів  $d_i$ , її розширена невизначеність  $U(d_i)$  і показник узгодженості  $D$  заявлених невизначеностей з результатами ключових звірень.

На рис. 3 представлено ступінь еквівалентності об'єднаних результатів звірень CCQM-K36.a, CCQM-K36.1 і COOMET.QM-K36 для номінального значення електролітичної провідності 0,5 СМ/М.

Таблиця 3. Ступінь еквівалентності результатів

Table 3. Degree of equivalence of results

НМІ	Країна	$d_i$ , СМ/М	$U(d_i)$ , СМ/М	D
БелГІМ	Білорусь	-0,000942	0,000734	-1,28
ВНИИФТРИ	Росія	-0,000442	0,000333	-1,33
GEOSTM	Грузія	-0,000252	0,000813	-0,31
SMU	Словаччина	-0,000142	0,000369	-0,39
ДП «Укрметртестстандарт»	Україна	-0,000072	0,000297	-0,24
INDECOP	Перу	0,000278	0,001467	0,19
ВНИИМ	Росія	0,000938	0,000425	2,21
КазИнМетр	Казахстан	0,003138	0,000617	5,09

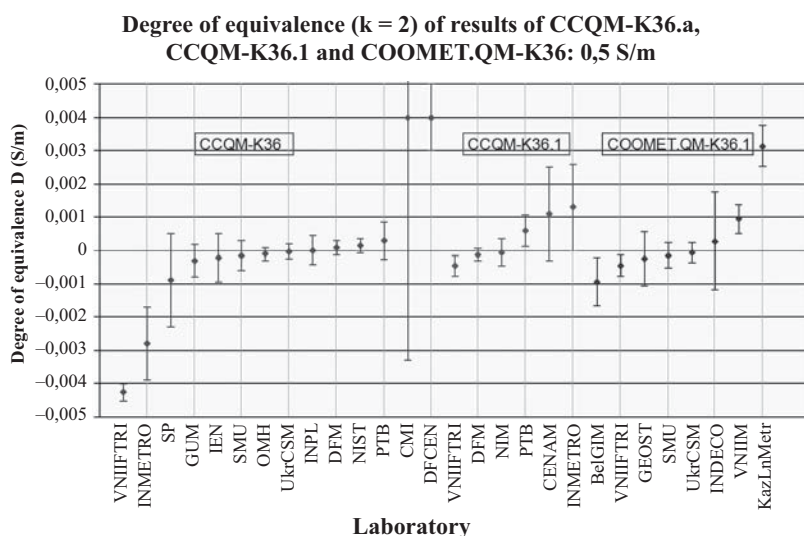


Рис. 3. Ступінь еквівалентності з розширеною ( $k = 2$ ) невизначеністю об'єднаних результатів звірень CCQM-K36.a, CCQM-K36.1 і COOMET.QM-K36

Fig. 3. Degree of equivalence with an expanded ( $k = 2$ ) uncertainty of the combined comparison results CCQM-K36.a, CCQM-K36.1 and COOMET.QM-K36

## 2. ВИСНОВКИ

У звіреннях COOMET.QM-K36 взяли участь 8 національних метрологічних інститутів. Кожний інститут виконав вимірювання на зразках водного розчину хлориду калію з номінальним значенням електролітичної провідності 0,5 См/м. Більша частина учасників підтверджує еквівалентність результатів у межах заявленої невизначеності, оцінену через зв'язувальні інститути.

Результати цих звірень можна вважати представницькими для підтвердження СМС в діапазоні від 0,1 до 1,3 См/м.

## СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ / REFERENCES

1. Гаврилкін В.Г., Нагібін С.Н., Прокопенко Л.В. Результати міжнародних звірень еталонів електролітичної провідності рідин. IV Міжнародна науково-технічна конференція «Метрологія та вимірювальна техніка «Метрологія 2004». Наукові праці конференції. — Харків: Національний науковий центр «Інститут метрології» (Gavrylkin V.G., Nagibin S.M., Prokopenko L.V. Results of the international comparisons of electrolytic conductivity standards. IV International conference «Metrology and measurement equipment «Metrology 2004». Papers of the conference. — Kharkiv: National Research Center «Institute of Metrology») 2004, с/р. 340—343.
2. В. Гаврилкін, С. Нагібін, Л. Прокопенко. Ключові звірення еталонів електролітичної провідності рідин. Метрологія та прилади (V. Gavrylkin, S. Nagibin, L. Prokopenko. Key comparisons of the liquid electrolytic conductivity standards. Metrology and instruments) 2007, № 3, с/р. 10—14.
3. В.Г. Гаврилкін, С.Н. Нагібін, А.А. Манская, М.Н. Сурду, В.И. Забурдаев, В.М. Ким, В.П. Бережной, К.А. Кузьмин, Ю.И. Шаповалов. Результаты измерений электролитической проводимости и практической солёности морской воды в международном проекте CCQM-P111. Сб. науч. трудов «Системы контроля окружающей среды» / Средства, информационные технологии и мониторинг // МГИ НАНУ. — Севастополь (V.G. Gavrylkin, S.N. Nagibin, A.A. Manska, M.N. Surdu, V.I. Zaburdaev, V.M. Kim, V.P. Berezhnoy, A.K. Kuzmin, Y.I. Shapovalov. Results of the electrolytic conductivity and practical seawater salinity measurements of the international project CCQM-P111. Collected papers «System of environmental monitoring» / Tools, information technology and monitoring // MGI NASU. — Sevastopol) 2009. — с/р. 84—94.
4. М.С. Рожнов, В.Г. Гаврилкін, Л.В. Прокопенко, А.Ю. Стенник. Результаты международных сличений в области измерений электролитической проводимости морской воды по международным проектам CCQM-K105 и CCQM-P142. Системы контроля окружающей среды // Сб. науч. тр. МГИ. — Севастополь (M.S. Rozhnov, V.G. Gavrylkin, L.V. Prokopenko, A.Yu. Stennik. The results of international comparisons in the field of the seawater electrolytic conductivity measurements on international projects CCQM-K105 and CCQM-P142. System environmental monitoring // Collected papers of MGI) — 2014. Выпуск 20. — с/р. 19—26.
5. Final Report for Key Comparison CCQM-K36.1 (Остаточный звіт із ключових звірень CCQM-K36.1) available at [http://www.bipm.org/utis/common/pdf/final\\_reports/QM/K36/CCQM-K36.1.pdf](http://www.bipm.org/utis/common/pdf/final_reports/QM/K36/CCQM-K36.1.pdf).
6. Final Report for Key Comparison COOMET.QM-K36 (Остаточный звіт із ключових звірень COOMET.QM-K36) available at [http://www.bipm.org/utis/common/pdf/final\\_reports/QM/K36/COOMET.QM-K36.pdf](http://www.bipm.org/utis/common/pdf/final_reports/QM/K36/COOMET.QM-K36.pdf).
7. Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement / First edition — ISO/Switzerland. 1993/-101 p. Руководство по выражению неопределенностей. (Рус. Перевод). С-П. — НПО ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, 1999. 134 с/р.
8. COOMET R/GM/14:2006 Руководство по оцениванию данных ключевых сличений COOMET (COOMET R/GM/14:2006 Guidelines for data evaluation of COOMET key comparison).

Отримано / received: 10.07.2015.

Стаття рекомендована до публікації д.т.н., проф. О.М. Величком (Україна).  
Prof. O.M. Velychko, D. Sc. (Techn.), Ukraine, recommended this article to be published.



УДК537.73.389

# ЩОДО ПОХИБКИ ЕТАЛОННИХ МЕТАЛЕВИХ МІРНИКІВ 1-ГО РОЗРЯДУ, ЯКІ ВИКОРИСТОВУЮТЬ ЯК ЕТАЛОНИ ПОРІВНЯННЯ ПІД ЧАС ЗВІРЕНЬ

**Є. Воронцов**, інженер з метрології 1 категорії,

**П. Гиря**, начальник відділу повірки та калібрування ЗВТ у районах області (ВПКРО),

**М. Лобойченко**, інженер з метрології 2 категорії,

**В. Коршунов**, начальник сектору ВПКРО,

ДП «Харківстандартметрологія»,

**Г. Народницький**, доктор технічних наук, директор наукового центру механічних вимірювань,  
ННЦ «Інститут метрології», м. Харків

*Розглянуто складові похибки еталонних металевих мірників 1-го розряду, які використовують як еталони порівняння під час звірень, та основні умови правильного застосування мірників.*

*The components of error for standard metal tank 1st level, which are used as standards of comparison when verifications and proper use of basic tank are considered.*

**Ключові слова:** еталонні металеві мірники, похибка, еталон порівняння.  
**Keywords:** standard metal measuring tanks, error, standard comparison.

**Е**талонні металеві мірники 1-го розряду [1] широко застосовуються для повірки та калібрування еталонних металевих мірників 2-го розряду [1], технічних мірників 1-го класу [2], автомобільних цистерн для харчових рідин [3] і мають нормовану основну похибку  $\pm 0,02\%$ . Для повірки та калібрування еталонних мірників 1-го розряду використовують Держаний первинний еталон одиниці об'єму рідини ДЕТУ 03-03-13, інші еталони та еталонні установки, що мають розширену невизначеність вимірювання, як правило, від 0,005 до 0,01%.

Для проведення звірень еталонів та еталонних установок необхідні міри місткості з високою стабільністю місткості. Як такі міри можна використовувати еталонні металеві мірники 1-го розряду (далі — мірники), якщо нестабільність мірників не менше ніж у 2 рази менша розширеної невизначеності еталонних установок. Іншими словами — якщо розширена невизначеність вимірювань їхньої місткості, пов'язана зі зміною геометричних розмірів мірників, з точністю встановлення нижньої границі меніска води в горловині мірника на рівні верхньої границі лінії позначки номінальної місткості, з дискретніс-

тю об'єму крапель, що витікають з мірника, не менше ніж у 2 рази менша розширених невизначеностей еталонних установок.

Отже, у разі дотримання умов під час вимірювань мірниками таких же жорстких, як і під час звірень, розширена невизначеність вимірювань мірниками практично дорівнюватиме розширеній невизначеності еталонної установки (як правило, не більший 0,01%). За звичайних умов вимірювань (у широкому діапазоні температури води та повітря, визначення положення меніска води без використання оптичних пристроїв, неврахування атмосферного тиску) розширена невизначеність вимірювань мірниками 1-го розряду становить від 0,015 до 0,02%.

Щоби відокремити невизначеність вимірювань еталонних установок від невизначеності вимірювань мірників, зазначимо складові стандартної невизначеності еталонних установок:

- стандартна невизначеність типів А і В зважування дистильованої води в мірнику;
- стандартна невизначеність типу В вимірювання температури води й обчислення за неї густини води;

- стандартна невизначеність типу В вимірювань температури, вологості повітря та атмосферного тиску для обчислення густини повітря;
- стандартна невизначеність типу В обчислення поправки до густини води, зумовленої розчиненим повітрям в дистильованій воді.

Стандартну невизначеність типу В мірників  $u_{\text{Вмірн.}}$  можна записати у виді:

$$u_{\text{Вмірн.}} = \sqrt{u_{\text{Вмірн.розш.}}^2 + u_{\text{Вмірн.меніск}}^2 + u_{\text{Вмірн.крап.}}^2},$$

де складові  $u_{\text{Вмірн.}}$  такі:

$u_{\text{Вмірн.розш.}}$  — стандартна невизначеність, зумовлена неточністю знання коефіцієнта об'ємного розширення  $\beta$  нержавіючої сталі, з якої виготовлено мірники, яка дорівнює [4]  $\beta_{\text{сталі}} \cdot 5\%$ ,  $\beta_{\text{сталі}} = 4,8 \cdot 10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  (в діапазоні температури води  $(20 \pm 1) \text{ } ^\circ\text{C}$ ,  $\beta_{\text{сталі}} \cdot 5\% = 0,00025\%$ );

$u_{\text{Вмірн.меніск}}$  — стандартна невизначеність типу В мірників, зумовлена похибкою сполучення нижньої границі меніска води з верхньою границею лінії позначки номінальної місткості мірників. У разі застосування лупи та наявності ліній позначки з двох сторін горловини, ця похибка відповідає різниці рівнів води в горловині  $\pm 0,2$  мм. З урахуванням того, що, згідно з [1], похибка мірників  $\pm 0,02\%$  відповідає висоті стовпу води, близької 4 мм, 0,2 мм відповідає похибці об'єму води приблизно  $\pm 0,001\%$ , а стандартна невизначеність з урахуванням рівномірного розподілу дорівнює 0,0006 %;

$u_{\text{Вмірн.крап.}}$  — стандартна невизначеність, зумовлена дискретним (краплями) стіканням води через зливний кран за 60 с після зливання води струменем. Об'єм однієї краплі води залежить від діаметра зливної трубки [5] і складає 0,3 мл для діаметра трубки, більшого 10 мм, та від 0,2 до 0,3 мл для зливних трубок мірників. Експериментально знайдено, що об'єм однієї краплі складає 0,2 мл для мірників місткістю від 1 до 5 дм<sup>3</sup> та 0,3 мл для мірників місткістю, більшою 5 дм<sup>3</sup>. У зв'язку з тим, що зливання крапель відповідає лише збільшенню кількості крапель, що злилися, то, якщо ввести додатну поправку до місткості мірника в розмірі 0,5 краплі, отримаємо похибку внаслідок дискретності крапель, що дорівнює  $\pm 0,25$  крапель, а стандартну невизначеність з урахуванням рівномірного розподілу  $u_{\text{Вмірн.крап.}} = 0,15$  крапель. За отриманими експериментальними даними об'єму крапель, стандартна невизначеність  $u_{\text{Вмірн.крап.}}$  складає: 0,003; 0,0015; 0,0006; 0,00045; 0,00022; 0,00009 % для мірників місткістю 1; 2; 5; 10; 20; 50 дм<sup>3</sup> відповідно.

Стандартна невизначеність типу В мірників складає:

$$u_{\text{Вмірн.}} = \begin{cases} 0,0032\% \text{ для } 1 \text{ дм}^3; \\ 0,0018\% \text{ для } 2 \text{ дм}^3; \\ 0,0012\% \text{ для } 5 \text{ дм}^3; \\ 0,0011\% \text{ для } 10 \text{ дм}^3; \\ 0,0010\% \text{ для } \geq 20 \text{ дм}^3; \end{cases}$$

Стандартна невизначеність типу А мірників дорівнює нулю, а розширена невизначеність  $U_{\text{мірн.}} = 2u_{\text{Вмірн.}}$ .

Із наведених розрахунків можна зробити висновок, що для розширеної невизначеності еталонних установок  $U_{\text{ет}} \geq 0,008\%$ , мірники номінальною місткістю 1 дм<sup>3</sup> не придатні для звірень ( $u_{\text{Вмірн.}} = 0,0064\%$ ). Розширена невизначеність мірників інших місткостей не перевищує половини розширеної невизначеності еталонних установок.

Одна з важливих умов застосування мірників для звірень — забезпечення правильної роботи наливних та зливних кранів, а також з'єднувальних шлангів. Крани не повинні підтікати, що необхідно не лише для забезпечення стабільності об'єму води під час зважування, а й для недопущення підсосу повітря через негерметичні з'єднання шлангів з кранами. Окрім того, в кранах практично всіх конструкцій є щілини між елементами кранів, в яких після відкривання кранів залишається вода.

Для виключення впливу цих щілин на правильність звірень і видалення повітряних бульбашок із води в мірниках рекомендується режим роботи під час звірень, який забезпечує максимальну ідентичність стану мірників перед заливанням води та після її зливання:

1) Випробування на герметичність мірників необхідно проводити з використанням дистильованої води, оскільки водопровідна вода вносить повітряні бульбашки. Під час заливання води через зливний кран шланг має бути хоча б частково прозорим, аби можна було переконатися, що всі повітряні бульбашки із шлангу увійшли до мірника. Після цього шланг не від'єднується від мірника.

2) У разі відсутності підтікань води, вона зливається із мірника. Після закінчення зливання води струменем протягом 30 с зливаються краплі, далі протягом ще 30 с 5 разів закривається та відкривається зливний кран, після чого (через 60 с після закінчення зливання води струменем) закривається зливний кран.

3) Мірник заливається дистильованою водою для вимірювань. Після встановлення рівня води в мірнику і визначення на вагах маси води в ньому, вода зливається через зливний кран струменем,

потім 30 с виконують зливання крапель, ще 30 с — закриття та відкриття зливного крану та (че-

рез 60 с після закінчення зливання струменем) закривається зливний кран.

### СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ / REFERENCES

1. ДСТУ 7218:2011 Метрологія. Мірники металеві еталонні. Методика повірки (калібрування); Чинний з 01.08.2011. — К.: Держспоживстандарт України (ДСТУ 7218:2011 Metrology. Standard metallic gauges. Procedure of verification (calibration); Constituted from 01.08.2011. — К.: Derzspozhyvstandart of Ukraine), — 2011. — 15 с/р. (Ukr.).
2. ДСТУ 7219:2011 Метрологія. Мірники металеві технічні. Методика повірки (калібрування); Чинний з 01.08.2011. — К.: Держспоживстандарт України (ДСТУ 7219:2011 Metrology. Technical metallic gauges. Procedure of verification (calibration); Constituted from 01.08.2011. — К.: Derzspozhyvstandart of Ukraine), — 2011. — 10 с/р. (Ukr.).
3. ДСТУ 7257:2012 Метрологія. Цистерни автомобільні для харчових рідин. Методика повірки (калібрування); Чинний з 01.03.2013. — К.: Держспоживстандарт України (ДСТУ 7257:2012 Metrology. Tanks road for food liquids. Procedure of verification (calibration); Constituted from 01.03.2013. — К.: Derzspozhyvstandart of Ukraine), 2013. — 8 с/р. (Ukr.).
4. Final Report Euromet Project no. 1079 «Volumetric and gravimetric calibration of 20 L proving tank».
5. Иголкин С.И. Поверхностное натяжение и проблема прочности жидких капель / С.Пб.: Балтийский гос. техн. ун-т. — 2004. — С. 21—29 (Igolkin S.I. The surface tension and the problem of the strength of the liquid drops / S.Pb.: The Baltic state. tehn. univ.), — 2004. — С/Р. 21—29. (Rus). ■

Отримано / received: 02.06.2015.

Стаття рекомендована до публікації д.т.н. В.Б. Большаковым (Україна).  
D. Sc. (Techn.) V.B. Bolshakov, Ukraine, recommended this article to be published.

**Міністерство освіти і науки України**  
**Івано-Франківський національний технічний університет нафти і газу (ІФНТУНГ)**  
**Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут» (КПІ)**  
**Харківський національний університет радіоелектроніки (ХНУРЕ)**  
**Національний гірничий університет (НГУ)**  
**Чернігівський національний технічний університет (ЧНТУ)**  
**Інститут проблем математичних машин та систем НАН України (ІПММС)**  
**ТзОВ «Мікрол», ТзОВ «Елекс», ТОВ «Софтсерв», ТОВ «Софтджорн-Україна»**

**2-ГА ВСЕУКРАЇНСЬКА КОНФЕРЕНЦІЯ**  
**«ІНФОРМАЦІЙНІ ТЕХНОЛОГІЇ В ОСВІТІ, ТЕХНІЦІ ТА ПРОМИСЛОВІСТІ» 2015**  
**Івано-Франківський національний технічний університет нафти і газу,**  
**6—9 жовтня 2015 року**

#### Секції роботи конференції:

- автоматизація та комп'ютерно-інтегровані технології
- інформаційно-вимірні технології
- інформаційні технології в освітньому процесі
- математичне моделювання та обчислювальні методи
- інформаційні технології в нафтогазовій галузі

**Подати заявку:** <http://pz.nung.edu.ua/conf-itotp-2015>

Робочі мови конференції: українська, російська, польська, англійська

**Поштова адреса конференції:**  
76019, Україна, м. Івано-Франківськ,  
вул. Карпатська, 15, кім.1413а  
**E-mail:** [conf2015@it.nung.edu.ua](mailto:conf2015@it.nung.edu.ua)





УДК 621.317.39

# ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНІ ДОСЛІДЖЕННЯ ПЕРСПЕКТИВНОГО СПОСОБУ ВИЗНАЧЕННЯ ВОЛОГОСТІ РЕЧОВИН

**К. Голуб**, аспірант,

**О. Заболотний**, кандидат технічних наук, доцент, декан факультету систем управління літальними апаратами,

**В. Заболотний**, кандидат технічних наук, доцент,

Національний аерокосмічний університет ім. М.Є. Жуковського «ХАІ», м. Харків

Проведено експериментальні дослідження перспективного способу визначення вологості речовин. Основне завдання – підтвердження можливості компенсації таким способом «сорткової невизначеності» вимірювань діелектричними вологомірами. Отримано результати перевірки вологості речовин. Дослідження засвідчили, що розглянутий спосіб визначення вологості речовин діелектричними вологомірами дозволяє достатньою мірою компенсувати «сорткову невизначеність» для матеріалів, діелектрична проникність яких варіюється в діапазоні від 2 до 4 (наприклад, зерна, нафти і нафтопродуктів) із вмістом води (0...30) %.

Test methods are one of the most perspective methods allowing to get rid of substance type dependence for capacitive moisture meters. Taking into account it in early works on this research direction the method for determination of substances moisture by capacitive moisture meters using test approach is developed by the authors of the article. The idea of test approach consists that when you perform some combination of tests with water additives in the studied material it is possible to receive the equation for moisture determining. This expression allows to get rid of substance type dependence for capacitive moisture meters. The main objective of the research is experimental confirmation of possibility to compensate in this way the «uncertainty of substance type» of

measurements by capacitive moisture meters. For this purpose in the article it is developed and described the methodology of carrying out an experiments. In the methodology are given guidance at the choice of studied materials group and devices for capacity measuring. Nuances of using the various primary converters and procedure of samples preparation are also described. Check is carried out by comparison of the values of moisture received for various substances at addition in them the same amount of water. Sequence of actions the following. At first the group of the studied materials gets out, and capacities of the primary measuring converter (PMC) with dry samples of substances are determined. Then the capacities of PMC with the studied materials at addition in them the set amount of water are determined. The received values are substituted in the calculation expression and moisture of substance is defined. Results of experiment are considered positive if at the same additive of water the values of moisture received for various substances will have the same value equal to the set water additive. During the work the authors have obtained the test results of moisture substances. Researches have shown that the considered method of substances moisture determination using capacitive moisture meters allows to compensate adequately «uncertainty of substance type» for materials which dielectric permeability varies in the range from 2 to 4 (for example, grains, oil and oil products) with moisture content (0...30) %.



К. Голуб



О. Заболотний



В. Заболотний

**Ключові слова:** вологість, діелектричний вологомір, формула Вінера, «сорткова невизначеність», тестовий метод.

**Keywords:** moisture, capacitive moisture meter, Winer's formula, «uncertainty of substance type», test method.

**В**ода входить до складу багатьох речовин. Від її вмісту залежать основні властивості матеріалів. Так, наприклад, вологість — один із важливих показників, що визначають якість зерна [1, 2]. Збільшення води в зерні призводить до зменшення частки поживних речовин у ньому, скорочення терміну зберігання внаслідок активізації різних фізико-хімічних процесів (дихання, проростання, набухання тощо). При цьому знижуються силпучість, натура зерна й опір його роздавлюванню. Отже, вихід зерна зменшується, тоді як витрати на його оброблення зростають. Ще один приклад матеріалів, вологість яких необхідно контролювати, —



будівельні матеріали, зокрема, пісок [3]. Наявність води в піску істотно впливає на його сипучість і насипну щільність. Володіння інформацією стосовно вологості піску дозволяє регулювати витрати піску й отримувати будівельні розчини необхідної консистенції [4].

Сучасний розвиток вологометрії характеризується, насамперед, високою точністю вимірювань і безперервним пошуком нових технічних рішень, що дозволяють урахувати у вимірювальному процесі всі чинники та забезпечувати простоту засобів, що використовуються, разом з високою швидкістю. При цьому фізична суть процесу визначення вологості залишається незмінною: досліджуваний матеріал, який містить вологу, порівнюється з певним еталонним (наприклад, зневодненим досліджуваним матеріалом), і за результатами порівняння визначається невідомий параметр. Із цього можна зробити висновок, що тип (сорт) матеріалу істотно впливає на результат вимірювання вологості діелектричним методом [5, 6]. Отже, можна позначити проблемне поле — наявність «сорової невизначеності» вимірювань діелектричними вологомірами.

Одні з найбільш перспективних способів, що дозволяють позбутися зазначеної «сорової невизначеності», — це способи, в яких вологість визначається з використанням тестових методів [7, 8]. Слід зазначити, що останні взято з теорії підвищення точності вимірювань [9, 10], де розроблено і детально описано основні принципи їх застосування.

Ідея використання тестового підходу стосовно до поставлених завдань полягає в тому, що за виконання деякої комбінації тестів з добавками води в досліджуваний матеріал можна отримати розрахунковий вираз для визначення вологості, який дозволяє позбутися «сорової невизначеності» вимірювань.

У роботі [11] проведено порівняльний аналіз тестових методів підвищення точності діелектричних вологомірів. Один із них — спосіб визначення вологості шляхом вимірювання діелектричних проникностей досліджуваної речовини і тієї ж речовини після введення до ємнісного датчика діелектричних циліндрів [12]. Як показали результати перевірки такого способу на відповідність формулі Вінера, яка найбільш точно описує залежність вологості речовини від її діелектричної проникності, компенсація «сорової невизначеності» не забезпечується. У патенті [13] представлено спосіб, в якому за допомогою ємнісного датчика отримують три відліки з вимірювача вологості: перший — з досліджуваним матеріалом; другий — з досліджуваним матеріалом

після добавки в нього відомої кількості води і третій — з досліджуваним матеріалом з добавкою речовини того ж складу, що і досліджуваний зразок, та відомою вологістю (або зневодненої речовини). Цей спосіб дозволяє достатньо добре компенсувати «сорову невизначеність» вимірювань діелектричними вологомірами, однак не забезпечує збіжності результатів (отримані нормовані значення вологості не збігаються з дійсними). Окрім того, застосування цього способу пов'язано з певними труднощами його реалізації: не завжди можливо отримати зневоднену речовину або добавку речовини того ж складу, що і досліджуваний зразок. За патентом [14] рідину, вологість якої контролюють, розділяють на два потоки, а саме значення вологості визначають шляхом вимірювання діелектричних проникностей першого потоку і другого — після введення до нього заданого об'єму води. У такому випадку не забезпечується компенсація «сорової невизначеності» вимірювань. У патенті [15] для визначення вологості речовин проводять три вимірювання: за заповнення простору ємнісного перетворювача досліджуваним матеріалом; за розміщення в робочому просторі ємнісного перетворювача з досліджуваним зразком матеріалу першої герметичної тонкостінної капсули (має фіксований об'єм і повністю заповнена водою); за видалення з простору ємнісного перетворювача з досліджуваним зразком матеріалу першої капсули і використання замість неї другої капсули з фіксованим внутрішнім об'ємом, який у 2 рази більший за об'єм першої капсули. Результати перевірки цього способу показали, що і в такому випадку проблема «сорової невизначеності» вимірювань діелектричними вологомірами не вирішується повною мірою. Отже, існує необхідність пошуку нових способів вирішення поставленої проблеми.

*Мета статті* — експериментальне підтвердження можливості компенсації «сорової невизначеності» вимірювань діелектричними вологомірами для розробленого способу визначення вологості речовин.

### ОСНОВНИЙ МАТЕРІАЛ ДОСЛІДЖЕННЯ

У [8] авторами розроблено спосіб визначення вологості речовин із застосуванням тестових методів. Згідно з ним спочатку визначають ємність первинного вимірювального перетворювача (ПВП) з досліджуваною пробой речовини ( $C_1$ ), потім — ємність ПВП з тією ж пробой після добавки заданої кількості води ( $C_2$ ) (адитивний тест). Мультиплікативний тест ( $C_3$ ) можна отримати шляхом зміни ємності ПВП

з досліджуваною речовиною у  $k$  разів. Потім вимірюють ємність ПВП за сумісного виконання адитивного та мультиплікативного тестів ( $C_4$ ) (комбінований тест). Отримані залежності ємності первинного перетворювача з речовиною від вологості об'єднують в систему рівнянь:

$$\begin{cases} C_1 = \varepsilon_n (1 + 3W)g; \\ C_2 = \varepsilon_n (1 + 3(W + \Delta W))g; \\ C_3 = k \cdot \varepsilon_n (1 + 3W)g; \\ C_4 = k \cdot \varepsilon_n (1 + 3(W + \Delta W))g, \end{cases} \quad (1)$$

де  $C_1, C_2, C_3, C_4$  – ємності ПВП з досліджуваною пробою речовини, за формування адитивного, мультиплікативного та комбінованого тестів відповідно, пФ;  $\varepsilon_n$  – діелектрична проникність досліджуваної речовини;  $g$  – просторова характеристика поля зазору, утвореного формою електродів обраного ПВП, дорівнює 10 м;  $\Delta W$  – добавка води для адитивного тесту, дорівнює 0,1 (10%);  $k$  – коефіцієнт для мультиплікативного тесту, дорівнює 2.

У результаті розв'язання системи (1) у відповідності з алгоритмом, описаним у роботі [9], отримуємо:

$$W_1 = \frac{(C_3 - C_1) \cdot \Delta W}{(C_4 - C_2) - (C_3 - C_1)}. \quad (2)$$

Перевірка виразу (2) на інваріантність до зміни початкової діелектричної проникності речовини дала негативний результат. Тому авторами прийнято рішення щодо формування ще одного тесту з більшою добавкою води. У цьому випадку система рівнянь має вид:

$$\begin{cases} C_1 = \varepsilon_n (1 + 3W)g; \\ C_2' = \varepsilon_n (1 + 3(W + \Delta W'))g; \\ C_3' = k' \cdot \varepsilon_n (1 + 3W)g; \\ C_4' = k' \cdot \varepsilon_n (1 + 3(W + \Delta W'))g, \end{cases} \quad (3)$$

де  $C_1, C_1', C_3', C_4'$  – ємності ПВП з досліджуваною пробою речовини, за формування адитивного, мультиплікативного та комбінованого тестів відповідно, пФ;  $\Delta W'$  – добавка води для адитивного тесту, дорівнює 0,2 (20%);  $k'$  – коефіцієнт для мультиплікативного тесту, дорівнює 4.

Систему рівнянь (3) можна розв'язати в такому виді:

$$W_2 = \frac{(C_3' - C_1) \cdot \Delta W'}{(C_4' - C_2') - (C_3' - C_1)}. \quad (4)$$

З метою отримати найкращий варіант з точки зору компенсації «сортової невизначеності» авторами статті отримана комбінація тестових виразів (1) і (2), для якої розбіжність розрахункових значень

вологості є мінімальною:

$$W = \frac{W_2 + W_1}{(W_2 - W_1) \cdot (1 + 0,0045 \cdot C_1)}. \quad (5)$$

Результати теоретичних розрахунків (на відповідність формулі Вінера) показали достатньо хорошу компенсацію «сортової невизначеності» для виразу (5) [8]. Отже постала необхідність експериментальної перевірки цього виразу.

Таку перевірку здійснюють шляхом порівняння значень вологості, отриманих для різних речовин за додавання до них однієї й тієї ж кількості води. Послідовність дій така. Спочатку вибирають групу досліджуваних матеріалів і визначають ємності ПВП з сухими пробами речовин. Потім визначають ємності ПВП з досліджуваними матеріалами за додавання до них заданої кількості води. Отримані значення підставляють у розрахунковий вираз і визначають вологість речовини. Результати експерименту вважають позитивними, якщо за однієї й тієї ж добавки води отримані для різних речовин величини вологості матимуть одне і те ж значення, що дорівнює заданій добавці води.

Оскільки процес перевірки отриманого виразу достатньо складний, є необхідність у розробленні методики проведення експериментів з визначення вологості речовин з використанням тестових методів.

#### 1. Вибір групи досліджуваних матеріалів

Визначення вологості з використанням тестових методів можливе для двох груп матеріалів: сипких та рідких (наприклад, нафтопродуктів). У нашому випадку для проведення експериментів обрано першу групу матеріалів, оскільки робота з нафтопродуктами пов'язана з певними труднощами, такими як токсичність таких речовин, утворення діелектричних плівок на поверхні електродів датчика, необхідність спеціального перемішування тестових добавок води з досліджуваною речовиною.

Оскільки мета дослідів полягає в тому, щоби простежити залежність вологості від зміни початкової діелектричної проникності (сорт) речовини, то за вибору досліджуваних матеріалів важливо, аби діелектрична проникність речовин була різною і варіювалася в межах від 2 до 4. Гранулометричний склад речовин також повинен бути різним. Однак небажано використовувати матеріали з великою структурою гранул, оскільки в такому випадку істотним стане повітряний проміжок між ними, що призведе до неточного визначення діелектричної проникності матеріалу. У цьому випадку доцільним є подібнення досліджуваного матеріалу до необхідного розміру гранул.

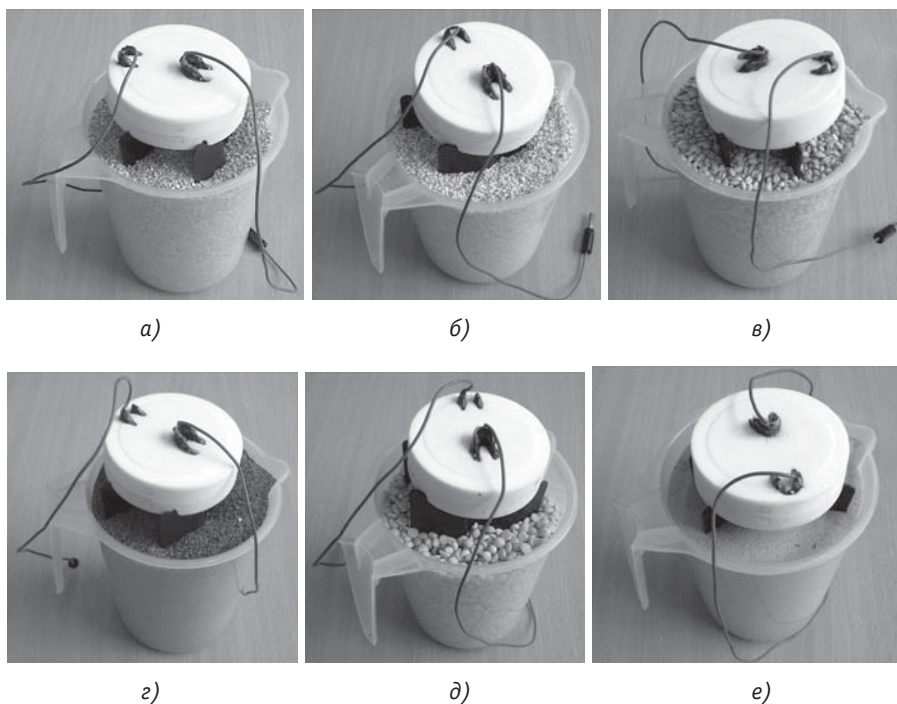


Рис.1. Досліджувані матеріали для проведення експериментів: а) пшениця; б) ячмінь; в) перлова крупа; г) мак; д) подрібнений горох; е) пісок

Fig. 1. The studied materials for experiments: a) wheat; б) barley; в) pearl barley; г) poppy; д) grinding peas; е) sand

Отже, враховуючи всі наведені вище рекомендації для проведення експериментів, автори обрали такі матеріали: пшеницю, ячмінь, перлову крупу, мак, подрібнений горох і пісок (рис. 1).

## 2. Використання первинного перетворювача

Як первинні перетворювачі використовують ємнісні датчики Д1 і Д2, представлені на рис. 2, а, б.

Перший датчик Д1 (рис. 2, а) — це дві паралельно розташовані металеві пластини, жорстко закріплені на діелектричному кільці. Ємність порожнього датчика («на повітрі») становить 7 пФ. Електроди ємнісного датчика покриті тефлоном, що оберігає від замикання контактів за попадання на металеві пластини води. Таке покриття необхідне за визначення вологості матеріалів, що містять більше 20% води. Мітки, нанесені на пластини, дозволяють занурювати датчик в досліджуваний матеріал на заданий рівень. У верхній частині датчика є клеми для підключення до вимірювального пристрою. До числа основних недоліків застосування датчика Д1 можна віднести наявність паразитних ємностей, які виникають внаслідок крайових ефектів через неплоску геометричну форму електродів.

Датчик Д2 (рис. 2, б) складається з системи електродів, виконаних у формі пластин, що утворюють 9 паралельно з'єднаних конденсаторів. Така схема дозволяє значно збільшити ємність датчика. Всю систему електродів жорстко закріплено на внутрішній поверхні двох діелектричних кілець, розміще-

них на її краях. Дві пари вимірювальних клем розташовано на верхньому діелектричному кільці. За підключення до першої пари задіюють усі електроди ємнісного датчика, і ємність первинного перетворювача складає 47 пФ. Друга пара дозволяє використати лише половину пластин, а тому ємність датчика стане у два рази меншою.

Застосування у вимірювальному процесі двох різних первинних перетворювачів пов'язано з прагненням отримати максимально незалежні від різних факторів результати вимірювання.

## 3. Підготування проб

Тестові впливи здійснюють шляхом добавок води та відтворення вологості в точках 0, 10, 20 і 30%. У такий спосіб для проведення вимірювань необхідно мати чотири проби речовини зі значеннями вологості, що дорівнюють вибраним контрольним точкам.

Для отримання таких проб необхідно здійснити сушіння речовини до повного видалення вологи. Для цього спочатку визначають масу чотирьох мірних ємностей з точністю до 0,01 г. Чотири проби речовини масою 500 г кожна поміщають у ємності, розрівнюють і зважують. Потім ємності з відкритими кришками завантажують до сушильної шафи, нагрітої до температури 120 °C, і сушать протягом 1,5 год. У зазначеному випадку як сушильну шафу викорис-

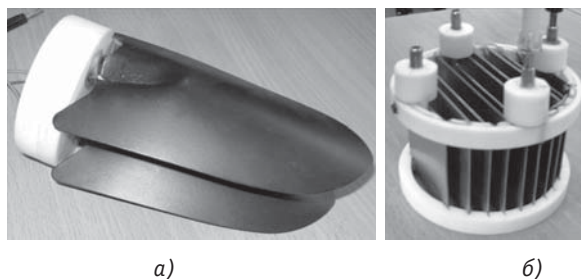


Рис. 2. Ємнісні датчики для визначення вологості сипких матеріалів: а) датчик Д1; б) датчик Д2

Fig. 2. Capacitive sensors for bulk materials moisture determination: а) D1 sensor; б) D2 sensor



товують термобарокамеру TBV-2000 (рис. 3, а), а як ваги — точні аналітичні ваги типу SNUG II-60 (рис. 3, б), надані випробувально-сертифікаційним центром НВП ХАРТРОН-АРКОС ЛТД. Технічні характеристики обладнання та засобів вимірювальної техніки (ЗВТ), які застосовують для реалізації термогравіметричного методу, наведено у табл. 1.

Ємності накривають кришками з метою запобігання попаданню вологи та охолоджують у термобарокамері до температури  $+20\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Масу ємностей з речовиною вимірюють із точністю до 0,01 г. Результат вимірювання фіксують. Після цього ємності знову розміщують у сушильній шафі та повторюють процедуру сушіння, описану вище. Повторні висушування проводять до того моменту, поки маса проби стане незмінною. Такий стан рівнозначний повному видаленню вологи з речовини.

Як першу пробу речовини (вологовміст 0 %) можна використовувати будь-яку з проб, отриманих після сушіння. Другу пробу можна отримати шляхом додавання до першої ємності 50 г води (10 % від загального об'єму речовини). Для отримання третьої проби додають 100 г води (20 %), четвертої — 150 г (30 %). Потім вміст кожної ємності ретельно перемішують для рівномірного розподілу води.

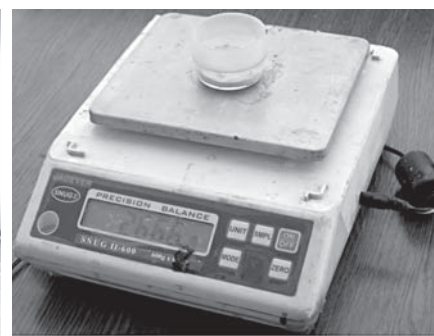
У результаті виконання таких процедур отримуємо готові проби речовини. За роботи з зерном необхідно враховувати той факт, що наявність вологи в зерні призводить до активізації в ньому фізіологічних і фізико-хімічних процесів: поглинання вологи, набухання, проростання тощо. Саме тому в зерні практично завжди відсутня вільна волога. У нашому випадку для імітації реальних умов необхідно накрити приготовані проби кришками для запобігання процесу вологообміну між пробю та навколишнім середовищем і залишити їх у цьому стані на 1 годину — зерно має вібрати вільну вологу.

#### 4. Вибір пристрою для вимірювання електричної ємності

Для вимірювання ємності датчика можна використовувати мультиметр з функцією визначення ємності. Однак, на практиці за проведення подібних вимірювань існує ряд труднощів. По-перше, далеко



а)



б)

Рис. 3. Обладнання та ЗВТ, які застосовують для реалізації термогравіметричного методу: а) термобарокамера; б) аналітичні ваги

Fig. 3. Equipment and measuring apparatus applied to realization of thermogravimetric method: a) thermal vacuum chamber; b) analytical balance

не всі наявні на сьогодні прилади для визначення ємності мають вимірювальний діапазон у пікофарадах, в більшості випадків він починається з мікрофарад. По-друге, за вимірювання малих значень ємності відчутним стає вплив різного роду завад, тому необхідно передбачити захист від таких впливів. Окрім того, переважна частина приладів працює за принципом вимірювання часу заряду-розряду конденсатора. У цьому випадку за вимірювання ємності датчика з речовиною, вологовміст якої не перевищує 10 %, прилад відображає адекватне значення. Подальше збільшення вмісту води в речовині призводить до того, що показання на приладі не відповідають дійсному значенню. Отже, використання зазначених приладів виявляється неможливим для речовин з підвищеним вмістом вологи.

Спочатку автори статті здійснили спроби вимірювання ємності датчика з досліджуваною пробю речовини із застосуванням RLC-метрів E7-8 (рис. 4, а), E7-13 (рис. 4, б) і E7-22 (рис. 4, в). Ці спроби виявилися безуспішними, оскільки кожний із цих приладів давав завищені значення ємності за додавання до досліджуваної речовини води.

Таблиця 1. Технічні характеристики обладнання та ЗВТ, які застосовують для реалізації термогравіметричного методу

Table 1. Technical characteristics of the equipment and measuring apparatus applied to realization of thermogravimetric method

Обладнання, ЗВТ	Діапазон вимірюваних значень	Тип	Основна похибка
Термобарокамера	$(-16...+120)\text{ }^{\circ}\text{C}$	TBV-2000	$\pm 1,4\text{ }^{\circ}\text{C}$
Ваги	$(0,01...600)\text{ г}$	SNUG-II-60	0,01 г



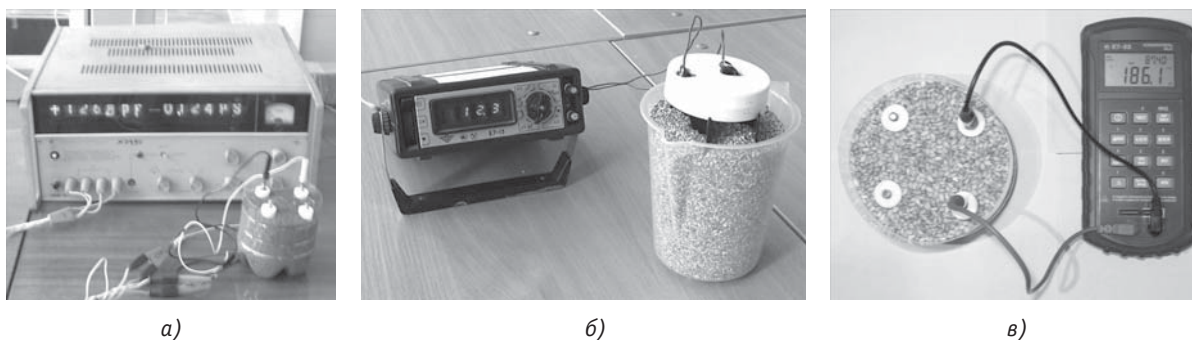


Рис. 4. Спроба застосування різних вимірювачів ємності:  
а) RLC-метра E7-8; б) RLC-метра E7-13; в) RLC-метра E7-22

Fig. 4. Attempt of use of various capacity meters: а) E7-8 RLC-meter; б) E7-13 RLC-meter; в) E7-22 RLC-meter

Для вирішення цієї проблеми авторами розроблено перетворювач ємності на напругу, представлений на рис. 5.

На рис. 5, а представлено макет пристрою для вимірювання ємності. Живлення пристрою здійснюють від адаптера живлення 1 (PSP-36-12, LEDMAX) постійною напругою 12 В. Вимірювач напруги (в зазначено-

му випадку використовували мультиметр M890G) підключають до клем 2 плати пристрою. Ємнісний первинний перетворювач підключають до клем 3 і фіксують напругу на мультиметрі. Для контролю правильності роботи пристрою використовують осцилограф (підключають до виводу резистора 4). За аналізування осцилограм простежували цікаву тенден-

цію — скважність імпульсів лінійно залежить від ємності датчика. Так, наприклад, додавання води до досліджуваного матеріалу призводить до збільшення ємності й, як наслідок, до збільшення скважності. Потім ємнісний датчик відключають від плати пристрою, а замість нього до клем 5 підключають конденсатор змінної ємності (до 1000 пФ). Обертанням рукоятки конденсатор підлаштовують до значення напруги на вольтметрі, що дорівнює напрузі, отриманій за підключення датчика. Після цього підключають цей конденсатор до вимірювача ємності та фіксують отримане значення.

У такий спосіб, використовуючи запропонований метод заміщення, можна вимірювати ємність датчика з речовиною, вологовміст якої більший за 20%.

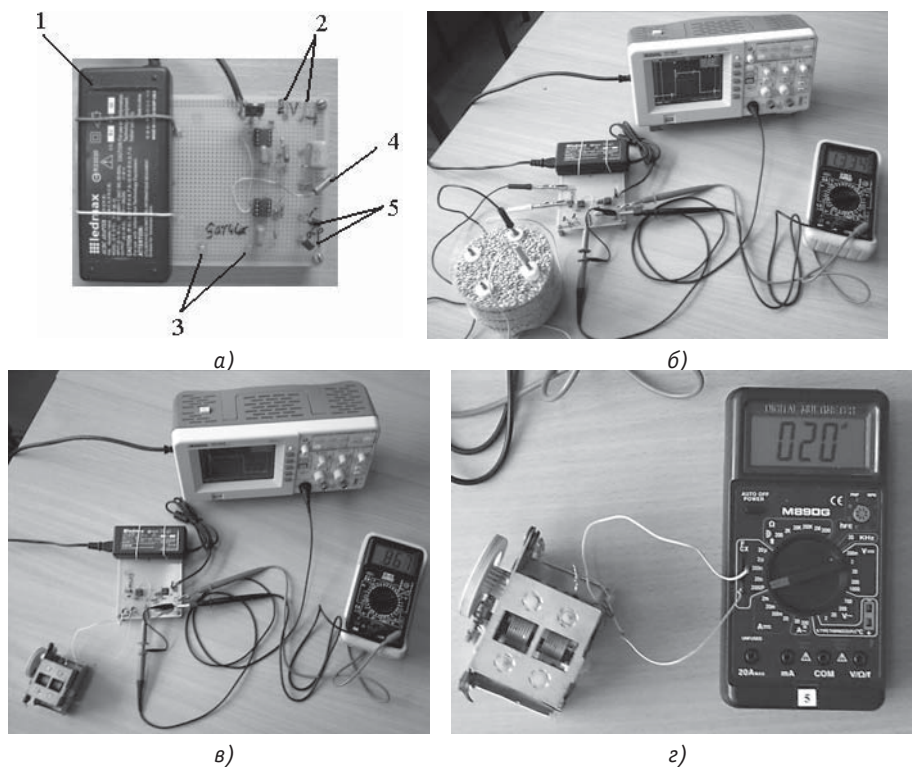


Рис. 5. Перетворювач ємності на напругу:

- а) плата пристрою: 1 — клемі для підключення датчика; 2 — блок живлення; 3 — клемі для підключення вольтметра; 4 — підключення осцилографа; 5 — контакти для підключення конденсатора;  
б) підключення ємнісного датчика до пристрою; в) підключення конденсатора змінної ємності до пристрою; г) вимірювання ємності

Fig. 5. Capacity-to-voltage converter:

- а) device board: 1 — plugs for sensor connection; 2 — power supply unit; 3 — plugs for voltmeter connection;  
4 — oscillograph connection; 5 — contacts for condenser connection;  
б) connection of capacitive sensor to the device; в) connection of variable capacity condenser to the device; г) capacity measuring

## 5. Вимірювання ємності

З метою забезпечення простежуваності вимірювань використовувати мемо у вимірювальному процесі два датчика: Д1 і Д2. Це дозволить порівняти отримані результати й оцінити їх достовірність. Процедура вимірювання така. Спочатку визначають ємність порожнього датчика («на повітрі»). Потім визначають ємність датчика, заповненого першою, другою, третьою та четвертою пробами досліджуваної речовини з вологістю 0, 10, 20 і 30 % відповідно. За використання датчика Д1 необхідно занурювати цей датчик у пробу речовини до встановленої позначки. Для датчика Д2 необхідно розподіляти речовину рівномірно між пластинами датчика, уникаючи повітряних проміжків, і заповнювати датчик до повного покриття електродів (табл. 2, 3).

На прикладі пшениці обчислимо вологість досліджуваної проби за проведення вимірювань датчиком Д1. Вимірене значення ємності датчика з досліджуваною пробєю пшениці ( $C_1$ ) становить 28 пФ. Ємність цього ж датчика з пшеницею за додавання до неї 10 % ( $\Delta W = 0,1$ ) води ( $C_2$ ) дорівнює 36,2 пФ. Мультиплікативний тест можна отримати шляхом множення ємності  $C_1$  на коефіцієнт  $k$ , що дорівнює 2. Отже, ємність  $C_3$  дорівнює 56 пФ. Для отримання комбінованого тесту достатньо визначити добуток ємності, отриманої після проведення адитивного тесту ( $C_2$ ), на коефіцієнт  $k$ . У результаті отримуємо значення  $C_4$ , що дорівнює 72,4 пФ. Підставивши результати експериментів у вираз (2), отримуємо  $W_1 = 0,341$ .

Далі до початкової проби пшениці додаємо 20 % води ( $\Delta W' = 0,2$ ). У цьому випадку ємність датчика з пробєю ( $C_1$ ) складе 45,7 пФ. Для отримання адитивного тесту до отриманої суміші додаємо ще 10 % води. Вимірене значення ємності  $C_2$  складає 57,7 пФ. Ємність  $C_3$  (мультиплікативний тест), отримана в результаті добутку значень  $C_1$  і  $k'$  ( $k' = 4$ ), дорівнює 182,8 пФ. Для отримання ємності  $C_4$  комбінованого тесту необхідно помножити значення  $C_2$  на коефіці-

Таблиця 2. Результати вимірювання ємності із застосуванням датчика Д1

Table 2. Results of capacity measuring with use of D1 sensor

Найменування матеріалу	Ємність, пФ				
	Порожній («на повітрі»)	0,0 %	10,0 %	20,0 %	30,0 %
Пшениця	7	28,0	36,2	45,7	57,7
Ячмінь		22,4	29,2	37,1	47,2
Перлова крупа		26,4	34,5	43,9	55,8
Мак		25,2	32,7	41,4	52,5
Подрібнений горох		23,1	30,1	38,2	48,5
Пісок		14,0	18,3	23,3	29,8

Таблиця 3. Результати вимірювання ємності із застосуванням датчика Д2

Table 3. Results of capacity measuring with use of D2 sensor

Найменування матеріалу	Ємність, пФ				
	Порожній («на повітрі»)	0,0 %	10,0 %	20,0 %	30,0 %
Пшениця	47	188,1	241,7	306,2	386,0
Ячмінь		150,3	194,3	248,2	316,5
Перлова крупа		178,5	229,8	291,7	368,7
Мак		169,1	218,0	277,1	351,0
Подрібнений горох		155,0	200,3	255,3	324,5
Пісок		94,0	122,5	158,4	203,0

Таблиця 4. Результати перевірки вологості речовин

Table 4. Results of check of substances moisture

Найменування матеріалу	Вологість, %			
	Датчик Д1		Датчик Д2	
	0,0 %	10,0 %	0,0 %	10,0 %
Пшениця	0,76	9,364	0,4	9,977
Ячмінь	0,685	9,689	0,392	10,0
Перлова крупа	0,886	9,407	0,304	9,979
Мак	0,704	9,751	0,136	9,97
Подрібнений горох	0,092	9,438	0,0	9,902
Пісок	0,0	10,0	0,065	9,977

єнт  $k'$  ( $C_4' = 230,8$  пФ). Обчислене за формулою (4)  $W_2 = 0,762$ .

Для визначення вологості використовуємо формулу (5):  $W = 2,331$ .

Слід зазначити, що отримане значення вологості є ненормованим. Нормування здійснюють для повного набору даних стосовно вологості для всіх матеріалів.

Для прикладу, наведеного у статті, за вибору добоавок води використовують крок 10 %. Однак у більшості випадків за визначення вологості речовин

із застосуванням описаного способу доцільніше вибирати менший крок.

Із табл. 4 видно, що отримані в результаті експерименту значення вологості практично не залежать від зміни початкової діелектричної проникності речовини. Так, для датчика Д1 за заданого значення вологості 0,0% для різних матеріалів з різними діелектричними проникностями отримуємо нормовані значення вологості, що змінюються від 0,0% до 0,886%; за вологості 10,0% для тих же матеріалів нормовані значення вологості змінюються від 9,751% до 10,0%. Максимальна похибка, пов'язана з «сортовою невизначеністю» вимірювань діелектричними вологомірами, становить 0,886%. Для датчика Д2 ця похибка дорівнює 0,4%.

### ВИСНОВКИ І РЕКОМЕНДАЦІЇ

Отже, розглянутий спосіб визначення вологості речовин діелектричними вологомірами дозволяє достатньою мірою компенсувати «сортову невизначеність» для матеріалів, діелектрична проникність


яких варіюється в діапазоні від 2 до 4 (наприклад, зерна, нафти і нафтопродуктів) із вмістом води (0...30)%.

Як рекомендацію можна зазначити, що в більшості випадків за проведення вимірювань вологості із застосуванням пропонованого способу доцільно використовувати тести з меншими добавками води. Замість добавок води можна використовувати стержні з діелектричною проникністю, що значно перевищує діелектричну проникність досліджуваного матеріалу. Так, у патенті [16] авторами розроблено і описано первинний перетворювач адаптивного вологоміра, що реалізує такий принцип. Систему електродів перетворювача електрично розділено на три вимірювальні зони. До міжелектродного простору першої зони вводиться група металевих пластин однакової товщини. Товщина пластин, які вводяться до міжелектродного простору другої вимірювальної зони, в два рази більша за товщину першої групи пластин. У міжелектродному просторі третьої зони металеві пластини відсутні.

### СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ / REFERENCES

1. Лаврик И.П. Особенности послеуборочной обработки и хранения зерновых культур / И.П. Лаврик, А.Г. Мясников, Т.И. Поморцева, В.И. Загоскина // Защита и карантин растений (Lavrik I.P. Osobennosti posleuborochnoj obrabotki i hraneniya zernovykh kul'tur / I.P. Lavrik, A.G. Myakin'kov, T.I. Pomorceva, V.I. Zagoskina // Zashhita i karantin rastenij). — 2003. — № 2. — С/Р. 45—46.
2. Кирпа Н.Я. Хранение без потерь и ухудшения качества / Н.Я. Кирпа // Зерно: всеукр. журн. совр. агропромышленника (Kirpa N.Ya. Xranenie bez poter' i uxudsheniya kachestva / N.Ya. Kirpa // Zerno: vseukr. zhurn. sovr. agropromyshlennika). — 2011. — № 6. — С/Р. 120—124.
3. Колесников Ю.И. О некоторых особенностях распространения акустических волн во влажном песке / Ю.И. Колесников, Д.А. Медных // Физическая мезомеханика (Kolesnikov Yu.I. O nekotorykh osobennostyakh rasprostraneniya akusticheskikh voln vo vlazhnom peske / Yu.I. Kolesnikov, D.A. Mednykh // Fizicheskaya mezomexanika). — 2004. — Т/V.1, № 7. — С/Р. 69—74.
4. ГОСТ 23732-79. Вода для бетонов и растворов. Технические условия. — Введ. 1980-01-01. — М.: Изд-во стандартов (GOST 23732-79. Voda dlya betonov i rastvorov. Texnicheskie usloviya. — Entered 1980-01-01. — Moscow: Izd-vo standartov), 1979. — 7 с/р.
5. Крушевский Ю.В. Влияние массообмена воды на точность измерения влажности зерна / Ю.В. Крушевский, Я.А. Бородай // Наук. праці БНТУ (Krushevskiy Yu.V. Vliyanie massoobmena vody na tochnost' izmereniya vlazhnosti zerna / Yu.V. Krushevskiy, Ya.A. Borodaj // Naukovi pratsi VNTU). — 2007. — № 1. — С/Р. 20—21.
6. Заболотный А.В. Нюансы компенсации «сортовой» неопределенности при формировании тестов для адаптивных влагомеров / А.В. Заболотный // Восточно-Европейский журнал передовых технологий (Zabolotnyj A.V. Nyuansy kompensacii «sortovoj» neopredelenosti pri formirovanii testov dlya adaptivnykh vlagomerov / A.V. Zabolotnyj // Vostochno-Evropejskij zhurnal peredovykh tehnologij). — 2012. — № 2/9(56). — С/Р. 47—50.
7. Golub E, Synthesis of test actions for capacitive moisture meter that is invariant to change of substance type / E. Golub, A. Zabolotnyj // TEKA. Commission of motorization and energetics in agriculture. An international quarterly journal on motorization, vehicle operation, energy efficiency and mechanical engineering. — 2014. — Vol. 14, No 2. — P. 43—52.
8. Голуб Е.Ю. Применение тестового подхода для обеспечения инвариантности диэлектрических влагомеров к сорту вещества / Е.Ю. Голуб, А.В. Заболотный, Н.Д. Кошевой // Радиоелектронні і комп'ютерні системи (Golub E.Yu. Primenenie testovogo podhoda dlya obespecheniya invariantnosti diehl'kometricheskix vlagomerov k sortu veshhestva / E.Yu. Golub, A.V. Zabolotnyj,



- N.D. Koshevoj // Radioelektronni i kompiuterni systemy). — 2014. — № 4 (68). — С/Р. 60—66.
9. Бромберг Э.М. Тестовые методы повышения точности измерений / Э.М. Бромберг, К.Л. Куликовский. — М.: Энергия (Bromberg E.M. Testovy'e metody' povysheniya tochnosti izmerenij / E.M. Bromberg, K.L. Kulikovskij. — Moskov: E'nergiya), 1978. — 176 с/р.
10. Кондрашов С.И. Методи підвищення точності систем тестових випробувань електричних вимірювальних перетворювачів у робочих режимах: монографія / С.И. Кондрашов. — Харків: НТУ «ХПІ» (Kondrashov S.I. Metody pidvyshchennia tochnosti system testovykh vyprobuvan' elektrichnykh vymiruvальnykh peretvoriuvachiv u robochyykh rezhymakh: monograph / S.I. Kondrashov. — Harkiv: NTU «KhPI»), 2004. — 224 с/р.
11. Голуб К.Ю. Порівняльний аналіз тестових методів підвищення точності дієлькометричних вологомірів / К.Ю. Голуб, О.В. Заболотний // Розвідка та розробка нафтових і газових середовищ (Golub K.Yu. Porivnial'nyi analiz testovykh metodiv pidvyshchennia tochnosti diel'kometrichnykh volohomiriv / K.Yu. Golub, O.V. Zabolotnij // Rozvidka ta rozrobka naftovykh i gazovykh seredovysch). — 2015. — № 1(54). — С/Р. 112—119.
12. Пат. SU 1265571 A1 СССР, МПК G 01 N 27/22. Способ измерения влажности нефти и нефтепродуктов / Гридасов А.П., Шевченко В.Н.; заявитель и патентообладатель Калининградский технический ин-т рыбной промышленности и хозяйства и Ордена Ленина ин-т проблем управления (автоматики и телемеханики). — № 3905781/28-25; заявл. 4.06.85; опубл. 23.10.86, Бюл. № 39 (Pat. SU 1265571 A1 USSR, MPK G 01 N 27/22. Sposob izmereniya vlazhnosti nefiti i nefteproduktov / Gridasov A.P., Shevchenko V.N.; applicant and patent holder Kaliningrad technical institute of fishing industry and economy and Lenin's Order institute of management problems (automation and telemechanics). — No.3905781/28-25; declared 4.06.85; published 23.10.86, Bulletin No.39). — 3 с/р.
13. Пат. SU 1332216 A1 СССР, МПК G 01 N 27/22. Способ определения влажности жидких сред / Кудрявцев А.В. и др.; заявитель и патентообладатель Ин-т автоматики АН КиргССР. — № 3988926/31-25; заявл. 11.12.85; опубл. 23.08.87, Бюл. № 31 (Pat. SU 1332216 A1 USSR, MPK G 01 N 27/22. Sposob opredeleniya vlazhnosti zhidkix sred / Kudryavcev A.V. et al.; applicant and patent holder Institute of automation of the Academy of Sciences of Kirghiz SSR. — No.3988926/31-25; declared 11.12.85; published 23.08.87, Bulletin No.31). — 4 с/р.
14. Пат. SU 1423952 A1 СССР, МПК G 01 N 27/22. Способ определения влажности жидких сред в потоке / Кудрявцев А.В., Шевченко В.Н.; заявник і патентовласник ин-т автоматики АН КиргССР. — № 3987554/24-25; заявл. 11.12.85; опубл. 15.09.88, Бюл. № 34 (Pat. SU 1423952 A1 USSR, MPK G 01 N 27/22. Sposob opredeleniya vlazhnosti zhidkix sred v potoke / Kudryavcev A.V., Shevchenko V.N.; applicant and patent holder Institute of automation of the Academy of Sciences of Kirghiz SSR. — No.3987554/24-25; declared 11.12.85; published 15.09.88, Bulletin No.34). — 3 с/р.
15. Пат. UA 104201 C2 Україна, МПК G 01 N 27/22. Спосіб вимірювання вологості матеріалів / Заболотний О.В.; заявник і патентовласник Національний аерокосмічний ун-т ім. М.Є. Жуковського «Харківський авіаційний інститут». — № а201201992; заявл. 21.02.2012; опубл. 10.01.2014, Бюл. № 1 (Pat. UA 104201 C2 Ukraine, MPK G 01 N 27/22. Sposib vymiruvannia vologosti materialiv / Zabolotnyi O.V.; applicant and patent holder National Aerospace University named after M.Ye. Zhukovskiy «Kharkiv aviation institute». — No.a201201992; declared 21.02.2012; published 10.01.2014, Bulletin No.1). — 9 с/р.
16. Пат. UA 107722 C2 Україна, МПК G 01 N 27/22. Первинний перетворювач вологості нафтопродуктів адаптивного вологоміра / Заболотний О.В., Кошовий М.Д., Голуб К.Ю.; заявник і патентовласник Національний аерокосмічний ун-т ім. М.Є. Жуковського «Харківський авіаційний інститут». — № а201303175; заявл. 15.03.2013; опубл. 10.02.2015, Бюл. № 3 (Pat. UA 107722 C2 Ukraine, MPK G 01 N 27/22. Pervynnyi peretvoriuvach vologosti naftoproduktiv adaptivnoho vologomira / Zabolotnyi O.V., Koshovyi M.D., Holub K.Yu.; applicant and patent holder National Aerospace University named after M.Ye. Zhukovskiy «Kharkiv aviation institute». — No.a201303175; declared 15.03.2013; published 10.02.2015, Bulletin No.3). — 4 с/р. 

Отримано / received: 13.07.2015.

Стаття рекомендована до публікації д.т.н., проф. В.В. Лукіним (Україна).  
Prof. V.V. Lukin, D. Sc. (Techn.), Ukraine, recommended this article to be published.



УДК 620.93

# АНАЛІЗ І ОЦІНКА МЕТРОЛОГІЧНИХ ХАРАКТЕРИСТИК ВИМІРЮВАЛЬНОЇ СИСТЕМИ ЕНЕРГЕТИЧНОЇ ЦІННОСТІ ПРИРОДНОГО ГАЗУ

**І. Петришин**, доктор технічних наук, професор, головний науковий співробітник;

**Т. Присяжнюк**, кандидат технічних наук, старший науковий співробітник;

**Н. Петришин**, кандидат технічних наук, начальник відділу;

**О. Бас**, кандидат технічних наук, науковий співробітник;

**В. Данів**, науковий співробітник,

ДП «Івано-Франківськстандартметрологія»

Досліджено методи визначення теплоти згорання природного газу та їх метрологічні характеристики в контексті вимірювальної системи енергетичної цінності газу. Для системи вимірювання теплоти згорання визначено основні складові та встановлено їхні похибки. Проведено оцінку сумарної похибки системи за застосування різних методів. Встановлено, що на сьогоднішній рекомендований до промислового застосування є кореляційний метод визначення теплоти згорання, який базується на вимірюванні густини природного газу, вмісту інших, таких, що не горять, складових. Розроблено схему вузла обліку енергетичної цінності природного газу.

The article is devoted the methods for determining the natural gas calorific value and their metrological characteristics in the context of the gas energy value measuring system. For the calorific value system determination the basic components and set their errors. The total error of using different methods evaluated. It is found that currently recommended for industrial use correlation method for determining the calorific value is based on the measurement of the density of natural gas and other non-combustible components of the content. Developed the scheme of natural gas energy value metering system.

**Ключові слова:** енергетична цінність, теплота згорання, природний газ, похибка, хроматограф, калориметр, густиномір.

**Keywords:** energy value, heat of combustion, natural gas, error, chromatograph, calorimeter, density meter.

Перехід комерційних операцій за обліку природного газу від вимірювання об'ємної та масової витрати газу до вимірювання його енергетичної цінності потребує побудови таких систем обліку газу, в яких вихідна величина повинна зазначатися в одиницях енергії, тобто добутку кількості газу на встановлену для нього теплоту згорання. У загальному випадку, за вимірювання кількості газу лічильниками, рівняння енергії  $E$  певного об'єму газу  $V_H$  за нормальних умов визначатиметься як:

$$E = V_H H, \quad (1)$$

де  $H$  – питома теплота згорання;

$$V_H = V_p \frac{P_p T_H Z_H}{P_H T_p Z_p}, \quad (2)$$

де  $V_p$  — об'єм за робочих умов, облікований лічильником газу;  $P_p$ ,  $P_H$  — тиски природного газу в трубопроводі та за нормальних умов (101325 Па);  $T_p$ ,  $T_H$  — температури газу в трубопроводі та за нормальних умов (293,15 °K);  $Z_p$ ,

$Z_H$  — коефіцієнти стисливості за робочих та нормальних умов.

Оскільки вимоги до виконання вимірювання та метрологічного забезпечення вимірювання об'єму та об'ємної витрати газу обумовлені в [1], мета цієї статті — детальне дослідження методів вимірювання і метрологічних характеристик вимірювальних систем теплоти згорання природного газу з рекомендаціями щодо розроблення вузлів обліку енергетичної цінності природного газу.

Для вимірювання теплоти згорання природного газу певного об'єму або маси за робочих умов, як правило, використовують такі методи: прямого вимірювання (калориметри згорання), непрямого вимірювання (газова хроматографія) та опосередкованого вимірювання (на основі кореляційних залежностей) [2]. Вибрані технічні засоби вимірювання та метод вимірювання повинні забезпечувати необхідну точність та достовірність цього інформативного

параметра. У нормативному документі [3] задекларовано, що, як правило, сумарна похибка вимірювальної системи для визначення теплоти згорання не повинна перевищувати 1%.

У загальному випадку вимірювальна система теплоти згорання повинна складатися з [3]:

- системи відбору та підготування проби газу;
- технічних засобів для вимірювання (залежно від методу) та обчислення результату;
- засобів повірки (калібрування), в тому числі еталонів;
- системи збору, реєстрації та зберігання даних.

Для аналізу метрологічних характеристик вимірювальної системи зупинимося детальніше на її складових, з підходом до них, як до вимірювальних каналів системи.

Нормативним документом [4] встановлені вимоги щодо методології відбору, приготування представницьких проб природного газу, а також щодо поводження з ними.

Залежно від зміни хімічного складу і властивостей газу можна здійснювати прямий або непрямий відбір проби. Прямий метод відбору передбачає виведення її з потоку і безпосереднє передавання на вхід вимірювального пристрою. За непрямого методу пробу відбирають до контейнера для зберігання до того, як її передають на вхід вимірювального пристрою. Непрямий відбір проби можна здійснювати в одній точці потоку або послідовно, з накопиченням декількох проб в одну пробу, якщо склад та властивості газу часто змінюються. Газ для проби повинен бути підготовлений, щоби виключити із нього тверді й рідкі компоненти та конденсат. Основна умова – забезпечити представництво відібраної проби природного газу залежно від коливань його складу, що має значення для точного результату вимірювання його характеристик. Із досвіду країн, в яких комерційні розрахунки за спожитий газ проводять в одиницях енергії, для отримання достовірних результатів теплоти згорання в договорах на постачання встановлюють вимоги щодо усереднювання її значення за певний період часу (добу, тиждень, місяць тощо). При цьому в договорі нормують два основні параметри: варіацію вимірювального параметра та показник точності. Частоту відбирання проб, під якою розуміють кількість проб  $n$ , які необхідно відібрати за певний період часу, визначають за формулою [4]:

$$n = (tS / \delta_{\text{ВП}})^2, \quad (3)$$

де  $S$  — варіація показів за контрольний період, %;  $\delta_{\text{ВП}}$  — установлена границя похибки, %;  $t$  — коефіцієнт Стюдента для заданої ймовірності.

Границею похибки як показника точності є різниця між усередненим значенням протягом певного періоду і виміреним значенням. Відповідно рівняння (3) розв'язують ітеративним методом, а саме: для заданої ймовірності результату оцінюють згідно з таблицею [4] початкове значення  $t$ , яке застосовують для обчислення  $n$  у першому наближенні. У подальшому результат обчислення використовують для отримання уточненого значення  $t$ . Як правило, в угодах на постачання похибка середньомісячного значення може складати до 0,4%.

Для вимірювання теплоти згорання газу найбільш поширеними технічними засобами є газовий хроматограф за застосування непрямого методу вимірювання або газовий калориметр за прямого методу вимірювання. Останнім часом активно застосовують опосередкований метод, за якого вимірюють одну або декілька фізичних чи хімічних властивостей газу, на основі кореляційних залежностей яких визначають його теплоту згорання (наприклад, швидкість звуку в газі, його густину або поглинання ним інфрачервоного випромінювання). Залежно від зміни хімічного складу і властивостей газу використовують вимірювальні прилади потокового і непотокового (або лабораторного) типу. Потокові вимірювальні прилади вимагають прецизійного контролю навколишніх умов для досягнення максимальної точності вимірювань. Для виявлення переваг та недоліків для промислового застосування необхідно проаналізувати наявні методи.

Найбільше використовують на практиці розрахунковий метод із застосуванням хроматографа, згідно з яким теплоту згорання визначають за певним компонентним складом і теплотворною здатністю окремих, таких, що горять, компонентів природного газу.

Суть методу полягає у такому. Попередньо підготовлену пробу природного газу подають через кран-дозатор хроматографа до газу-носія, разом з яким проба надходить до хроматографічної колонки. З урахуванням різної сорбції компонентів суміші на поверхні адсорбента або через різну розчинність компонентів у пливці нерухомої фази, нанесеної на поверхню адсорбента, яким наповнено колонку, компоненти переміщують за колонкою з різною швидкістю. Внаслідок цього компоненти проби виходять із колонки, відокремлені один за одним у потоці газу-носія, у виді пікових значень концентрації. Визначення кількісних характеристик розділених компонентів здійснюють за допомогою детектора, який перетворює значення потоку і (або) концентрації компонентів на електричні сигнали.

Останні підсилюються електрометричним підсилювачем, після цього за допомогою АЦП і мікропроцесорного контролера перетворюються у цифрову форму і передаються до комп'ютера для опрацювання відповідно до заданої програми обчислення.

На основі відомого компонентного складу природного газу теплота згорання  $H$  в МДж/м<sup>3</sup> (ккал/м<sup>3</sup>) визначатиметься за формулою [5]:

$$H = \sum_{i=1}^n H_i \cdot x_i, \quad (4)$$

де  $H_i$  — теплотворна здатність (вища або нижча)  $i$ -ої компоненти газу за ідеального газового стану (значення наведено у таблиці [5]);  $x_i$  — частка  $i$ -ої компоненти в природному газі.

Похибку визначення теплоти згорання природного газу  $\delta_H$  оцінюють за формулою [5]:

$$\delta_H = \frac{z_c}{\sum_i x_i H_i} \left[ \sum_i (x_i H_i \delta_{xi})^2 \right]^{0,5}, \quad (5)$$

де  $\delta_{xi}$  — похибка визначення молярної частки  $i$ -ої компоненти природного газу;  $z_c$  — коефіцієнт стисливості природного газу.

Разом із беззаперечними перевагами розрахунковий метод має суттєвий недолік у тому, що за сумарного розрахунку теплоти згорання не враховують вмісту активних негорючих компонентів, які спричиняють зниження теплоти згорання.

Використання прямого методу визначення теплоти згорання природного газу передбачає застосування газового калориметра. Базується він на прямому вимірюванні теплоти згорання за безпосереднього спалювання проби природного газу у вимірвальній частині приладу.

Принцип дії газового калориметра полягає у такому. Природний газ, який потрібно проаналізувати, обліковується газовим лічильником і з постійною витратою надходить до пальника. Продукти згорання омивають стінки теплообмінника і передають теплову енергію, що виділилася в процесі спалювання, дистильованій воді, яка обліковується і безперервно протікає через теплообмінник. Разом з тим воді передається тепла енергія, яка виділилася на стінках теплообмінника за конденсації парів води, які утворюються під час згорання вуглеводнів. На вході і виході теплообмінника розміщено термоелектричні чутливі елементи, за допомогою яких вимірюють різницю температур потоку води на вході і виході із теплообмінника. Вихідний сигнал є пропорційним зазначеній різниці температур, яка, у свою чергу, пропорційна вищій питомій теплоті згорання природного газу і визначається згід-

но з формулою [6]:

$$H = V_W \cdot c_W \cdot (T_{W1} - T_{W2}) / V_G, \quad (6)$$

де  $V_W$  — об'єм води;  $c_W$  — теплоємність води;  $T_{W1}$ ,  $T_{W2}$  — температури води на виході та вході теплообмінника;  $V_G$  — приведений до стандартних умов об'єм проби газу, що спалюється в калориметрі.

Окрім того, існують інші види калориметрів, більшість з яких побудовано на принципі стехіометричного або каталітичного згорання. За стехіометричного горіння визначають мінімально необхідну кількість повітря для спалювання газу на основі вимірювання залишкової кількості кисню в камері згорання. За каталітичного згорання газ піддається окисленню на каталітичній поверхні, якою може бути провідник. Теплота, яка вивільняється в процесі горіння, піднімає температуру провідника, чим змінює його опір. Останній вимірюють і визначають зміну температури полум'я, на основі чого встановлюють значення теплоти згорання природного газу.

За умови визначення теплоти згорання природного газу на основі кореляційних залежностей зазвичай проводять вимірювання одного або кількох фізичних параметрів газу. В [3] наведено інформацію стосовно залежності теплотворної здатності від густини природного газу. Авторами виконано дослідження і встановлено, що залежність між значенням густини компонентів  $C_nH_{2n+2}$  газу та їхніми теплотворними здатностями має практично лінійний характер (рис. 1).

Зважаючи на ту особливість, що до типового складу природного газу входять, окрім вуглеводнів, й інші, такі, що горять і не горять, компоненти, для визначення вищої  $H_G$  та нижчої  $H_N$  теплоти згорання природного газу залежно від його густини доцільніше використовувати такі кореляційні залежності [7]:

$$H_G = 92,819 \times (0,51447 \cdot \rho_c + 0,05603 - 0,65689 \cdot x_a - x_y); \quad (7)$$

$$H_N = 85,453 \times (0,52190 \cdot \rho_c + 0,04242 - 0,65197 \cdot x_a - x_y), \quad (8)$$

де  $\rho_c$  — густина газу за стандартних умов;  $x_a$  — вміст азоту ( $N_2$ ) в газі;  $x_y$  — вміст діоксиду вуглецю ( $CO_2$ ) в газі.

$$\delta_H = \left[ 0,04 + 0,1 \cdot (\delta_{\rho_c} \cdot \rho_c)^2 + (\delta_{xy} \cdot x_y)^2 + 0,4 \cdot (\delta_{xa} \cdot x_a)^2 \right]^{0,5}, \quad (9)$$

де  $\delta_{\rho_c}$ ,  $\delta_{xy}$ ,  $\delta_{xa}$  — похибки визначення густини природного газу, вмісту  $CO_2$  та  $N_2$ .

Що стосується інших параметрів газу, які вимірюються за опосередкованого визначення теплоти згорання, то в літературі [8, 9] встановлено кореляційну

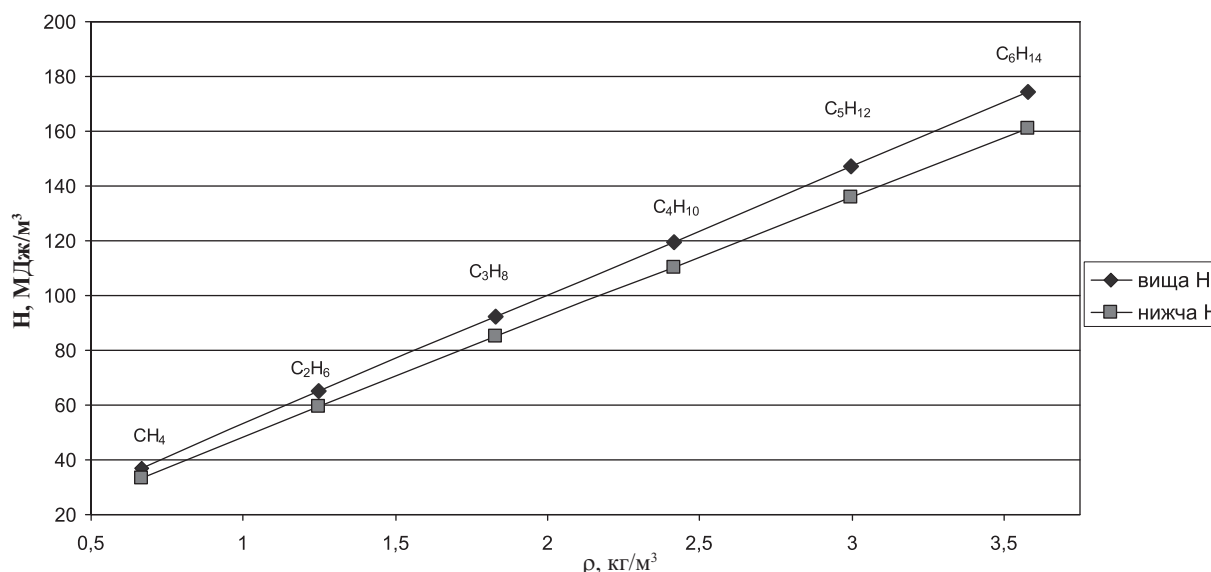


Рис. 1. Залежність теплотворної здатності газу  $C_nH_{2n+2}$  від густини

Fig. 1. Dependence gas  $C_nH_{2n+2}$  calorific value from density

залежність між поглинанням газом інфрачервоного випромінювання та зміною теплопровідності досліджуваного газу.

Також у [10] встановлено кореляційну залежність між швидкістю поширення ультразвуку в газі та його теплотою згорання. Результати проведених авторами досліджень дали підстави стверджувати, що значення теплоти згорання можна отримати шляхом вимірювання швидкості поширення ультразвуку в газі, його вологості та вмісту діоксиду вуглецю. З метою технічного забезпечення експериментальних досліджень розроблено прилад для визначення теплоти згорання природного газу як за умов лабораторії, так і за польових умов. Як інформативні параметри для визначення теплоти згорання природного газу використовують інформацію стосовно швидкості поширення ультразвуку, а також концентрації діоксиду вуглецю, температури, тиску та вологості у відібраному зразку природного газу, які опрацьовують за допомогою штучних нейронних мереж. Наразі проводяться роботи щодо вдосконалення приладу в частині переведення його експлуатації на потоковий (безперервний) режим роботи на газопроводі.

Основною ланкою метрологічного забезпечення вимірювальної системи теплоти згорання є еталонні засоби повірки (калібрування). Як такі використовують балони з газовими сумішами із стандартних зразків газів. Як правило, для таких цілей застосовують метан високої чистоти, інші гази з простежуваними і сертифікованими значеннями теплоти згорання. Зазначені газові суміші повинні мати стабільний хімічний склад протягом їх використан-

ня та відповідну чистоту окремих складових газів, що входять до суміші.

Для метрологічного забезпечення робочого діапазону газових калориметрів та густинимірів, у загальному випадку, достатньо декілька газів з набору стандартних зразків газових сумішей згідно з [11], характеристики яких наведено в таблиці.

Стандартні зразки таких газових сумішей, які відтворюють одиниці теплоти згорання в робочому діапазоні шкал газових калориметрів та густинимірів, можна атестувати з відносною похибкою в межах (0,1—0,2) %.

Оскільки вимірювальна система енергетичної цінності складається з двох складових частин, а саме, вимірювання об'єму газу та його питомої теплоти згорання, відповідно система збору, реєстрації та зберігання даних функціонально об'єднана в коректорі для обліку кількості спожитого газу і повинна відповідати вимогам, які ставляться до коректорів і зазначені в [12]. Разом з тим доцільно відзначити, що Європейським комітетом стандартизації (CEN) розроблено нормативний документ, вимоги якого стосуються безпосередньо коректорів для обчислення енергетичної цінності природного газу [13].

Оскільки до алгоритму роботи коректора для обліку кількості спожитого газу закладено рівняння вимірювань (1), (2), то за обчислень за формулами або так званих простих обчислень від моделі похибок обчислювального компонента (коректора) визначається лише випадковою похибкою округлення [14]. Ця похибка зумовлена округленням проміжних результатів обчислень та подальшим



Таблиця. Характеристики еталонних газів для калібрування калориметрів для вимірювання теплоти згорання природного газу та густиномірів

Table. Characteristics of reference gases to calibrate the calorimeters for measuring the natural gas heat of combustion and density meter

Азот	N <sub>2</sub>	–	–	–	–	7,00	8,70	11,70	17,5	17,00
Водень	H <sub>2</sub>	–	99,999	–	–	–	–	–	–	49,00
Метан	CH <sub>4</sub>	99,995	–	87,70	93,50	93,00	91,30	88,30	82,50	34,00
Етан	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	–	–	12,30	6,50	–	–	–	–	–
Теплота згорання	МДж/м <sup>3</sup>	39,831	12,752	43,545	41,793	37,036	36,358	35,160	32,846	19,769
Стандартна густина	кг/м <sup>3</sup>	0,7175	0,0899	0,7952	0,7585	0,7548	0,7639	0,7799	0,8108	0,5001

накопиченням похибок заокруглення. Разом з тим складовою цієї похибки є заокруглення, які виникають за переведення даних із десятикової системи числення до двійкової і навпаки.

З метою практичного застосування проведемо оцінювання точності декількох вимірювальних систем енергетичної цінності, що базуються на різних методах вимірювання теплоти згорання та проаналізуємо їхні метрологічні характеристики.

До Державного реєстру засобів вимірювальної техніки, допущених до застосування в Україні, на сьогодні занесено декілька засобів вимірювання теплоти згорання природного газу хроматографічного типу. Зокрема, це потоковий хроматографічний комплекс Флоухром вітчизняного виробництва (виробник ТОВ «Укргазтехкомплекс», м. Київ), реєстраційний номер У 1891–05.

У першому випадку розглянемо вимірювальну систему теплоти згорання природного газу, побудовану на базі потокового комплексу Флоухром. Цей хроматограф проводить повний хроматографічний аналіз компонентного складу природного газу включно до C<sub>6+</sub>, розрахунок густини та теплотворної здатності газу з похибкою 0,2%.

Згідно з [4] приймаємо граничну похибку для системи відбору та підготування проби газу рівною 0,4%.

Тоді сумарна похибка вимірювальної системи теплоти згорання природного газу визначатиметься за формулою:

$$\delta_C = \sqrt{\delta_{\text{ВП}}^2 + \delta_H^2 + \delta_E^2 + \delta_{\text{ЗД}}^2}, \quad (10)$$

де  $\delta_{\text{ВП}}$  — гранична похибка системи відбору та підготування проби газу;  $\delta_H$  — похибка хроматографа;  $\delta_E$  — похибка еталонної газової суміші;  $\delta_{\text{ЗД}}$  — похибка системи реєстрації та зберігання даних.

Оскільки похибку  $\delta_{\text{ЗД}}$  визначено через вплив заокруглення останньої значимої цифри, відповідно її величина є на порядок меншою відносно всіх інших складових похибки вимірювальної системи, і цим значенням можна знехтувати.

Ураховуючи всі попередньо отримані значення складових похибки, сумарна похибка (10) вимірювальної системи теплоти згорання природного газу на базі потокового хроматографа Флоухром складає:

$$\delta_C = \sqrt{0,4^2 + 0,2^2 + 0,1^2} = 0,46\%.$$

Газові калориметри потокові або лабораторні (вітчизняного чи зарубіжного виробництва) у Державному реєстрі ЗВТ відсутні. Тому для розрахунків доцільно використати технічні дані потокового калориметра RBM 2000 виробництва фірми Reineke (Німеччина) [15], який здійснює вимірювання вищої теплоти згорання в діапазоні від 28 до 40 МДж/м<sup>3</sup> із похибкою вимірювання 0,7%.

Обчислимо сумарну похибку вимірювальної системи теплоти згорання природного газу на базі потокового калориметра RBM 2000:

$$\delta_C = \sqrt{0,4^2 + 0,7^2 + 0,1^2} = 0,81\%.$$

Розглянемо вимірювальну систему на базі кореляційного інфрачервоного потокового газоаналізатора gas-lab Q1 виробництва фірми Elster – Instromet (Нідерланди) [8]. Робочий діапазон вимірювання теплоти згорання від 30,4 до 47,2 МДж/м<sup>3</sup>, похибка вимірювання 0,4%.

Відповідно, за умови аналогічних вхідних даних складових сумарної похибки системи із застосуванням gas-lab Q1, її значення складе:

$$\delta_C = \sqrt{0,4^2 + 0,4^2 + 0,1^2} = 0,57\%.$$

Як зазначалося, перспективним з точки зору реалізації є кореляційний метод визначення теплотворної здатності природного газу з урахуванням його густини та вмісту інших компонентів. Для проведення метрологічного оцінювання такого методу необхідно оцінити відповідні складові згідно з формулою (9). Вимірювання густини природного газу доцільно проводити із застосуванням потокового густиноміра. На сьогодні виробництво таких

густиномірів налагоджено фірмою ТОВ «Слот» (м. Івано-Франківськ) — густиноміри ОЕ-RO2, які постачаються зі свідоцтвами про державну метрологічну атестацію, — та фірмою ПКФ «Курс» (м. Дніпропетровськ) — густиноміри Курс-02, занесені до Державного реєстру ЗВТ під номером У 3566–14.

Принцип дії потокового густиноміра ОЕ-RO2 такий: потік газу послідовно пропускають через два різні типи витратомірів, один з яких здійснює вимірювання масової витрати, а інший — об'ємної. Практичну реалізацію густиноміра побудовано із застосуванням послідовно встановлених сопла критичного витікання (Вентурі), роторного лічильника і датчиків вимірювання фізичних параметрів газу. Вимірювання густини природного газу здійснюється згідно із залежністю [16]:

$$\rho_c = \frac{A^2 \cdot P_1 \cdot K_1 \cdot 12,96 \cdot 10^6}{q_2^2 \cdot K_2^2}, \quad (11)$$

де  $A$  — градувальний коефіцієнт критичного сопла Вентурі;  $P_1$  — тиск газу перед критичним соплом;  $K_1, K_2$  — коефіцієнти приведення до стандартних умов з урахуванням вимічених значень тиску, температури та коефіцієнта стискуваності газу за критичним соплом Вентурі і роторним лічильником газу;  $q_2$  — витрата газу, вимірена роторним лічильником.

Технічні характеристики потокового густиноміра ОЕ-RO2 [16] такі: діапазон вимірювання густини газу від 0,668 до 1,0 кг/м<sup>3</sup>, границя похибки  $\pm 0,005$  кг/м<sup>3</sup> (0,7 %).

Акустичний густиномір Курс-02 побудовано на застосуванні ультразвукових перетворювачів для вимірювання швидкості звуку в газі. Густина природного газу визначається на основі залежності від температури та швидкості поширення ультразвуку в ньому. Остання вимірюється часово-імпульсним методом за випромінювання коливань одним із п'єзоелектричних перетворювачів і приймання їх іншим. Густиномір виконує вимірювання в межах від 0,675 до 0,87 кг/м<sup>3</sup> з похибкою рівною 0,7 % [17].

Для визначення вмісту в газі кількості CO<sub>2</sub> та N<sub>2</sub> необхідно користуватися даними, отриманими від газотранспортних та газорозподільних організацій, які періодично вносять до коректорів обліку кількості газу. В перспективному варіанті вимірювальну систему теплоти згорання необхідно доукомплектувати потоковим аналізатором вмісту CO<sub>2</sub> за аналогією з тими, які використовують для оцінювання викидів CO<sub>2</sub> в автомобільній промисловості. На рис. 2 представлено схематичний вид розроб-

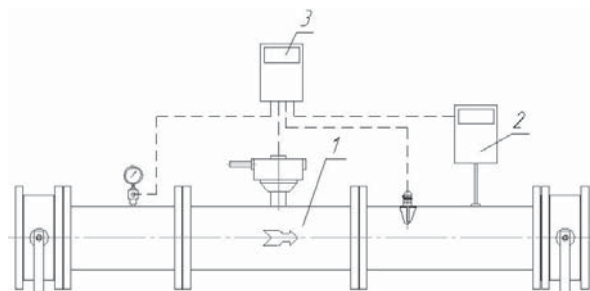


Рис. 2. Схема вузла обліку енергетичної цінності природного газу:

1 — лічильник об'єму газу, 2 — потоковий густиномір, 3 — коректор енергетичної цінності газу (об'єму та теплоти згорання)

Fig. 2. Scheme natural gas energy value metering stations:

1 — gas volume meter; 2 — streaming density meter; 3 — gas energy value conversion devices (volume and heat of combustion)

леного вузла обліку енергетичної цінності природного газу із застосуванням потокового густиноміра.

Проведемо оцінювання похибки визначення теплоти згорання кореляційним методом із вимірюванням густини, при цьому задамо статистично-максимальні значення вмісту CO<sub>2</sub> та N<sub>2</sub> на рівні 1 %. Тоді згідно з формулою (9):

$$\delta_H = \left[ 0,04 + 0,1 \cdot (0,7 \cdot 0,72)^2 + \left( (0,005 \cdot 0,01)^2 + 0,4 \cdot (0,005 \cdot 0,01)^2 \right)^{0,5} \right] = 0,3 \%$$

Метрологічне забезпечення потокових густиномірів, як зазначалося, побудовано на основі використання стандартних зразків газових сумішей (таблиця) з відомим значенням густини газу. Отже сумарна похибка вимірювальної системи теплоти згорання, побудованої із застосуванням потокових густиномірів типу ОЕ-RO2 або Курс-02, дорівнюватиме:

$$\delta_c = \sqrt{0,4^2 + 0,3^2 + 0,2^2} = 0,55 \%$$

Наведені приклади засвідчують, що за застосування у складі вимірювальної системи теплоти згорання приладів, які працюють на основі різних методів, сумарна похибка не перевищує 1 %. Разом з тим потрібно відзначити, що за вимірювання теплоти згорання кореляційним методом можлива поява методичної похибки, значення якої становитиме значну частину сумарної похибки.

## ВИСНОВКИ

Із проведеного аналізу випливає, що всі розглянуті варіанти вимірювальних систем теплоти згорання природного газу задовольняють основну вимогу стосовно значення сумарної похибки, яка не перевищує 1 %. Разом з тим, зважаючи на недостатню кількість та високу вартість потокових хроматографів

та калориметрів вітчизняного виробництва, рекомендованим до впровадження на сьогодні є кореляційний метод із застосуванням потокового густиноміра. Наразі в ДП «Івано-Франківськстандартметрологія» з виробниками ЗВТ проводиться узгодження технічних параметрів вузлів обліку енергетичної цінності природного газу з перспективою їх дослідження на промислових об'єктах.

Зважаючи на ту обставину, що міжнародні стандарти [2, 11, 18] гармонізовано та затверджено

в Україні, відповідно можна стверджувати, що зроблено перші істотні кроки для запровадження законодавчої системи та інфраструктури обліку природного газу за його енергетичною цінністю. Наступними важливими моментами для впровадження цієї системи повинні стати розроблена на державному рівні диференціація вимог щодо якості газу залежно від його енергетичної цінності та відповідні положення і методи тарифікації для різних категорій споживачів.

### СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ / REFERENCES

- Об'єм природного газу за стандартних умов. Типова методика виконання вимірювань з використанням лічильника газу та коректора об'єму газу: МВУ 034/03-2008. — [Чинна від 2008-01-02]. — К.: ДП Укрметртестстандарт (Volume of natural gas at standard conditions. The typical method of measurement using a gas meter and gas volume corrector, MVU 034/03-2008. — [Effective as of 2008-01-02]. — К.: SE Ukrmetrtteststandard), 2008. — 83 с/р.
- Природний газ. Визначення енергії (ISO 15112:2007, IDT): ДСТУ ISO 15112:2009. — [Чинний від 2011-01-01]. — К.: Держспоживстандарт України (Natural gas. Energy determination. (ISO 15112:2007, IDT): DSTU ISO 15112:2009. — [Effective as of 2011-01-01]. — К.: Derzhspozhyvstandart Ukraine) 2010. — 54 с/р.
- EN 1776:1998 Gas supply systems — Natural gas measuring stations — Functional requirements. Brussels, 1998 — 48 p.
- Природний газ. Настанови щодо відбирання проб (ISO 10715:1997, IDT): ДСТУ ISO 10715:2009. — [Чинний від 2011-01-01]. — К.: Держспоживстандарт України (Natural gas. Sampling guidelines (ISO 10715:1997, IDT): DSTU ISO 10715:2009. — [Effective as of 2011-01-01]. — К.: Derzhspozhyvstandart Ukraine), 2010. — 36 с/р.
- Газ природный. Методы расчета физических свойств. Определение физических свойств природного газа, его компонентов и продуктов его переработки: ГОСТ 30319.1-96. — [Введен с 1997-07-01]. — М.: Изд-во стандартов (Natural gas. Methods of calculation of physical properties. Definition of physical properties of natural gas, its components and processing products: GOST 30319.1-96. — [Effective as of 1997-07-01]. — М.: Standart Publishing House), 1997. — 16 с/р.
- PTB-Mitteilungen. Special Issue. Metering Energy and Fluid Flows // Volume 119 (2009) No. 1. Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig. — 2009. — 50 p.
- Газ природный. Методы расчета физических свойств. Определение физических свойств природного газа, его компонентов и продуктов его переработки: ГОСТ 30319.2-96. — [Введен с 1997-07-01]. — М.: Изд-во стандартов. (Natural gas. Methods of calculation of physical properties. Definition of compressibility coefficient: GOST 30319.1-96. — [Effective as of 1997-07-01]. — М.: Standart Publishing House), 1997. — 54 с/р.
- Kastner J. GAS-LAB Q1: Gas quality measuring device based on infrared technology / J. Kastner, D. Stirnberg // Elster-Instrument Profiles. — 2002. — № 2. — P. 6 — 8.
- Ващишак С.П. Сучасні підходи до створення інфрачервоних газоаналізаторів для аналізу природного газу / С.П. Ващишак, В.М. Романів, С.А. Чеховський // Нафтогазова енергетика (Vaschyshak S.P. Modern approaches to the development of infrared gas analyzers for analysis of natural gas / S.P. Vaschyshak, V.M. Romaniv, S.A. Chekhovskiy // Oil and gas energy). — 2007. — № 4(5). — С/Р. 70—75.
- O. Karpash. New approach to natural gas quality determination / O. Karpash, I. Darvay, M. Karpash // Journal of petroleum science and engineering. — 2010. — Vol.71, Issue 3-4. — P. 133—137.
- Вимірювальні системи для газоподібного палива (OIML R 140 Edition 2007, IDT): ДСТУ OIML R 140:2014. — [Чинний від 2016-01-01]. — К.: Держспоживстандарт України (Measuring Systems For Gaseous Fuel (OIML R 140 Edition 2007, IDT): DSTU OIML R 140:2014. — [Effective as of 2016-01-01]. — К.: Derzhspozhyvstandart Ukraine), 2015. — 111 с/р.
- Коректори до лічильників газу електронні. Загальні технічні умови (EN 12405:2002, IDT): ДСТУ EN 12405:2006. — [Чинний від 2007-01-01]. — К.: Держспоживстандарт України (Gas meters. Gas-volume electronic conversion devices. General specifications (EN 12405:2002, IDT): DSTU EN 12405:2006. — [Effective as of 2007-01-01]. — К.: Derzhspozhyvstandart Ukraine), 2007. — 44 с/р.
- EN 12405-2:2012 Gas meters. Conversion devices. Energy conversion. Brussels, 2012 — 78 p.
- Петришин І.С. Тестування та оцінка впливу обчислювальних компонентів на метрологічні характеристики засобів вимірювань витрати та кількості газу / І.С. Петришин, Я.В. Безгачнюк, Н.І. Петришин, О.А. Бас // Вісник Вінницького політехнічного інституту (Petryshyn I.S. Testing and estimation of calculation components influence at metrological properties of gas flow metering devices / I.S. Petryshyn, Ya.V. Bezgachnyuk, N.I. Petryshyn, O.A. Bas // Bulletin of Vinnitsa Polytechnic Institute). — 2014. — № 5. — С/Р. 15 — 24.
- Системы измерительные калориметрические газовые RBM 2000. Государственный реестр средств измерений Российской Федерации (Gas calorimetric measurement systems RBM 2000. State Register of measuring instruments of the Russian Federation) №27725-04.
- Власюк Я.М. Густиномір газовий ОЕ-RO2 / Власюк Я.М., Прудніков Б.І., Цьомик В.П. // Н/т конференція «Приладобудування — 2010», Київ (Vlasyuk Y.M. Gas density meter OE-RO2 / Vlasyuk Y.M., Prudnikov B.I., Tsomik V.P. // N/t conference «Instrument-2010», Kyiv), 2010. — С/Р. 259.
- Нетесин С.Г. Акустический поточный плотномер природного газа «Курс-02» / С.Г. Нетесин // Всеукраїнський семінар-нарада «Приладовий облік газу», 21—24 травня 2013, Судак: НАК «Нафтогаз» (Netesin S.G. Acoustic streaming density meter of natural gas «Kurs-02» / S.G. Netesin // All-Ukrainian workshop «Instrument calculation of gas», 21 — 24 May 2013, Sudak, «Naftogaz»). — 2013. — С/Р. 48 — 50.
- Випробувальні гази. Випробувальний тиск. Категорії приладів (ГОСТ EN 437:2012, IDT; EN 437:2003, IDT): ДСТУ ГОСТ EN 437:2014 [Чинний від 2014-11-01]. — К.: Держспоживстандарт України (Test gases. Test pressures. Appliance categories (GOST EN 437:2012, IDT; EN 437:2003, IDT): DSTU GOST EN 437:2014. — [Effective as of 2014-01-01]. — К.: Derzhspozhyvstandart Ukraine), 2014. — 39 с/р. ■

Отримано / received: 16.06.2015.

Стаття рекомендована до публікації д.т.н., проф. П.М. Райтером (Україна).

Prof. P.M. Rayter, D. Sc. (Techn.), Ukraine, recommended this article to be published.



УДК 681.121.84:006.057

# УДОСКОНАЛЕННЯ РІВНЯННЯ НЕВИЗНАЧЕНОСТІ РЕЗУЛЬТАТУ ВИМІРЮВАННЯ ВИТРАТИ ПЕРЕГРІТОЇ ПАРИ ЗА ДОПОМОГОЮ СТАНДАРТНОГО СОПЛА

**Л. Лесовой**, доктор технічних наук, доцент кафедри автоматизації теплових і хімічних процесів

Інституту енергетики та систем керування,

**Ф. Матіко**, доктор технічних наук, доцент кафедри,

Національний університет «Львівська політехніка»

Виконано дослідження рівнянь невизначеності результату вимірювання витрати перегрітої пари витратоміром змінного перепаду тиску на основі стандартного сопла (сопла ISA 1932). Встановлено, що у чинному стандарті ДСТУ ГОСТ 8.586.5:2009 наведено спрощене рівняння невизначеності, застосування якого завищує її значення. Удосконалено рівняння невизначеності результату вимірювання витрати перегрітої пари шляхом введення до нього нових, розроблених авторами, аналітичних залежностей для розрахунку відносних коефіцієнтів чутливості масової витрати перегрітої пари до вхідних величин. Адекватність удосконалених рівнянь підтверджена порівнянням із результатами розрахунку коефіцієнтів чутливості за різницею рівнянь. Значення відносних коефіцієнтів чутливості, обчислені за новими рівняннями, є меншими за модулем ніж значення цих коефіцієнтів, отримані за спрощеними рівняннями, застосованими в ДСТУ ГОСТ 8.586.5:2009, що дає змогу зменшити відносну сумарну розширену невизначеність результату вимірювання масової витрати перегрітої пари.

Research of equation uncertainty of the result of measurement mass flow rate of steam by means of flow meter of variable differential pressure with pressure differential devices (nozzle ISA 1932) is presented in this paper. The research showed that the equation, presented in standard of Ukrainian DSTU GOST 8.586.5: 2009, has a simplified form of uncertainty. The authors presented the improvement an equation uncertainty of the result of measurement mass flow rate of steam, which is achieved by means of introducing new, developed by the authors, analytical dependencies for calculation of relative sensitivity coefficients mass flow rate of steam to the input data. Value of relative sensitivity coefficients mass flow of steam to the input data are corresponded to their values calculated by means of the difference equation. Values of relative sensitivity coefficients mass flow rate of steam to the input data obtained by means of new equations are less than the relative sensitivity coefficients defined by means of equations given in DSTU GOST 8.586.5: 2009. This difference of the relative sensitivity coefficients mass flow rate of steam to the input data will reduce uncertainty of the result of measurement mass flow rate of steam. From the example in the article, the value of the uncertainty of the result of measurement mass flow rate of steam decreases on 0,055 %.

**Ключові слова:** витратомір змінного перепаду тиску, сопло ISA 1932, масова витрата, перегріта пара, невизначеність, коефіцієнт чутливості.

**Keywords:** pressure differential flowmeter, nozzle ISA 1932, mass flow rate, superheated steam, uncertainty, differential pressure, sensitivity coefficient.

Для обліку плинних енергоносіїв широко застосовують витратоміри змінного перепаду тиску зі стандартними звукувальними пристроями, до яких належать діафрагми, сопла і труби Вентурі будь-якого типу. Це пояснюється їхньою дешевизною, простотою конструкції, високою надійністю, можливістю застосування у широкому діапазоні значень витрати, тиску і температури середовища.

Для забезпечення необхідної на сьогодні точності вимірювання витрати та кількості плинного енергоносія за допомогою витратоміра змінного перепаду тиску необхідно усунути ряд наявних контроверсійних рішень щодо вимірювання його витрати та розрахунку відносної сумарної розширеної невизначеності результату вимірювання витрати середовища, у тому числі закладених до наявних нормативних



Л. Лесовой



Ф. Матіко

© Лесовой Л., Матіко Ф., 2015



документів та стандартів, чинних в Україні, до яких належать і національні стандарти України ДСТУ ГОСТ 8.586.1,2,3,4,5:2009 [1–5]. Для цього необхідно створити теоретично та експериментально обґрунтовану модель витратоміра змінного перепаду тиску, що вимагає систематизації великої кількості складних аналітичних залежностей — елементів загальної моделі витратоміра змінного перепаду тиску, розроблення та наукового обґрунтування окремих рівнянь та залежностей з метою зменшення невизначеності результату вимірювання витрати та кількості плинного енергоносія. Надзвичайно важливим є також розроблення методології встановлення відносної сумарної розширеної невизначеності результату вимірювання витрати середовища.

На теплових електричних станціях за вимірювання витрати перегрітої пари в діапазоні значень абсолютного тиску перегрітої пари до 25,01 МПа і температури перегрітої пари до 545 °С застосовують стандартне сопло ISA 1932 [6]. Перевагою такого сопла є менші втрати тиску [3] ніж на стандартній діафрагмі [2]. Відповідно до Закону України «Про метрологію та метрологічну діяльність» [7]: «Результати вимірювань можуть бути використані за умови, якщо відомі відповідні характеристики похибок або невизначеності вимірювань». Отже, для здійснення вимірювання витрати та кількості перегрітої пари за методом змінного перепаду тиску із застосуванням стандартного сопла ISA 1932 необхідно мати відповідні методики розрахунку значень відносної сумарної розширеної невизначеності результату вимірювання її витрати. Методика розрахунку невизначеності результату вимірювань витрати плинного середовища, представлена у національних стандартах України ДСТУ ГОСТ 8.586.3,5:2009 [3, 5], базується на спрощених залежностях. У випадку використання сопла ISA 1932 застосування таких спрощених залежностей призводить до «завищеної» оцінки невизначеності вимірюваного значення витрати. Тому отримання уточнених рівнянь для розрахунку відносної сумарної розширеної невизначеності результату вимірювання витрати плинного середовища, зокрема, і перегрітої пари, а також її складових є актуальною задачею.

### ОСНОВНІ ВИЗНАЧЕННЯ ТА РІВНЯННЯ

За вимірювання фізичної величини  $y$  непрямым методом, до якого належить і вимірювання витрати перегрітої пари за методом змінного перепаду тиску, значення відносної сумарної розширеної невизначеності  $U'_y$  результату її вимірювання розрахо-

вують за рівнянням [5, 8, 9]:

$$U'_y = \sqrt{U'^2_F + \sum_{i=1}^n (\vartheta_{x_i} U'_{x_i})^2}, \quad (1)$$

де  $U'_F$  — відносна розширена невизначеність, приписана функціональній залежності визначення фізичної величини  $y = f(x_1, x_2, \dots, x_n)$ , залежної від  $n$  вхідних величин  $x_1, x_2, \dots, x_n$ ;  $\vartheta_{x_i}$  — відносний коефіцієнт чутливості вихідної величини  $y$  до вхідної величини  $x_i$ ;  $U'_{x_i}$  — відносна розширена невизначеність результату вимірювання вхідної величини  $x_i$ .

Відносний коефіцієнт чутливості вихідної величини  $y$  до вхідної величини  $x_i$  відповідно до [5, 8] визначають за рівнянням:

$$\vartheta_{x_i} = (\partial y / \partial x_i)(x_i / y). \quad (2)$$

У випадку неможливості визначити частинну похідну  $\partial y / \partial x_i$ , відносний коефіцієнт чутливості  $\vartheta_{x_i}$  розраховують за різницеvim рівнянням [5]:

$$\vartheta_{x_i} = (\Delta y / \Delta x_i)(x_{i2} / y(x_{i2})), \quad (3)$$

у якому абсолютне відхилення  $\Delta x_i$  вхідної величини визначають як різницю близьких її значень  $x_{i1}$  і  $x_{i2}$  за рівнянням:

$$\Delta x_i = x_{i2} - x_{i1},$$

а абсолютне відхилення  $\Delta y$  вимірюваної величини — як

$$\Delta y = y(x_{i2}) - y(x_{i1}).$$

Для визначення відносної сумарної розширеної невизначеності результату вимірювання масової витрати перегрітої пари запишемо множину  $X$  вхідних величин, на основі яких здійснюється визначення масової витрати  $q_m$  перегрітої пари:

$$X \in \{\Delta p, p, T, d, D, R_{\text{ш}}\}, \quad (4)$$

де  $\Delta p$  — перепад тиску на соплі ISA 1932;  $p$  — абсолютний тиск перегрітої пари;  $T$  — термодинамічна температура перегрітої пари;  $d$  — діаметр горловини сопла ISA 1932;  $D$  — внутрішній діаметр вимірювального трубопроводу;  $R_{\text{ш}}$  — еквівалентна шорсткість внутрішньої поверхні вимірювального трубопроводу.

Відповідно до засад оцінювання невизначеності, викладених в ДСТУ ГОСТ 8.586.5:2009 [5], відносну сумарну розширену невизначеність  $U'_{q_m}$  результату вимірювання витрати перегрітої пари потрібно визначати за рівнянням

$$U'_{q_m} = \left[ U'^2_{F_{q_m}} + U'^2_C + \left( \frac{2}{1-\beta^4} U'_d \right)^2 + \left( \frac{2\beta^4}{1-\beta^4} U'_D \right)^2 + \left( \frac{K_{\text{ш}}-1}{K_{\text{ш}}} U'_{R_{\text{ш}}} \right)^2 + U'^2_{\epsilon} + 0,25(U'^2_{\Delta p} + U'^2_p) \right]^{0,5}, \quad (5)$$

де  $U'_{F_{q_m}}$  — відносна розширена невизначеність, приписана алгоритму розрахунку масової витрати

перегрітої пари;  $U'_C$  і  $U'_\varepsilon$  — відносні розширені невизначеності відповідно коефіцієнтів витікання  $C$  і розширення  $\varepsilon$  перегрітої пари;  $U'_d$ ,  $U'_D$ ,  $U'_{R_m}$ ,  $U'_{\Delta p}$  і  $U'_p$  — відносні розширені невизначеності результату вимірювання відповідно діаметра  $d$  за робочої температури, внутрішнього діаметра  $D$  за робочої температури, еквівалентної шорсткості  $R_m$ , перепаду тиску  $\Delta p$  і густини  $\rho$  перегрітої пари за робочих умов;  $\beta$  — відносний діаметр горловини сопла ISA 1932;  $K_m$  — поправковий коефіцієнт, який ураховує шорсткість внутрішньої поверхні вимірювального трубопроводу.

Відносна розширена невизначеність коефіцієнта розширення визначається за рівнянням [5]:

$$U'_\varepsilon = \sqrt{\left(2 \frac{\Delta p}{p}\right)^2 + \left(\frac{\varepsilon - 1}{\varepsilon}\right)^2 (U'^2_{\Delta p} + U'^2_p + U'^2_k)}, \quad (6)$$

де  $U'_p$  і  $U'_k$  — відносні розширені невизначеності відповідно результатів вимірювання абсолютного тиску  $p$  перегрітої пари і визначення показника адіабати  $k$  перегрітої пари за робочих умов.

Значення відносних розширених невизначеностей  $U'_d$  і  $U'_D$  залежать від засобу вимірювання. Згідно з [5] їх приймають як  $U'_d = 0,04\%$  і  $U'_D = 0,2\%$ .

Значення відносної розширеної невизначеності  $U'_{R_m}$  залежить від стану внутрішньої поверхні вимірювального трубопроводу. Якщо такий стан береться із таблиці Д.1 [1], то і значення  $U'_{R_m}$  береться із цієї таблиці. Якщо еквівалентна шорсткість  $R_m$  визначається візуально за допомогою еталона шорсткості, то і значення  $U'_{R_m}$  повинно відповідати значенню відносної похибки цього еталона. Якщо ж значення  $R_m$  або середнього арифметичного відхилю профілю шорсткості  $R_a$  внутрішньої поверхні вимірювального трубопроводу вимірюється, то відносну розширену невизначеність  $U'_{R_m}$  визначають за значенням відносної похибки засобу вимірювання.

За вимірювання масової витрати перегрітої пари за методом змінного перепаду тиску на ТЕС, внаслідок високих значень абсолютного тиску і термодинамічної температури перегрітої пари, значення її густини і показника адіабати визначають за рівняннями, які є функціями цих параметрів. Значення відносних сумарних розширених невизначеностей відповідно густини перегрітої пари  $U'_\rho$  і показника адіабати  $U'_k$  розраховують за рівняннями:

$$U'_\rho = \sqrt{U'^2_{F\rho} + \vartheta^2_{\rho p} U'^2_p + \vartheta^2_{\rho T} U'^2_T}; \quad (7)$$

$$U'_k = \sqrt{U'^2_{Fk} + \vartheta^2_{kp} U'^2_p + \vartheta^2_{kT} U'^2_T}, \quad (8)$$

де  $U'_{F\rho}$ ,  $U'_{Fk}$  — відносні розширені невизначеності, приписані алгоритму розрахунку відповідно густини і показника адіабати перегрітої пари;  $\vartheta_{\rho p}$ ,  $\vartheta_{\rho T}$  —

відносні коефіцієнти чутливості густини перегрітої пари відповідно до їх абсолютного тиску і термодинамічної температури;  $\vartheta_{kp}$ ,  $\vartheta_{kT}$  — відносні коефіцієнти чутливості показника адіабати перегрітої пари відповідно до їх абсолютного тиску і термодинамічної температури.

Застосовуючи рівняння (5) — (8), отримано формули (табл. 1) для розрахунку відносних коефіцієнтів чутливості масової витрати перегрітої пари до перепаду тиску на соплі ISA 1932  $\vartheta_{\Delta p}$ , еквівалентної шорсткості внутрішньої поверхні вимірювального трубопроводу  $\vartheta_{R_m}$ , діаметра горловини сопла ISA 1932  $\vartheta_d$ , внутрішнього діаметра вимірювального трубопроводу  $\vartheta_D$ , абсолютного тиску перегрітої пари  $\vartheta_p$  і термодинамічної температури перегрітої пари  $\vartheta_T$ .

Виконаємо порівняльний аналіз значень відносних коефіцієнтів чутливості, обчислених за рівняннями, наведеними у табл. 1, зі значеннями таких же відносних коефіцієнтів чутливості, обчислених за рівнянням (3). Якщо значення цих коефіцієнтів близькі, то рівняння, що описує такий відносний коефіцієнт чутливості масової витрати перегрітої пари до входної величини, є справедливим. Результати порівняльного аналізу значень відносних коефіцієнтів чутливості масової витрати перегрітої пари до входної величини наведено у табл. 2. Значення відносних коефіцієнтів чутливості, наведені у табл. 2, розраховані для таких входних величин:

- перепаду тиску на соплі ISA 1932  $\Delta p = 40000$  Па;
- еквівалентної шорсткості внутрішньої поверхні вимірювального трубопроводу  $R_m = 2,2 \cdot 10^{-4}$  м;
- діаметра горловини сопла ISA 1932  $d = 0,0643257$  м;

Таблиця 1. Рівняння розрахунку відносних коефіцієнтів чутливості

Table 1. Equation for calculation of the relative sensitivity coefficients

Позначення коефіцієнта чутливості	Рівняння
$\vartheta_{\Delta p}$	$\sqrt{((\varepsilon - 1) / \varepsilon)^2 + 0,25}$
$\vartheta_{R_m}$	$(K_m - 1) / K_m$
$\vartheta_d$	$2 / (1 - \beta^4)$
$\vartheta_D$	$2\beta^4 / (1 - \beta^4)$
$\vartheta_p$	$\sqrt{((\varepsilon - 1) / \varepsilon)^2 (1 + \vartheta^2_{kp}) + 0,25\vartheta^2_{\rho p}}$
$\vartheta_T$	$\sqrt{((\varepsilon - 1) / \varepsilon)^2 \vartheta^2_{kT} + 0,25\vartheta^2_{\rho T}}$

Таблиця 2. Результати порівняльного аналізу значень відносних коефіцієнтів чутливості масової витрати перегрітої пари до вхідної величини

Table 2. The results of comparative analysis of the relative sensitivity coefficients of mass flowrate of superheated steam to the input data

Позначення коефіцієнта чутливості	Значення параметра					
	$\vartheta_{x_i}$ , рівняння табл. 1	$x_{i1}$	$x_{i2}$	$y(x_{i1})$	$y(x_{i2})$	$\vartheta_{x_i}$ , рівняння (3)
$\vartheta_{\Delta p}$	0,555	40000	41000	0,759825	0,765031	0,274
$\vartheta_{R_m}$	0,015	$2,2 \cdot 10^{-4}$	$2,3 \cdot 10^{-4}$		0,760076	0,0073
$\vartheta_d$	3,289	0,0643257	0,0633206		0,731369	2,397
$\vartheta_D$	-1,289	0,0812972	0,0823009		0,755782	-0,431
$\vartheta_p$	0,557	200000	210000		0,786897	0,713
$\vartheta_T$	-0,500	573,15	583,15		0,753344	-0,489

- внутрішнього діаметра вимірювального трубопроводу  $D = 0,0812972$  м;
- абсолютного тиску перегрітої пари  $p = 200000$  Па;
- термодинамічної температури перегрітої пари  $T = 573,15$  К.

Як видно з табл. 2, значення відносних коефіцієнтів чутливості  $\vartheta_{x_i}$ , розраховані за рівняннями, наведеними у табл. 1, суттєво відрізняються від значень таких коефіцієнтів, отриманих за різницеvim рівнянням (3). Це є наслідком того, що рівняння, наведені у табл. 1 і у ДСТУ ГОСТ 8.586.5:2009 [5], є спрощеними. Значення більшості відносних коефіцієнтів чутливості масової витрати перегрітої пари до вхідних величин, розраховані за різницеvim рівнянням (3), є меншими від значень, отриманих за спрощеними рівняннями табл.1.

Мета дослідження — уточнити рівняння відносної сумарної розширеної невизначеності результату вимірювання масової витрати перегрітої пари шляхом уведення до них нових аналітичних залежностей відносних коефіцієнтів чутливості масової витрати перегрітої пари до вхідних величин, що зменшить відносну сумарну розширену невизначеність результату вимірювання масової витрати перегрітої пари.

#### АНАЛІЗ ФУНКЦІОНАЛЬНОЇ ЗАЛЕЖНОСТІ МАСОВОЇ ВИТРАТИ ПЕРЕГРІТОЇ ПАРИ ВІД ВХІДНИХ ВЕЛИЧИН

Визначення відносного коефіцієнта чутливості масової витрати перегрітої пари до вхідної величини здійснюють за алгоритмом, наведеним у [10]. Для цього необхідно записати загальне рівняння розрахунку значень відносної сумарної розширеної не-

значеності  $U'_{q_m}$  результату вимірювання масової витрати перегрітої пари. Використавши рівняння (1) і врахувавши множину вхідних величин (4), застосовних для визначення масової витрати  $q_m$  перегрітої пари, запишемо рівняння розрахунку відносної сумарної розширеної невизначеності результату вимірювання масової витрати перегрітої пари як

$$U'_{q_m} = \left[ U'^2_{Fq_m} + U'^2_C + (\vartheta_{\Delta p} U'_{\Delta p})^2 + (\vartheta_d U'_d)^2 + (\vartheta_D U'_D)^2 + (\vartheta_{R_m} U'_{R_m})^2 + (\vartheta_p U'_p)^2 + (\vartheta_T U'_T)^2 \right]^{0.5} \quad (9)$$

Для уточнення рівняння розрахунку відносної сумарної розширеної невизначеності результату вимірювання масової витрати перегрітої пари необхідно отримати функціональну залежність масової витрати пари від вхідних величин.

Масова витрата перегрітої пари  $q_m$  через сопло ISA 1932 визначається за рівнянням [3]:

$$q_m = (\pi / 4) d^2 C E K_{\text{ш}} \varepsilon \sqrt{2 \Delta p \rho} \quad (10)$$

де  $E$  — коефіцієнт швидкості входу, який визначається за рівнянням [1]:

$$E = 1 / \sqrt{1 - \beta^4} \quad (11)$$

Відносний діаметр  $\beta$  горловини сопла ISA 1932 визначають за рівнянням [1]:

$$\beta = d / D \quad (12)$$

Коефіцієнт витікання  $C$  звукувального пристрою, який характеризує відношення експериментального значення масової витрати рідини до його теоретичного значення, визначають для сопла ISA 1932 за рівнянням [3]:

$$C = A_C + B_C (10^6 / \text{Re})^{1,15} \quad (13)$$

де  $\text{Re}$  — число Рейнольдса, значення якого обчислюють за рівнянням [1]:

$$\text{Re} = (4 / \pi) (q_m / \mu D); \quad A_C = 0,99 - 0,2262 \beta^{4,1};$$

$B_C = -(0,00175\beta^2 - 0,0033\beta^{4,15});$   
 $\mu$  — динамічна в'язкість перегрітої пари.

Коефіцієнт розширення  $\varepsilon$  перегрітої пари визначають за рівнянням [3]:

$$\varepsilon = \sqrt{\frac{\kappa \tau^{2/\kappa} (1 - \beta^4) (1 - \tau^{(\kappa-1)/\kappa})}{\kappa - 1 (1 - \beta^4 \tau^{2/\kappa}) (1 - \tau)}}, \quad (15)$$

де  $\tau = 1 - \Delta p / p$ .

Поправковий коефіцієнт  $K_{ш}$ , який ураховує шорсткість внутрішньої поверхні вимірювального трубопроводу, визначають за рівнянням [3]:

$$K_{ш} = \begin{cases} 1 + A_{Re} \beta^4 [0,045 \lg(10^4 R_{ш} / D) - 0,025] \\ \text{для } (10^4 R_{ш} / D)_{\text{доп}} < 10^4 R_{ш} / D \leq 30, \\ 1 & \text{для } 10^4 R_{ш} / D \leq (10^4 R_{ш} / D)_{\text{доп}} \end{cases} \quad (16)$$

де  $(10^4 R_{ш} / D)_{\text{доп}}$  — допустима відносна шорсткість внутрішньої поверхні вимірювального трубопроводу, яка визначається за рівняннями:

$$(10^4 R_{ш} / D)_{\text{доп}} = \begin{cases} 8\pi & \text{для } \beta \leq 0,35 \\ \pi \left[ 1,0485 + \frac{0,039}{(\beta - 0,2704)^2} \right] & \text{для } 0,35 < \beta < 0,77 \\ 1,2\pi & \text{для } \beta \geq 0,77 \end{cases}$$

$$A_{Re} = \begin{cases} 1 & \text{для } Re \geq 10^6 \\ 1 - \frac{[\lg(Re) - 6]^2}{4} & \text{для } 10^4 < Re < 10^6 \end{cases}$$

Підставивши рівняння (15) у рівняння (10) і врахувавши рівняння (14) та множину вхідних сигналів (4), отримаємо рівняння для визначення масової витрати перегрітої пари:

$$q_m = \frac{\pi}{4} d^2 C [d, D, q_m, \mu(p, T)] \times \\ \times K_{ш} [R_{ш}, d, D, q_m, \mu(p, T)] \frac{\kappa(p, T)}{\kappa(p, T) - 1} \times \\ \times \frac{\tau(\Delta p, p)^{\frac{2}{\kappa(p, T)}} \left[ 1 - \tau(\Delta p, p)^{\frac{1 - \frac{1}{\kappa(p, T)}}{1 - \beta(d, D)^4}} \right]}{1 - \beta(d, D)^4 \tau(\Delta p, p)^{\frac{2}{\kappa(p, T)}}} \sqrt{2 p \rho(p, T)} \quad (17)$$

Рівняння (17) і є функціональною залежністю масової витрати перегрітої пари від вхідних параметрів, які визначають під час вимірювання витрати пари.

#### ВИЗНАЧЕННЯ ВІДНОСНИХ КОЕФІЦІЄНТІВ ЧУТЛИВОСТІ МАСОВОЇ ВИТРАТИ ПЕРЕГРІТОЇ ПАРИ ДО ВХІДНИХ ВЕЛИЧИН

Застосувавши рівняння (2) до функціональної залежності (17) та врахувавши рівняння (11) — (16),

отримано рівняння для відносних коефіцієнтів чутливості:

$$\vartheta_{\Delta p} = \frac{\partial q_m}{\partial \Delta p} \frac{\Delta p}{q_m} = K_{Re} \frac{1 - \tau}{2\tau\kappa} \left[ \frac{(\kappa - 1)\tau^{(\kappa-1)/\kappa}}{1 - \tau^{(\kappa-1)/\kappa}} - \frac{2}{1 - \beta^4 \tau^{2/\kappa}} \right]; \quad (18)$$

$$\vartheta_{R_{ш}} = \frac{\partial q_m}{\partial R_{ш}} \frac{R_{ш}}{q_m} = A_{шR_{ш}} K_{Re}; \quad (19)$$

$$\vartheta_d = \frac{\partial q_m}{\partial d} \frac{d}{q_m} = K_{Re} \left[ \frac{2}{1 - \beta^4 \tau^{2/\kappa}} - A_{dD} + 4 \left( 1 - \frac{1}{K_{ш}} \right) \right]; \quad (20)$$

$$\vartheta_D = \frac{\partial q_m}{\partial D} \frac{D}{q_m} = K_{Re} \left\{ A_{dD} + 1,15 \left( 1 - \frac{A_C}{C} \right) - \frac{2\beta^4 \tau^{2/\kappa}}{1 - \beta^4 \tau^{2/\kappa}} - 4 \left( 1 - \frac{1}{K_{ш}} \right) - A_{шR_{ш}} - A_{шRe} \right\}; \quad (21)$$

$$\vartheta_p = \frac{\partial q_m}{\partial p} \frac{p}{q_m} = K_{Re} \left\{ \frac{\vartheta_{\rho p}}{2} + \vartheta_{\mu p} \left[ 1,15 \left( 1 - \frac{A_C}{C} \right) - A_{шRe} \right] - A_{ек} \vartheta_{\kappa p} + 0,5 \right\} - \vartheta_{\Delta p} \quad (22)$$

$$\vartheta_T = \frac{\partial q_m}{\partial T} \frac{T}{q_m} = K_{Re} \left\{ \frac{\vartheta_{\rho T}}{2} + \vartheta_{\mu T} \left[ 1,15 \left( 1 - \frac{A_C}{C} \right) + A_{шRe} \right] + A_{ек} \vartheta_{\kappa T} \right\} \quad (23)$$

де  $\vartheta_{\mu p}$ ,  $\vartheta_{\mu T}$  — відносні коефіцієнти чутливості динамічної в'язкості перегрітої пари відповідно до їх абсолютного тиску і термодинамічної температури.

У формулах (18) — (23) застосовано позначення відповідних комплексів:

$$A_{шRe} = \begin{cases} 0 & \text{для } Re \geq 10^6 \\ \frac{2}{\ln(10) [\lg(Re) - 6]} \left( 1 - \frac{1}{K_{ш}} \right) \left( 1 - \frac{1}{A_{Re}} \right); & \text{для } 10^4 < Re < 10^6 \end{cases}$$

$$K_{Re} = \{1 + 1,15(1 - A_C / C) - A_{шRe}\}^{-1};$$

$$A_{шR_{ш}} = \left( 1 - \frac{1}{K_{ш}} \right) \frac{1,8}{\ln(10) [1,8 \lg(10^4 R_{ш} / D) - 1]};$$

$$A_{dD} = \frac{0,92742\beta^{4,1} + (0,0035\beta^2 - 0,013695\beta^{4,15})(10^6 / Re)^{1,15}}{C};$$

$$A_{ек} = \frac{1}{2\kappa} \left[ \frac{\kappa}{\kappa - 1} + \ln(\tau) \left( \frac{\tau^{(\kappa-1)/\kappa}}{1 - \tau^{(\kappa-1)/\kappa}} + \frac{2}{1 - \beta^4 \tau^{2/\kappa}} \right) \right].$$

#### ПОРІВНЯЛЬНИЙ АНАЛІЗ ЗНАЧЕНЬ ВІДНОСНИХ КОЕФІЦІЄНТІВ ЧУТЛИВОСТІ МАСОВОЇ ВИТРАТИ ПЕРЕГРІТОЇ ПАРИ ДО ВХІДНИХ ВЕЛИЧИН

Порівняємо значення відносних коефіцієнтів чутливості, обчислених за удосконаленими рівняннями (18) — (23), зі значеннями таких же відносних коефіцієнтів чутливості (табл. 2), отриманими за спрощеними залежностями із табл. 1. Значення відносних коефіцієнтів чутливості, обчислені за рівняннями (18) — (23), представлено у табл. 3.



Таблиця 3. Значення відносних коефіцієнтів чутливості, обчислені за рівняннями (18) — (23)

Table 3. Values of relative sensitivity coefficients, calculated by equations (18) — (23)

Позначення коефіцієнта чутливості	Рівняння	Значення відносного коефіцієнта чутливості	$\vartheta_{x_i}$ , рівняння (3)
$\vartheta_{\Delta p}$	(18)	0,280	0,274
$\vartheta_{R_{\text{ш}}}$	(19)	0,0075	0,0073
$\vartheta_d$	(20)	2,444	2,397
$\vartheta_D$	(21)	-0,444	-0,431
$\vartheta_p$	(22)	0,723	0,713
$\vartheta_T$	(23)	-0,489	-0,489

Як видно з табл. 3, значення відносних коефіцієнтів чутливості, отримані за рівняннями (18) — (23), є близькими до значень таких же коефіцієнтів чутливості, отриманих за різницеvim рівнянням (3). Це свідчить, що залежності (18) — (23) більш точно відтворюють вплив вхідних параметрів на масову витрату порівняно зі спрощеними залежностями, застосованими у стандарті ДСТУ ГОСТ 8.586.5:2009 [5], а отже вони з вищою точністю відтворюють також і вплив невизначеностей оцінювання вхідних параметрів на невизначеність вимірюваного значення витрати перегрітої пари.

Для оцінки зміни значень відносних коефіцієнтів чутливості внаслідок уточнення залежностей для їх обчислення нами виконано аналіз зміни значень цих коефіцієнтів чутливості для діапазонів зміни відповідних параметрів, що відповідають умовам експлуатації систем вимірювання витрати перегрітої пари.

Проведеними дослідженнями встановлено характер зміни відносних коефіцієнтів чутливості  $\vartheta_{\Delta p}$ ,  $\vartheta_{R_{\text{ш}}}$ ,  $\vartheta_d$  і  $\vartheta_D$ , визначених за рівняннями (18) — (23). Залежності цих відносних коефіцієнтів чутливості від вхідних величин, відповідно  $\Delta p$ ,  $R_{\text{ш}}$ ,  $d$  і  $D$ , наведено на рис. 1, 2, 3, і 4. На кожному рисунку представлено графіки залежностей коефіцієнта, обчисленого за спрощеним рівнянням із табл. 1, та коефіцієнта, обчисленого за удосконаленим рівнянням.

Як видно із табл. 2, 3, а також з рис. 1 — 4, значення відносних коефіцієнтів чутливості  $\vartheta_{\Delta p}$ ,  $\vartheta_{R_{\text{ш}}}$ ,  $\vartheta_d$  і  $\vartheta_D$ , розраховані за удосконаленими рівняннями (18) — (21) і (23), є меншими за модулем ніж значення відносних коефіцієнтів чутливості, визначені за спрощеними рівняннями (табл. 1), застосованими

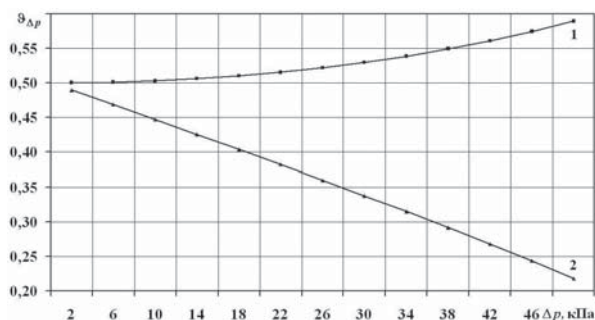


Рис. 1. Залежність відносного коефіцієнта чутливості  $\vartheta_{\Delta p}$  від перепаду тиску на соплі ISA 1932:

1 — побудована за рівнянням із табл. 1;

2 — побудована за рівнянням (18)

Fig. 1. Relative sensitivity coefficient  $\vartheta_{\Delta p}$  to the differential pressure on nozzle ISA 1932:

1 — calculated by the equation given in the table 1;

2 — calculated by the equation (18)

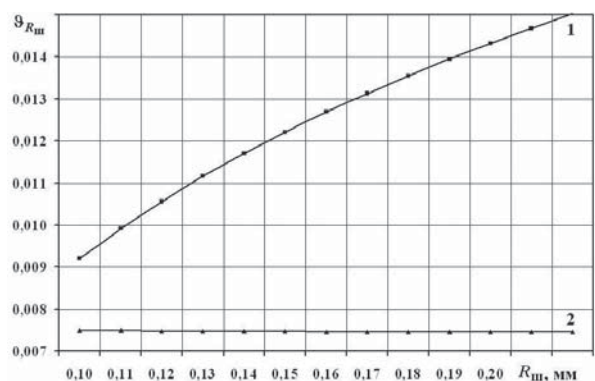


Рис. 2. Залежність відносного коефіцієнта чутливості  $\vartheta_{R_{\text{ш}}}$  від еквівалентної шорсткості внутрішньої поверхні вимірювального трубопроводу:

1 — побудована за рівнянням із табл. 1;

2 — побудована за рівнянням (19)

Fig. 2. Relative sensitivity coefficient  $\vartheta_{R_{\text{ш}}}$  to the equivalent roughness of the inner surface of pipe:

1 — calculated by the equation given in the table 1;

2 — calculated by the equation (19)

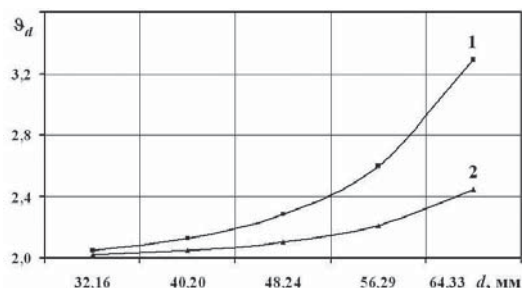


Рис. 3. Залежність відносного коефіцієнта чутливості  $\vartheta_d$  від діаметра горловини сопла ISA 1932:

1 — побудована за рівнянням із табл. 1;

2 — побудована за рівнянням (20)

Fig. 3. Relative sensitivity coefficient  $\vartheta_d$  to the throat diameter of nozzle ISA 1932:

1 — calculated by the equation given in the table 1;

2 — calculated by the equation (20)

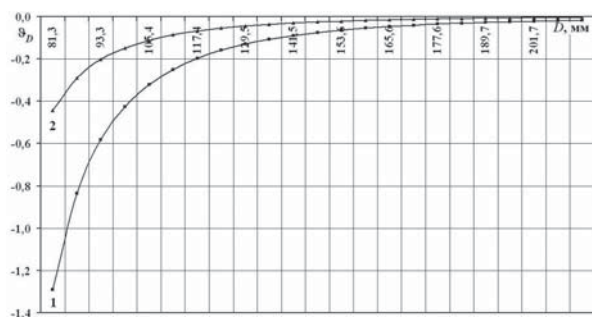


Рис. 4. Залежність відносного коефіцієнта чутливості  $\vartheta_D$  від внутрішнього діаметра вимірювального трубопроводу: 1 — побудована за рівнянням із табл. 1; 2 — побудована за рівнянням (21)

Fig. 4. Relative sensitivity coefficient  $\vartheta_D$  to the inner diameter of the pipe: 1 — calculated by the equation given in the table 1; 2 — calculated by the equation (21)

для отримання рівняння невизначеності вимірюваного значення витрати у ДСТУ ГОСТ 8.586.5:2009 [5].

Порівняємо значення відносної сумарної розширеної невизначеності результату вимірювання масової витрати перегрітої пари, обчислені за спрощеним рівнянням (5) і удосконаленим рівнянням (9), для таких значень вхідних параметрів (додатково до значень параметрів, наведених у табл. 2):

\* відносної розширеної невизначеності результату вимірювання перепаду тиску на звужувальному пристрої  $U'_{\Delta p} = 0,075 \%$ ;

\* відносної розширеної невизначеності коефіцієнта витікання  $U'_C = 1,182 \%$ ;

\* відносних розширених невизначеностей вимірювання діаметра горловини сопла та внутрішнього діаметра трубопроводу:  $U'_d = 0,04 \%$  і  $U'_D = 0,2 \%$ ;

\* відносної розширеної невизначеності результату вимірювання еквівалентної шорсткості внутрішньої поверхні вимірювального трубопроводу  $U'_{R_w} = 40 \%$ ;

\* відносних розширених невизначеностей результату вимірювання абсолютного тиску і температури перегрітої пари відповідно  $U'_p = 0,075 \%$  і  $U'_T = 0,044 \%$ .

Значення відносної сумарної розширеної невизначеності результату вимірювання масової витрати перегрітої пари, обчислене за рівнянням (5), становить  $U'_{q_m} = 1,439 \%$ , а за рівнянням (9) —  $U'_{q_m} = 1,384 \%$ . Як видно з представленого прикла-

ду, застосування нових рівнянь (18) — (23) для визначення відносних коефіцієнтів чутливості дозволило зменшити значення відносної сумарної розширеної невизначеності результату вимірювання масової витрати перегрітої пари на  $0,055 \%$ .

## ВИСНОВКИ

На основі проведеного аналізу встановлено, що рівняння для обчислення невизначеності вимірюваного значення витрати, наведені у ДСТУ ГОСТ 8.586.5:2009 [5], мають спрощений вид, що призводить до завищення розрахункового значення відносної сумарної розширеної невизначеності результату вимірювання масової витрати газоподібного середовища.

За результатами аналізу функціональної залежності масової витрати перегрітої пари від вхідних величин удосконалено рівняння відносної сумарної розширеної невизначеності результату вимірювання масової витрати перегрітої пари.

Удосконалено рівняння для визначення відносних коефіцієнтів чутливості масової витрати перегрітої пари до вхідних величин. Підтверджено, що значення відносних коефіцієнтів чутливості  $\vartheta_{\Delta p}$ ,  $\vartheta_{R_w}$ ,  $\vartheta_d$ ,  $\vartheta_D$ ,  $\vartheta_p$  і  $\vartheta_T$ , отримані за удосконаленими рівняннями (18) — (23), є близькими до значень таких же коефіцієнтів чутливості, отриманих за різними рівняннями (3). Це свідчить, що залежності (18) — (23) більш точно відтворюють вплив вхідних параметрів на масову витрату порівняно зі спрощеними залежностями, застосованими у стандарті ДСТУ ГОСТ 8.586.5:2009 [5].

Значення відносних коефіцієнтів чутливості  $\vartheta_{\Delta p}$ ,  $\vartheta_{R_w}$ ,  $\vartheta_d$ ,  $\vartheta_D$  і  $\vartheta_T$ , розраховані за удосконаленими рівняннями (18) — (21) і (23), є меншими за модулем ніж значення таких коефіцієнтів, отримані за спрощеними рівняннями, використаними у ДСТУ ГОСТ 8.586.5:2009 [5]. Застосування удосконалених рівнянь дає можливість зменшити значення сумарної розширеної невизначеності результату вимірювання масової витрати перегрітої пари.

Для розглянутого прикладу зменшення значення відносної сумарної розширеної невизначеності результату вимірювання масової витрати перегрітої пари становить  $0,055 \%$ .

## СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ / REFERENCES

1. Метрологія. Вимірювання витрати та кількості рідини й газу із застосуванням стандартних звужувальних пристроїв. Частина 1. Принцип методу вимірювань та загальні вимоги. (ГОСТ 8.586.1-2005 (ISO 5167-1:2003), IDT; ISO 5167-1:2003, NEQ); ДСТУ ГОСТ 8.586.1:2009. — [Чинний від 2010-04-01]. — К.: Держспоживстандарт України. (Metrology. Measurements of liquid and gas flow rate and quantity by means of orifice instruments.

- Part 1. Principle method of the of measurements general requirements. (GOST8.586.1-2005 (ISO 5167-1:2003), IDT; ISO 5167-1:2003, NEQ): DSTU GOST8.586.1:2009. — [Effective as of 2010-04-01]. — К.: Derzhspozhivstandard of Ukraine). 2010. — 98 с/р. — (Національний стандарт України)/ (National Standard of Ukraine).
2. Метрологія. Вимірювання витрати та кількості рідини й газу із застосуванням стандартних звужуючих пристроїв. Частина 2. Діафрагми. Технічні вимоги. (ГОСТ8.586.2-2005 (ИСО 5167-2:2003), IDT; ISO 5167-2:2003, NEQ): ДСТУ ГОСТ 8.586.2:2009. — [Чинний від 2010-04-01]. — К.: Держспоживстандарт України. (Metrology. Measurement of liquid and gas flow rate and quantity by means of orifice instruments. Part 2. Orifice plates. Technical requirements. (GOST8.586.2-2005 (ISO 5167-2:2003), IDT; ISO 5167-2:2003, NEQ): DSTU GOST8.586.2:2009. — [Effective as of 2010-04-01]. — К.: Derzhspozhivstandard of Ukraine). 2010. — 90 с/р. — (Національний стандарт України)/ (National Standard of Ukraine).
  3. Метрологія. Вимірювання витрати та кількості рідини й газу із застосуванням стандартних звужуючих пристроїв. Частина 3. Сопла та сопла Вентурі. Технічні вимоги. (ГОСТ8.586.3-2005 (ИСО 5167-3:2003), IDT; ISO 5167-3:2003, NEQ): ДСТУ ГОСТ 8.586.3:2009. — [Чинний від 2010-04-01]. — К.: Держспоживстандарт України. (Metrology. Measurement of liquid and gas flow rate and quantity by means of orifice instruments. Part 3. Nozzles and Venturi nozzles. Technical requirements. (GOST8.586.3-2005 (ISO 5167-3:2003), IDT; ISO 5167-3:2003, NEQ): DSTU GOST8.586.3:2009. — [Effective as of 2010-04-01]. — К.: Derzhspozhivstandard of Ukraine). 2010. — 68 с/р. — (Національний стандарт України)/ (National Standard of Ukraine).
  4. Метрологія. Вимірювання витрати та кількості рідини й газу із застосуванням стандартних звужуючих пристроїв. Частина 4. Труби Вентурі. Технічні вимоги. (ГОСТ8.586.4-2005 (ИСО 5167-4:2003), IDT; ISO 5167-4:2003, NEQ): ДСТУ ГОСТ 8.586.4:2009. — [Чинний від 2010-04-01]. — К.: Держспоживстандарт України. (Metrology. Measurement of liquid and gas flow rate and quantity by means of orifice instruments. Part 4. Venturi tubes. Technical requirements. (GOST8.586.4-2005 (ISO 5167-4:2003), IDT; ISO 5167-4:2003, NEQ): DSTU GOST8.586.4:2009. — [Effective as of 2010-04-01]. — К.: Derzhspozhivstandard of Ukraine). 2010. — 53 с/р. — (Національний стандарт України)/ (National Standard of Ukraine).
  5. Метрологія. Вимірювання витрати та кількості рідини й газу із застосуванням стандартних звужуючих пристроїв. Частина 5. Методика виконання вимірювань. (ГОСТ 8.586.5-2005, IDT): ДСТУ ГОСТ 8.586.5:2009. — [Чинний від 2010-04-01]. — К.: Держспоживстандарт України. (Metrology. Measurement of liquid and gas flow rate and quantity by means of orifice instruments. Part 5. Measurement procedure. (GOST8.586.5-2005, IDT): DSTU GOST8.586.5:2009. — [Effective as of 2010-04-01]. — К.: Derzhspozhivstandard of Ukraine). 2010. — 196 с/р. — (Національний стандарт України)/ (National Standard of Ukraine).
  6. Блоки с соплами для паропроводов ТЭС. Конструкция и размеры. ОСТ 108.839.06-82. — [Действующий от 1982-06-04]. 1982. ( Blocks with nozzles for steam power plants. The design and dimensions. OST 108.839.06-82. — [Effective as of 1982-06-04]).
  7. Закон України. «Про метрологію та метрологічну діяльність». (Law of Ukraine. «On metrology and metrological activity». <http://zakon4.rada.gov.ua/laws/show/113/98-вр>).
  8. Measurement of fluid flow — Procedures for the evaluation of uncertainties: ISO 5168:2005.
  9. Пістун Є.П. Нормування витратомірів змінного перепаду тиску [Текст]/ Пістун Є.П., Лесовой Л.В. — Львів: Вид-во ЗАТ «Ін-т енергоаудиту та обліку енергоносіїв». (Pistun E.P. Rationing of the flow meter of variable differential pressure [Text] / Pistun E.P., Lesovoi L.V. — Lviv: Publishing ZAT «In-t enerhoaudytu ta obliku enerhonosiiv»). 2006. — 576 с/р.
  10. Пістун Е.П. Применение средств вычислительной техники для повышения точности определения расхода, измеряемого по методу переменного перепада давления / Пістун Е.П. // Автореферат диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук. — Львов. (Pistun E.P. The use of computer technology to improve the accuracy of determining the flow rate, as measured by the method of differential pressure [Text] / Pistun E.P. // Abstract of dissertation for the degree of candidate of technical sciences. — Lviv:) 1973. — 24 с/р. ■

Отримано / received: 22.06.2015.

Стаття рекомендована до публікації д.т.н., проф. Й.С. Мисаком (Україна).

Prof. Y.S. Mysak, D. Sc. (Techn.), Ukraine, recommended this article to be published.



УДК 621.317

# МЕТОДИКА ПРОЕКТУВАННЯ ВОЛЬТМЕТРА В СЕРЕДОВИЩІ LabVIEW ДЛЯ МОДУЛЯ NI USB-6009

**І. Петровська**, кандидат технічних наук, доцент кафедри Інформаційно-вимірювальних технологій,  
**Р. Івах**, кандидат технічних наук, доцент кафедри,  
**О. Ковальчук**, магістр,  
Інститут комп'ютерних технологій, автоматики і метрології  
Національного університету «Львівська політехніка»

*Показано переваги графічного програмування LabVIEW, описано процедуру програмування у середовищі LabVIEW і низку базових елементів, що використовують для створення програми. Представлено результати розроблення віртуального вольтметра в програмному середовищі LabVIEW. Для проведення вимірювань напруги використано низькочастотний генератор сигналів та пристрій збирання вимірювальних даних типу NI USB-6009.*

*At this moment personal computer (PC) has excellent performance in calculation. But there is some problems to put real world data to PC for next analysis. To solve this issue some companies produce DAQ systems that can be connected to PC and provide some interface between signals and a PC. Through evolution of the DAQ systems appears new term "virtual instrument" – using of customizable software*

*and modular measurement hardware to create user-defined measurement systems. One of the most successfully companies in virtual instrumentation is National Instruments that produces both hardware DAQ systems and LabVIEW software. LabVIEW allows to work with DAQ hardware very well and provides graphical programming language to create user-defined programs.*

*In this article methodology of virtual voltmeter described with using of LabVIEW software and USB6009 DAQ hardware. Designed device able to measure of both AC and DC voltage in range 1 mV to 20 V with sample rate of 24 kHz. Created by LabVIEW interface of this device is like as real voltmeter and is controlled alike. This article contains block-diagram of designed device designed by LabVIEW software. Additionally it includes implementations of voltage divider, normalizing amplifier and RMS calculation schema.*

**Ключові слова:** LabVIEW, віртуальний вольтметр, NI USB-6009, віртуальні прилади, графічне програмування  
**Keywords:** LabVIEW, virtual voltmeter, NI USB6009, virtual instruments, graphical programming language.

**Д**ля проведення наукових досліджень часто необхідно мати інноваційний та гнучкий інструмент для ефективного здійснення вимірювань, опрацювання даних, візуалізації та архівування результатів вимірювань тощо. До таких інструментів належить середовище LabView від National Instruments.

Програма, написана в середовищі LabVIEW, називається віртуальним приладом. Концепція віртуальних інструментів полягає у тому, що вимірювальний прилад поєднується з комп'ютером не за рахунок інтерфейсу, а шляхом «вбудовування» ПК у корпус приладу, тобто це принцип поєднання ПК з аналоговим адаптером (сенсором) вимірювальної інформації. Таке поєднання здійснюється за допомогою плати збирання вимірювальних даних (ПЗВД). Основним принципом побудови систем збирання, опрацювання та управління на базі обладнання і програмного забезпечення корпорації National Instruments є можливість перетворення персонального комп'ютера (як локально, так і мережево) у вимірювальний комплекс з необхідними метрологічними характеристиками. Використовуючи ці засоби програмування



І. Петровська



Р. Івах



О. Ковальчук



та взаємодії з реальним світом, можна з легкістю змінити і розширити функціональність віртуальних приладів з метою створення власного спеціалізованого інструмента [6].

*Мета статті* — використовуючи переваги графічного програмування середовища LabVIEW, створити віртуальний вольтметр з такими характеристиками: діапазон вимірювання напруги змінного струму 1 mV — 20 V; частотний діапазон (0—24) kHz, — та провести вимірювання напруги віртуальним вольтметром за допомогою низькочастотного генератора сигналів і пристрою збирання вимірювальних даних NI USB-6009.

### ПОБУДОВА ВІРТУАЛЬНОГО ВОЛЬТМЕТРА В СЕРЕДОВИЩІ LABVIEW

Передню панель розробленого віртуального вольтметра представлено на рис. 1.

Структурну схему експериментальної установки та цифрового вольтметра представлено на рис. 2.

На рис. 2 зображено: ПН — подільник напруги; НП — нормувальний підсилювач; ПСКЗ — перетворювач середньоквадратичних значень; АЦП — аналого-цифровий перетворювач; Р — регістр; Д — дешифратор; ЦВП — цифровий відліковий пристрій.

З метою максимального наближення вольтметра до реально наявних приладів здійснено розбиття діапазонів вимірюваних напруг, що надходять на входи вимірювальних каналів, на піддіапазони. Вибір нормувальних значень на піддіапазони ґрунтувався на аналізі відповідних значень для реальних приладів.

Для ручного вибору межі вимірювання на передній панелі вольтметра змодельовано сукупність клавіш вибору піддіапазону вимірювання. Вибір необхідної межі здійснюється натисканням на відповідну клавішу.

Для представлення результату вимірювання створено світлодіодний цифровий відліковий пристрій, що складається із семисегментних індикаторів. Для розмірності отриманого результату застосовуються спеціальні індикатори.

Використовуючи можливості LabVIEW, структурну схему цифрового вольтметра (рис. 2) представимо DAQ структурою (рис. 3).

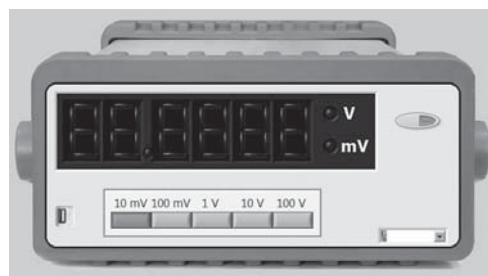


Рис. 1. Передня панель вольтметра

Fig. 1. Front panel of the voltmeter

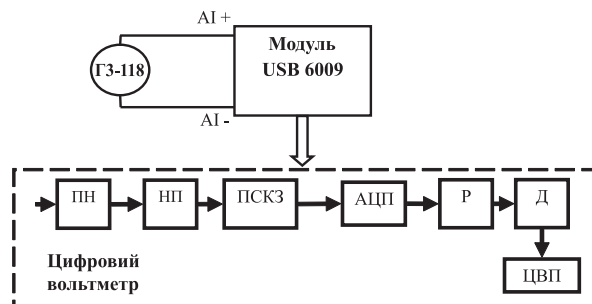


Рис. 2. Структурна схема експериментальної установки та цифрового вольтметра

Fig. 2. Block diagram of the experimental plant and the digital voltmeter

Кнопка stop включає віртуальний прилад. Сигнал починає надходити до вольтметра через DAQ структуру.

Усі DAQmx розташовані у Measurement I / O — DAQmx-Data Acquisition. DAQmx Create VirtualChannel створює віртуальний канал такого типу, який ми задаємо у меню, що випадає, конфігуратора входів цього віртуального приладу. Задаємо параметру input terminal configuration значення Differential, створивши відповідну константу. DAQmx Timing налаштовує такт і розмір буфера (число вибірок на каналі) для задачі. Для використання внутрішнього генератора DAQ пристрою вибираємо опцію Sample Clock меню, що випадає, конфігуратора. Задаємо параметр

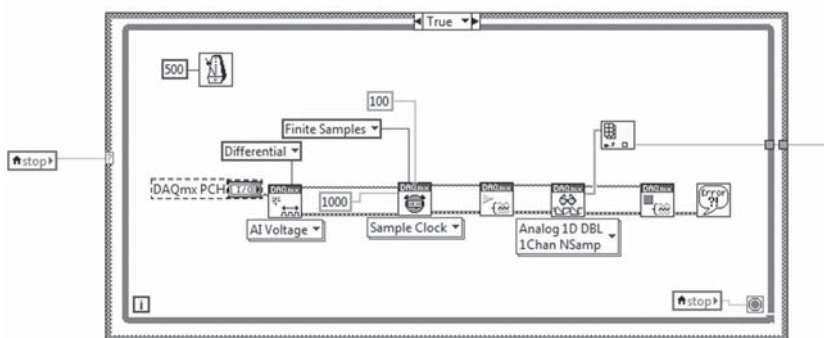


Рис. 3. DAQ структура

Fig. 3. DAQ-structure

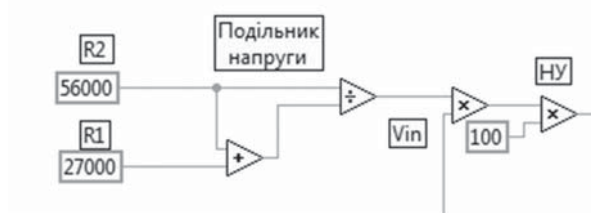


Рис. 4. Подільник напруги та нормувальний підсилювач

Fig. 4. The voltage divider and normalizing amplifier

sample mode значення Finite Samples, створивши відповідну константу. DAQmx Start Task запускає вимірювальну задачу. DAQmx Read виконує зчитування такого типу, який ми задаємо у меню, що випадає, його конфігуратора. Вибираємо опцію Analog → Single Channel → Multiple Samples → 1D DBL, щоб повернути одновимірний масив чисел з комою, що плаває, подвійної точності з одного каналу. DAQmx Stop Task зупиняє вимірювальну задачу. Ставимо найпростіший обробник помилок — ВП Simple Error Handler, розташований у палітрі Programming → Dialog & User Interface, на блок-діаграму. У разі виникнення помилки цей ВП викличе діалогове вікно з інформацією стосовно помилки й місця її виникнення.

На рис. 4 представлено виконання подільника напруги та нормувального підсилювача в середовищі LABVIEW.

Створюємо відповідні константи R1 та R2. Значення їх задаємо як 27 та 56 кОм відповідно. Кінцевий результат йде на нормувальний підсилювач, коефіцієнт підсилення якого становить 100.

Потім із нормувального підсилювача сигнал йде на перетворювач середньоквадратичних значень. Як видно з рис. 5, сигнал надходить до формули ( $\sqrt{(1/T) \cdot \text{int}(U \cdot U)}$ ), в якій період дорівнює 0,001. Результат йде на множення, в якому другий множник — це розрядність за напругою (напруга АЦП). Для цієї задачі вибрано 10-розрядний АЦП; це означає, що обраний нами діапазон опорної напруги 5 В він «розділить» на 1024 значення. Тобто, якщо на вхід подавати напругу

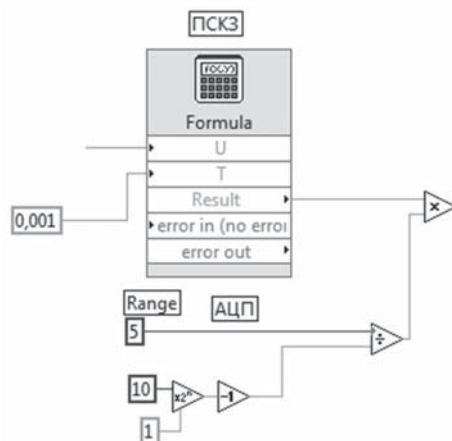


Рис. 5. Перетворювач середньоквадратичних значень та аналого-цифровий перетворювач

Fig. 5. Converter rms (root mean square) values and analog-to-digital converter



Рис. 6. Цифровий відліковий пристрій

Fig. 6. Digital reading device

від 0 до 5 В, то з регістрів АЦП зможемо отримати значення від 0 до 1023. Значить, вагове значення одного розряду АЦП складає  $5/1024 = 0,0048828125$  В. Отже, для обчислення напруги необхідно отримане

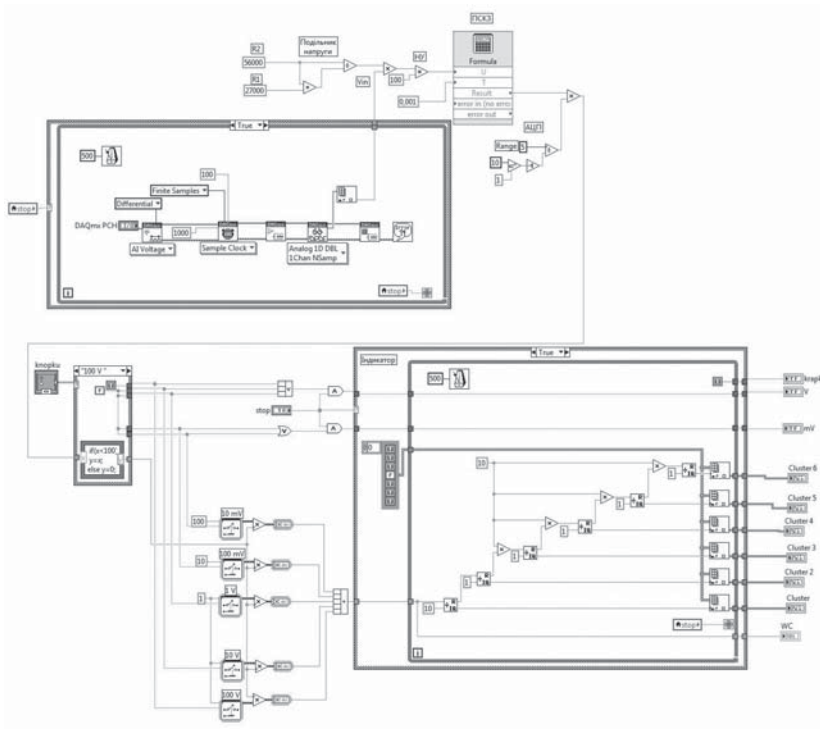


Рис. 7. Блок-діаграма віртуального вольтметра.

Fig. 7. Block diagram of the virtual voltmeter



Рис. 8. Робоче місце проведення експерименту з віртуальним вольтметром

у середовищі LabVIEW

Fig. 8. Workplace experiment with virtual voltmeter in the environment of LabVIEW

значення АЦП множити на 0,0048828125.

Далі сигнал йде на структуру "case" для вибору відповідного діапазону вихідної напруги та подається на регістр та дешифратор, за допомогою яких відображається значення напруги на цифровому відліковому пристрої, представленою на рис. 6.

На рис. 7 представлено блок-діаграму розробленого віртуального вольтметра в середовищі LabVIEW.

Під час експерименту встановлено частоту 24 кГц

на генераторі сигналів низькочастотному ГЗ-118. З генератора сигналів подається синусоїдальний сигнал через кабель, який приєднується до аналогових входів AI 1(AI 1+) та AI 5(AI 1-) пристрою збирання даних NI USB-6009. Також потрібно вибрати в DAQmx PCN вхід AI 1 на віртуальному вольтметрі. З пристрою збирання даних NI USB-6009 через USB кабель подається сигнал на віртуальний вольтметр у середовищі LabVIEW.

На рис. 8 представлено робоче місце виконання експерименту з віртуальним вольтметром у середовищі LabVIEW.

### ВИСНОВКИ

Розглянуто переваги графічного програмування. Показано результати розроблення віртуального вольтметра в програмному середовищі LabVIEW та проведення вимірювань напруги цим вольтметром за допомогою низькочастотного генератора сигналів і пристрою збирання вимірювальних даних NI USB-6009. Описано процедуру програмування в програмному середовищі LabVIEW і низку базових елементів, що використовуються для розроблення програми.

### СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ / REFERENCES

1. Скорин Ю.И. Концепция построения виртуальных средств измерений // Збірник наукових статей «Управління розвитком». — Х.: ХНЕУ (Skorin Y. The concept of building a virtual measuring instruments // Collected articles «Management development». — Kharkov: KhNUE), 2009.
2. Скорин Ю.И., Стадник В.В., Щербак О.В. Інформаційне супроводження навчального процесу // Збірник наукових статей «Управління розвитком». — Х.: ХУПС (Skorin Y., Stadnik V., Shcherbakov O. Informational support of educational process // Collected articles «Management development». — Kharkov: HUPS). — 2010. — Вип./Vol. 7 (88). — С/Р. 273—274.
3. Скорин Ю.И., Стадник В.В. Альтернативні способи вдосконалення парку засобів вимірювальної техніки // Збірник наукових праць «Інформаційні технології: наука, техніка, технологія, освіта, здоров'я». Матеріали XVII міжнародної науково-практичної конференції. Національний технічний університет «Харківський політехнічний інститут». Харків, 20—22 травня 2009 р. (Skorin Y., Stadnik V. Alternative ways to improve park measuring instruments // Scientific Papers «Information technology: science, engineering, technology, education, health» // Materials XVII International Scientific Conference. National Technical University «Kharkiv Polytechnic Institute». Kharkiv) — С/Р. 466.
4. Скорин Ю.И. Упровадження в навчальний процес засобів інформаційного супроводження навчальних занять // Збірник наукових статей «Управління розвитком». — Х.: ХНЕУ (Skorin Y. The introduction in the educational process means information support classes // Collected articles «Management development». — Kharkov: KhNUE), 2008. — С/Р. 145—146.
5. Скорин Ю.И. Упровадження в навчальний процес віртуальних вимірювальних приладів // Збірник наукових статей «Управління розвитком». — Х.: ХНЕУ (Skorin Y. The introduction in the educational process of virtual instrumentation // Collected articles «Management development». — Kharkov: KhNUE), 2008. — С/Р. 142—143.
6. Загидуллин Р.Ш. LabVIEW в исследованиях и разработках. — : Горячая линия — Телеком (Zahidullin R. LabVIEW in Research and Development. — Hotline — Telecom). 2005. — 312 с/р.
7. Суранов А. Я. LabVIEW 7: справочник по функциям. — М.: ДМК Пресс (Suranov A. LabVIEW 7: Directory to function. — М.: DMK Press), 2005. — 512 с/р.
8. Тревис Дж. LabVIEW для всех / Джеффри Тревис: Пер. С англ. Клушин Н. А. — М.: ДМК Пресс; ПриборКомплект (Jeffrey Travis. LabVIEW for Everyone / Jeffrey Trevys: Per. C. Eng. Klushina NA — М.: DMK Press; PryborKomplekt), 2005. — 544 с/р. ■

Отримано / received: 22.06.2015.

Стаття рекомендована до публікації д.т.н., проф. В.Д. Яцуком (Україна).  
Prof. V.D. Yatsuk, D. Sc. (Techn.), Ukraine, recommended this article to be published.

УДК 681.121



# МОДЕЛЬ ОЦІНЮВАННЯ НИЖНЬОЇ МЕЖІ ЧУТЛИВОСТІ МІТКОВОГО ПЕРЕТВОРЮВАЧА ВИТРАТИ ГАЗУ

**І. Мануляк**, аспірант кафедри комп'ютерних технологій в системах управління та автоматики, Івано-Франківський національний технічний університет нафти і газу

*Запропоновано аналітичне описання межі чутливості міткового перетворювача витрати газу в залежності від параметрів вимірюваного середовища та мірного елемента.*

*A description of the analytical limit of sensitivity mark converter gas consumption depending on the parameters measured medium and dimensional element is offered.*

**Ключові слова:** межа чутливості, мітковий перетворювач, витрата газу, модель.  
**Keywords:** limit sensitivity, mark converter, gas flow, model.

Реалізація сучасних систем кількісного обліку газових середовищ, в основному, ґрунтується на використанні лічильників та витратомірів з чутливим елементом, переміщення якого пропорційні поточній витраті. Одним із перспективних напрямів реалізації засобів вимірювання об'єму та об'ємної витрати газових середовищ з рухомим мірним елементом є міткові перетворювачі [1,2].

Проте зазначені пристрої зумовлюють створення додаткового опору на шляху руху вимірюваного середовища, що призводить до зменшення його швидкості. Також цей спосіб характеризується наявністю неконтрольованого протікання, зумовленого нещільністю прилягання мірного елемента. Внаслідок цього такі перетворювачі придатні лише для вимірювання витрати та об'єму рідини.

Одним із варіантів усунення зазначених вище недоліків перетворювачів є реалізація мірних елементів, зокрема, міток з використанням матеріалів, густина яких порівняна з густиною контрольованого середовища. Запропоновано спосіб, який дозволяє реалізувати вимірювання витрати за переміщенням сферичної мітки потоком газу [3]. Внаслідок того, що вхід потоку здійснюється за дотичною до напрямку переміщення середовища, а вихід — у протилежному, на внутрішньому і середньому радіусах мірної камери величина моменту є практично постійною, що дозволяє забезпечити рух мірного елемента за потоком по колу [4]. Перетворивши такі переміщення за допомогою відповідного реєстратора (давача) на сигнал, зручний для опрацювання, і визначивши зміну часових інтервалів, отримують величину, пропорційну до витрати середовища, що рухається мірною камерою. Для фіксації переміщення вимірювального середовища, зумовленого перепадом тиску між входом та виходом торovidної мірної камери 1, використовують сферичну мітку 2, вага якої близька за значенням до ваги відповідного об'єму вимірюваного середовища 3 (рис. 1). Реєстратор проходження мітки 4 здійснює формування дискретних електричних сигналів, які за допомогою обчислювача 5 безперервно зчитуються і опрацьовуються. Під час опрацювання проводять розпізнавання (ідентифікацію) вимірювальних



© Мануляк І., 2015



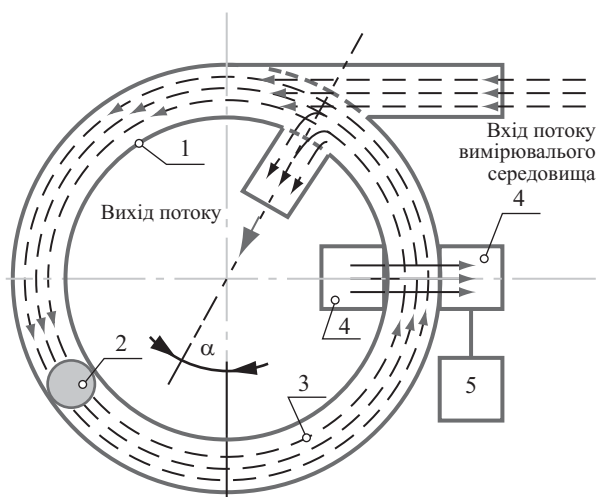


Рис. 1. Спосіб вимірювання витрати за переміщенням сферичної мітки вимірюваним середовищем (схема проведення вимірювань)

Fig. 1. Method for measuring flow moving spherical label measured environment (figure measurements)

сигналів і фіксацію часових інтервалів між ними, що дозволяє отримати значення поточної витрати вимірюваного середовища.

Одним із параметрів, які визначають у первинних перетворювачах, є нижня межа чутливості [5]. Верхня межа первинних перетворювачів мірного елемента контрольованого середовища визначається максимальною витратою газу. А нижня — необхідна для того, щоби мірний елемент переміщувався під дією сили лобового опору, яка діє з боку газу, що рухається.

### ПРОПОНОВАНА МОДЕЛЬ

Для описаного у [3] методу запропоновано модель, яка дозволить оцінити межу чутливості мітного перетворювача залежно від густини вимірюваного середовища та густини матеріалу мітки, коли мірний елемент опиратиметься рухові до того моменту, поки сила тертя не дійде до критичного значення, після якого зростати вже не буде [6]. Оскільки сили, які діють під час різного тертя, співвідносяться між собою у такий спосіб:  $F_{\text{спокою}} > F_{\text{ковзання}} > F_{\text{кочення}}$ , то після того, як сила динамічного тиску газу на сферичну мітку перевищить силу тертя спокою, сферична мітка проковзне, а потім почне котитися, оскільки на кочення йтиме менше енергії, тому це стане більш енергетично вигідним для системи [7]. Оскільки час зміни ковзання на кочення є дуже малим (порядку секунди), режимом ковзання за розрахунок мінімальної витрати можна знехтувати.

Для розрахунку сили опору, що діє на сферичну мітку, враховано форму профілю газу (рис. 2),

який йде за трубою. Швидкість газу, який рухається за трубою, у різних точках різна, тому визначено режим потоку, оскільки він впливає на розподіл швидкостей. Режим потоку визначається за допомогою числа Рейнольдса:  $Re = \rho \cdot v \cdot d / \mu$ , де  $v$  — швидкість потоку,  $\rho$  — густина газу,  $\mu$  — динамічний коефіцієнт в'язкості.

Для задач, що розглядають течію в трубі або рух кулі в рідині, використовують внутрішній діаметр труби  $d$  чи діаметр кулі відповідно. Існує критичне значення числа Рейнольдса, яке визначає перехід із ламінарного потоку в турбулентний: для круглих труб за звичайних умов

$$Re_{кр} \approx 2300. \quad (1)$$

За  $2300 < Re < 4000$  відбувається перехід із ламінарного потоку в турбулентний [8].

На основі проведених досліджень зафіксовано значення витрати, за якими обчислено швидкості, а також число Рейнольдса (рис. 2). Розрахунок виконано для повітря за використання таких величин:  $\mu = 18,6 \text{ мкПа} \cdot \text{с}$ ,  $\rho = 1,29 \text{ кг/м}^3$ ,  $d = 4 \text{ мм}$ .

На рис. 2 перші чотири точки належать до категорії ламінарного потоку, оскільки для таких швидкостей число Рейнольдса  $< 2300$ , одна точка міститься в перехідному режимі, а решта — в турбулентному. Оскільки потрібно визначити мінімальну витрату газу, то найбільш інформативною є перша точка, для якої  $Re = 63$ , звідки випливає, що потік ламінарний. На основі цього проведено подальші розрахунки.

За ламінарного потоку частинки газу (рідини) рухаються з різними швидкостями паралельно осі труби без перемішування. За такого режиму швидкості вони розподілятимуться за перерізом за параболічним законом [9]:  $v = v_{\text{max}} (1 - r^2 / r_0^2)$  (рис. 3).

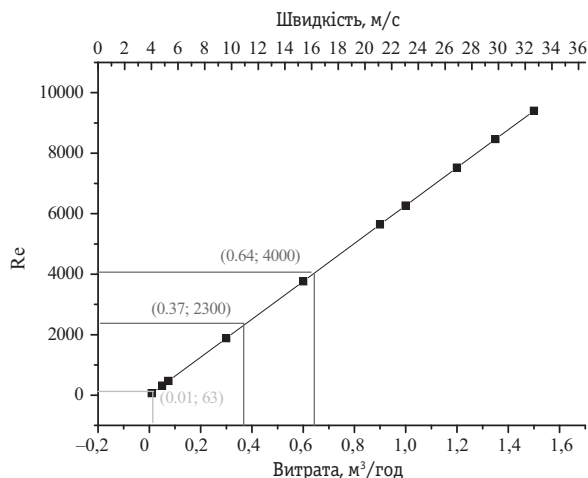


Рис. 2. Залежність числа Рейнольдса від витрати (швидкості) газу

Fig. 2. The dependence of the Reynolds number on the flow (speed) of gas

Оскільки розподіл швидкостей не залежить від числа Рейнольдса, то у випадку рівномірного ламінарного руху за всіх значень числа  $Re$  зберігається паралельність потоків газу.

Здійснивши підрахунок витрати рідини підсумовуванням витрат через елементарні кільцеві ділянки перерізу потоку [9], знайдено середню швидкість:

$$v_{cp} = Q / \pi \cdot r_0^2 = 1 / \pi \cdot r_0^2 \cdot \int_0^{r_0} (1 - r^2 / r_0^2) \cdot 2\pi r dr = \frac{v_{max}}{2}. \quad (2)$$

Силу динамічного тиску (лобового опору) обчислено за такою формулою:

$$F_0 = C_x \cdot (\rho \cdot v^2 / 2) \cdot S, \quad (3)$$

$$v^2 = 4 \cdot v_{cp}^2 \cdot (1 - 2 \cdot (r^2 / r_0^2) + r^4 / r_0^4). \quad (4)$$

Оскільки мітка має сферичну форму, то площа поверхні півсфери:

$$S = 4 \cdot r_0 \int_0^{\pi/2} d\phi \int_0^{r_0} (1 / \sqrt{r_0^2 - r^2}) r dr. \quad (5)$$

Зважаючи на те, що швидкість залежить від  $r$ , отримуємо вираз для сили лобового опору, яка діє з боку ламінарного потоку на сферичну мітку:

$$F_0 = (4 / 5) \cdot \pi C_x \rho v_{cp}^2 r_0^2. \quad (6)$$

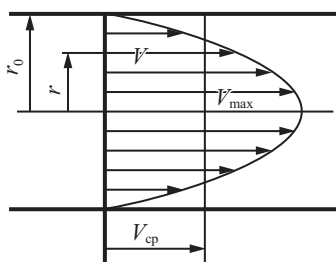


Рис. 3. Розподіл швидкостей за перерізом ламінарного потоку в круглій трубі

Fig. 3. Average speeds on the section laminar flow in a circular tube

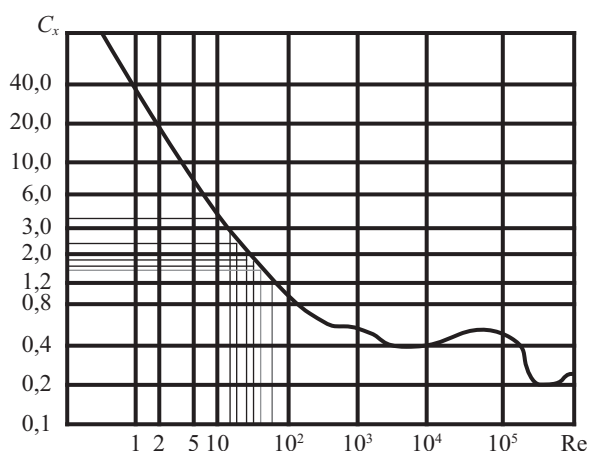


Рис. 4. Вплив числа Рейнольдса на коефіцієнт лобового опору кулі

Fig. 4. Effect of Reynolds number on drag coefficient balls

Таблиця 1. Значення числа Рейнольдса та відповідного коефіцієнта лобового опору

Table 1. Value and number Reynolds corresponding drag coefficient

Re	$C_x$
20	3.1
30	2.6
40	2.2
50	1.7
60	1.5
80	1.2
100	0.8

До цього виразу входить коефіцієнт  $C_x$ , величина якого залежить від числа Рейнольдса (рис. 4) [10].

Для визначення функції  $C_x(Re)$  в потрібних межах, а саме  $10 < Re < 10^2$ , використано на графіку додаткові лінії для визначення даних (табл. 1), урахувавши масштаб. За цими даними побудовано залежність  $C_x(Re)$  коефіцієнта лобового опору від числа Рейнольдса й апроксимовано цю залежність степеневою функцією  $y = 14,2x^{-0,51}$  (рис. 5).

Отже:

$$C_x = 14,2 \cdot Re^{-0,51} \approx 14 \cdot Re^{-0,5}. \quad (7)$$

Підставивши  $Re$  у формулу (7), отримуємо, що сила динамічного тиску визначатиметься за виразом:

$$F_0 = (56 / 5) \cdot (\pi \mu^{0,5} \rho^{0,5} v^{1,5} r_0^2 / d^{0,5}). \quad (8)$$

### МОДЕЛЬ №1

За запропонованою моделлю (рис. 6) розраховуємо мінімальну силу динамічного тиску, яка зможе привести в рух сферичну мітку, долаючи силу тертя спокою.

$$F_0 = F_{\text{спокою}}, \quad (9)$$

де  $F_0$  — сила динамічного тиску,  $F_{\text{спокою}}$  — сила тертя спокою.

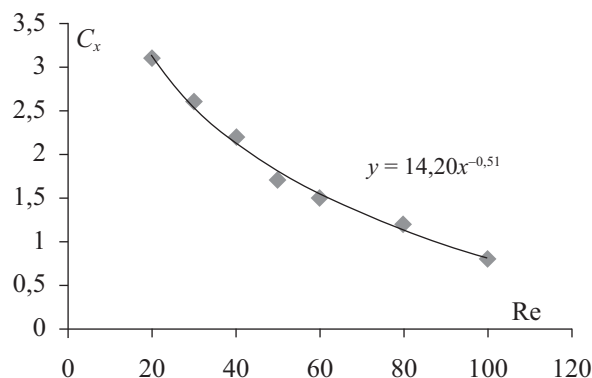


Рис. 5. Залежність коефіцієнта лобового опору від числа Рейнольдса

Fig. 5. Dependence of the drag from Reynolds

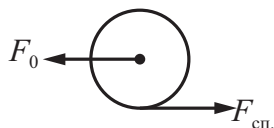


Рис. 6. Модель 1

Fig. 6. Model 1

$$F_{\text{спокую}} = \mu_{\text{спокую}} \cdot N = \mu_{\text{спокую}} mg, \quad (10)$$

де  $\mu_{\text{спокую}}$  — коефіцієнт тертя спокою,  $m = (4/3) \cdot \pi r_0^3 \rho_m$  — маса сферичної мітки,  $\rho_m$  — густина матеріалу для сферичної мітки.

Підставивши (10) і (8) у (9), отримуємо:

$$\mu_{\text{спокую}} mg = (56/5) \cdot (\pi \mu^{0.5} \rho^{0.5} v^{1.5} r_0^2 / d^{0.5}). \quad (11)$$

Визначивши із (11) середню швидкість, урахувавши вираз для маси сферичної мітки, отримуємо:

$$Q_{\min 1} = \pi r_0^{2.5} \sqrt{(5/42) \cdot (d/\mu \rho)^{0.5} \mu_{\text{спокую}} r_0 \rho_m g}. \quad (12)$$

Для оцінки правомірності запропонованої моделі обчислено мінімальну витрату за (12). Для цього потрібен коефіцієнт тертя спокою між пінополістиролом та оргсклом. Зважаючи на те, що коефіцієнт тертя між зазначеними матеріалами не досліджено, потрібно підібрати коефіцієнт пінополістиролу за іншим матеріалом, найбільш подібним за шорсткістю до оргскла. Міру шорсткості оцінено за статичним коефіцієнтом тертя однакових матеріалів. Коефіцієнт тертя оргскла по оргсклу складає 0,8. Найближчим за величиною є такий коефіцієнт для пари сталь-сталь — 0,78. Тому доцільно користуватися коефіцієнтом тертя спокою для пари пінополістирол-сталь, який складає 0,35.

Параметри для проведення розрахунків:  $\mu_{\text{спокую}} = 0,35$ ,  $\rho_m = 15 \text{ кг/м}^3$ ,  $\rho = 1,29 \text{ кг/м}^3$ ,  $d_0 = 0,0039 \text{ м}$ ,  $r_0 = 0,00195 \text{ м}$ .

На основі реалізованої моделі отримано теоретичне значення швидкості мітки мірного елемента  $v_1 = 0,2875 \text{ м/с}$ , зафіксовано експериментальне значення  $v_1 = 0,2211 \text{ м/с}$ . Мінімальна витрата становить  $Q_{\min 1} = 0,01236 \text{ м}^3/\text{год}$  тоді як експериментальне значення  $Q_{\min} = 0,01 \text{ м}^3/\text{год}$ . Порівнявши ці дві величини, можна побачити, що експериментальне значення не істотно відрізняється від теоретичного. Ураховуючи наближеність обчислень та похибки експерименту, така величина є цілком прийнятною для застосування запропонованої моделі. Основна причина відмінності теоретичного значення від експериментального зумовлена реальною геометрією самої мітки, оскільки виготовити її ідеально сферичною практично неможливо.

## МОДЕЛЬ №2

Запропонована модель (рис. 7) передбачає розрахунок мінімальної сили динамічного тиску, яка зможе підтримувати рух сферичної мітки, долаючи

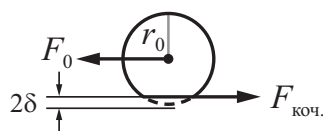


Рис. 7. Модель 2

Fig. 7. Model 2

силу тертя кочення, що є меншою від сили тертя спокою. Отже, витрата газу буде меншою.

$$F_0 = F_{\text{кочення}}, \quad (13)$$

де  $F_0$  — сила динамічного тиску,  $F_{\text{кочення}}$  — сила тертя кочення.

$$F_{\text{кочення}} = (\delta/r_0)N = (\delta/r_0)mg, \quad (14)$$

де  $\delta$  — коефіцієнт тертя кочення (половина деформації тіла сферичної форми).

Підставивши (14) і (8) у (13), отримуємо:

$$(\delta/r_0)mg = (56/5) \cdot \pi (\mu \rho / d)^{0.5} v^{1.5} r_0^2. \quad (15)$$

Визначивши із (15) середню швидкість, отримуємо:

$$Q_{\min 2} = \pi r_0^{2.5} \sqrt{(5/42) \cdot (d/\mu \rho)^{0.5} \delta \cdot \rho_m \cdot g}. \quad (16)$$

(У процесі реалізації моделі встановлено, що швидкість мітки не залежатиме від  $r_0$ , проте  $\delta$  залежить від  $r_0$ ).

Для обчислень  $Q_{\min 2}$  потрібно знати коефіцієнт тертя кочення. Оскільки пінополістирол за тиску від 94 до 332 кПа деформується не більше ніж на 10%, то, враховуючи розмір сферичної мітки  $2\delta = 8 \cdot 10^{-4} \text{ м}$ , відношення  $\delta/R = \delta/r_0 = 0,1$ . Параметри для проведення розрахунків:  $\delta/r_0 = 0,1 \Rightarrow \delta = 0,000195 \text{ м}$ ,  $\rho_m = 15 \text{ кг/м}^3$ ,  $\rho = 1,29 \text{ кг/м}^3$ ,  $d_0 = 0,0039 \text{ м}$ ,  $r_0 = 0,00195 \text{ м}$ .

Отже, отримуємо:  $V_2 = 0,12475 \text{ м/с}$ ,  $Q_{\min 2} = 0,00536 \text{ м}^3/\text{год}$  — величини того ж порядку і добре збігаються з реальним значенням.

Окрім того, проведено додаткові дослідження залежності витрати від параметрів сферичної мітки.

1) Для вдосконалення моделі запропоновано виконати сферичну мітку пустотілою (рис. 8).

Маса такої мітки:

$$m = (4/3) \cdot \pi (r_0^3 - r^3) \rho_m, \quad (17)$$

де  $0 < r < 0,00195 \text{ м}$ . Досліджено залежність

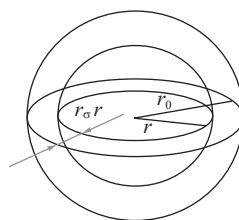


Рис. 8. Пустотіла сферична мітка

Fig. 8. Hollow spherical label

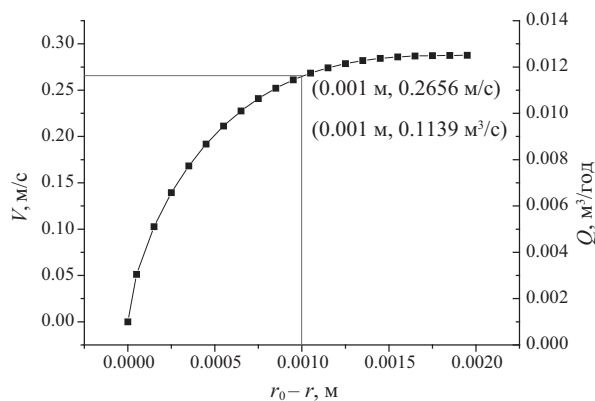


Рис. 9. Залежність мінімальної швидкості потоку повітря (ліва вертикальна вісь) та витрати (права вертикальна вісь) від товщини стінок пустотілої сферичної мітки

Fig. 9. Dependence minimum air velocity (left vertical axis) and expenses (right vertical axis) of thickness hollow spherical tags

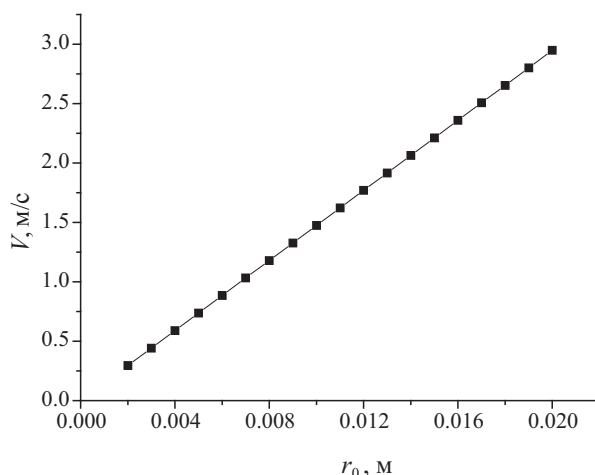


Рис. 10. Залежність мінімальної швидкості потоку від радіуса сферичної мітки

Fig. 10. The dependence of the minimum flow rate of the radius of the spherical tags

мінімальної швидкості від товщини стінок пустотілої сферичної мітки, якщо вважати, що  $r_0 - r$  — товщина стінки пустотілої сферичної мітки.

Тоді, підставивши (17) у (11), отримуємо:

$$Q_{\min 1} = \pi r_0^2 \cdot 1.5 \sqrt{(5/42) \cdot \frac{\mu_{\text{спокую}} \cdot (r_0^3 - r^3) \cdot \rho_M \cdot d^{0.5} \cdot g}{\mu^{0.5} \cdot \rho^{0.5} \cdot r_0^2}}. \quad (18)$$

Із рис. 9 видно, що, починаючи з товщини стінок 0,001 м і більше, величина швидкості (витрати) майже не змінюється, тому товщина стінок сферичної мітки, за заданого радіуса, має бути не більшою 1 мм.

Характери зміни швидкості і витрати є однако-вими, оскільки  $r_0 = \text{const}$ .

2) Також проведено дослідження зміни величини витрати та швидкості, за змінення радіуса сферичної мітки (збільшення його).  $2r_0 \approx d$ , то-

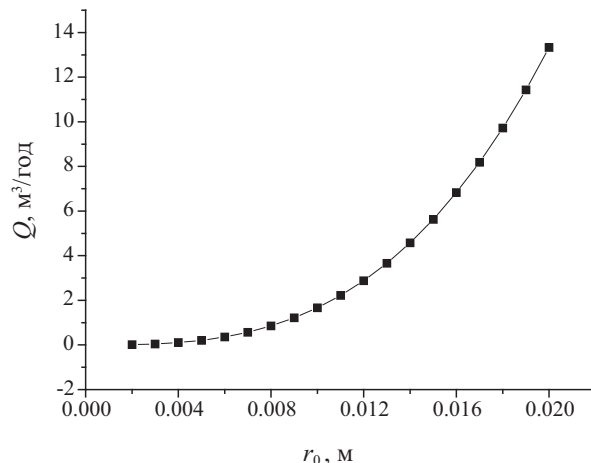


Рис. 11. Залежність мінімальної витрати від радіуса сферичної мітки

Fig. 11. Dependence minimal expenditure on the radius of the spherical tags

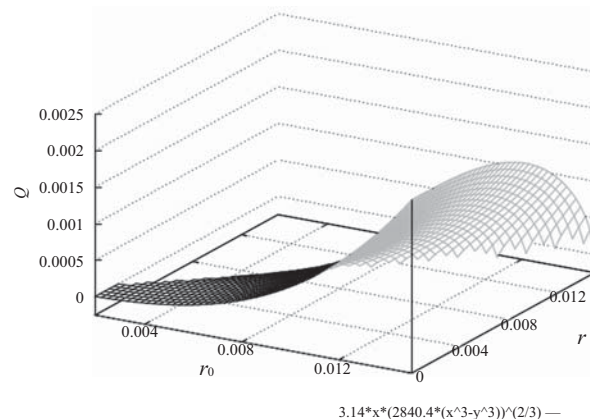


Рис. 12. Залежність мінімальної витрати від параметрів сферичної мітки

Fig. 12. Dependence minimal expenditure of parameters spherical tags

му за зміни  $r_0$  відповідно змінюватиметься і  $d$  — діаметр каналу, за яким рухається сферична мітка, а також змінюватиметься і радіус тора, всередині якого розміщено канал. Оскільки розрахована мінімальна швидкість напряму не залежить від радіуса тора, внаслідок того, що число Рейнольдса у явній формі залежить від діаметра каналу, а не від довжини кола тора, досліджено залежність швидкості (витрати) зі збільшенням радіуса сферичної мітки, не зважаючи на збільшення радіуса тора.

Підставивши у (11)  $2r_0 \approx d$ , отримуємо:

$$v_1 = r_0 \cdot 1.5 \sqrt{\frac{1}{6} \cdot \frac{\mu_{\text{спокую}} \cdot \rho_M \cdot g}{(\mu \cdot \rho)^{0.5}}}. \quad (19)$$

За (19), підставивши вже відомі числові значення, отримуємо лінійну залежність мінімальної швидкості від радіуса сферичної мітки (рис. 10).



Залежність мінімальної витрати від радіуса сферичної мітки описуватиметься виразом:

$$Q = \pi r_0^3 \cdot \sqrt[1.5]{\frac{1}{6} \cdot \frac{\mu_{\text{спокою}} \cdot \rho_m \cdot g}{(\mu \cdot \rho)^{0.5}}} \quad (20)$$

Отримана залежність є кубічною (рис. 11), тобто за збільшення радіуса сферичної мітки мінімальна витрата газу, потрібна для подолання сили тертя спокою, швидко зростатиме (пропорційно кубу радіуса сферичної мітки).

Оцінимо вплив змін двох параметрів: підставивши  $2r_0 \approx d$  у (18), отримуємо:

$$Q_{\min 1} = \pi r_0^3 \cdot \sqrt[1.5]{\frac{1}{6} \cdot \frac{\mu_{\text{спокою}} \cdot (r_0^3 - r^3) \cdot \rho_m \cdot g}{(\mu \cdot \rho)^{0.5}}} \quad (21)$$

За формулою (21) побудовано залежність (рис. 12), оскільки  $Q_{\min 1}$  залежить від двох параметрів:  $r_0$  — радіуса сферичної мітки та  $r$  — радіуса сфери, вирізаної всередині сферичної мітки. Чим більший  $r$ , тим тонші стінки пустотілої мітки —  $(r_0 - r)$ .

На рис. 12 зображено цю залежність, де радіус сферичної мітки міститься в межах:

$0,00195 \text{ м} < r_0 < 0,02 \text{ м}$  за віссю  $x$ ,  $0,0 \text{ м} < r < 0,02 \text{ м}$  за віссю  $y$ , а за віссю  $z$  — витрата.

## ВИСНОВКИ

У процесі проведення досліджень реалізовано таку модель, яка дозволяє описати залежність сили динамічного тиску від густини матеріалу сферичної мітки. Розроблену модель можна використати за проектування мірних елементів для запропонованого у [3] пристрою. Додаткові дослідження проведено для моделі №1. Вони дозволяють на якісному та кількісному рівні оцінити доцільність використання певних параметрів за виготовлення корпусу лічильника та сферичної мітки. Проводити такі дослідження для моделі №2 немає сенсу, оскільки вона не може існувати окремо від моделі №1. Отримані моделі дозволяють проводити моделювання для описаного у патенті [3] пристрою. Як наслідок можна оптимізувати розміри мірної камери та самого мірного елемента, що, у свою чергу, дозволить скоротити витрати на розроблення пристрою.

## СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ / REFERENCES

1. Кремлевский П.П. Расходомеры и счетчики количества веществ: Справочник: Кн. 2 / Под общ. ред. Е.А. Шорникова. — 5-е изд., перераб. и доп. — СПб.: Политехника (Kremlevskiy P.P. Rasxodomery i schetchiki kolichestva veshchestv: Spravochnik: Kn. 2 / Pod obshh. red. E. A. Shornikova. — 5-e izd., pererab. i dop. — Spb.: Politehnika), 2004. — 412 c/p.
2. Андрієшин М.П. Вимірювання витрати та кількості газу: Довідник. / М.П. Андрієшин, С.О. Канєвський, О.М. Капрпаш та ін. — Івано-Франківськ: ПП «Сімик» (Andriyishyn M. P. Vymiryuvannya vytraty ta kilykosti gazu: Dovidnyk. / M.P. Andriyishyn, S.O. Kanyevskiy, O.M. Kaprpush ta in. — Ivano-Frankivsk: PP «Simyk»). — 2004. — 160 c/p.
3. Патент на винахід №97780 «Спосіб вимірювання витрати за переміщенням сферичної мітки вимірюваним середовищем». Мельничук С.І., Мазурик І.З., Яковин С.В. (Patent na vynaxid №97780 «Sposib vymiryuvannya vytraty za peremishhennyam sferychnoyi mitky vymiryuvanyam seredovyshhem». Melnychuk S.I., Mazuryk I.Z., Yakovyn S.V.).
4. Мельничук С. І., Мануляк І.З. Вимірювання об'єму та об'ємної витрати за переміщенням сферичної мітки потоком газу. Український метрологічний журнал. — Харків (Melnychuk S. I., Manulyak I.Z. Vymiryuvannya ob'yemu ta obyemnoyi vytraty za peremishhennyam sferychnoyi mitky potokom gazu. Ukrayinskyj metrologichnyj zhurnal. — 2012. — №4. — С/Р. 42—45.
5. ДСТУ 2681-94. Метрологія. Терміни та визначення (DSTU 2681-94. Metrologiya. Terminy ta vyznachennya).
6. Сивухин Д.В. Общий курс физики. /Д.В. Сивухин,/ М.: Наука (Syvuxin D.V. Obshhij kurs fizyky. /D.V. Syvuxin,/ M.: Nauka). 1979.— 520 c/p.
7. Стрелков С.П. Механика. / С.П. Стрелков / М.: Наука (Strelkov S.P. Mexanika. / S.P. Strelkov / M.: Nauka). 1965. — 526 c/p.
8. Сергель О.С. Прикладная гидрогазодинамика. / О.С. Сергель / М.: «Машиностроение» (Sergel O.S. Prykladanya gydrogazodynamika. / O.S. Sergel / M.: «Mashynostroenye»), 1981. — 374 c/p.
9. Шлихтинг Г. Теория пограничного слоя. / Г. Шлихтинг / М.: Наука (Shlixting G. Teoriya pogranychno sloya. / G. Shlixting / M.: Nauka), 1974. — 711 c/p.
10. Иванов О.П. Аэродинамика и вентиляторы/ Иванов О.П., Мамченко В.О. / М.: Машиностроение (Ivanov O.P. Aerodynamika i ventilyatory/ Ivanov O.P., Mamchenko V.O. / M.: Mashynostroenie). — 1986. — 280 c/p. ■

Отримано / received: 30.06.2015.

Стаття рекомендована до публікації проф. Л.М. Заміховським (Україна).

Prof. L.M. Zamikhovskyy, Ukraine, recommended this article to be published.

УДК 389.62.1:165

# ЩОДО ОБҐРУНТУВАННЯ ТЕРМІНУ «НЕПЕВНІСТЬ» У ВИМІРЮВАННІ

**В. Чалий**, кандидат технічних наук, головний науковий співробітник,

Державне підприємство «Науково-дослідний інститут метрології вимірювальних і управляючих систем», м. Львів,

**О. Чала**, кандидат економічних наук, доцент,

Харківський національний університет радіоелектроніки, м. Харків

Проведено всебічний аналіз концептуальних (денотативних) і додаткових (конотативних) значень базових термінів: «похибка», «невизначеність», «непевність», зважаючи на специфічні особливості вимірювання відповідно до концепції GUM. Показано, що термін «похибка» втратив своє концептуальне та конотативне значення і не може вже повною мірою відображати суть нового поняття у новій парадигмі. Слово «невизначеність» не має значення «розсіювання» — денотативної невідповідності, а, окрім того, має і конотативну невідповідність. Пропонується в українській мові замість терміна «невизначеність» використовувати термін «непевність».

The aim of this study is a comprehensive analysis of conceptual (denotative) and additional (connotative) meaning of basic terms: «error», «uncertainty», «incertitude», with regard to the specific characteristics measurement according to a new paradigm of metrology — the concept of GUM. In the classical approach — the concept of «true value» a precision of measurement is characterized by error — by deviation of measurement from the true value. The new approach — the concept GUM introduced a new notion, which the one hand

characterizes dispersion of values for measured value, on the other — it can be interpreted as a quantitative estimate of doubt about the measurement result. In English it appears the term «uncertainty», which was translated into ukrainian by word «uncertainty». However, such term many consider unsuccessful because of the incomplete equivalence of terms. Some offer to leave the term «error», others — to replace by the term «incertitude». In the article shows that the term «error» as a deviation from the true value, has lost his conceptual (denotative) meaning. It has also lost a negative connotation and can not fully to reflect the essence of the new concept. The accuracy according information theory of the measurement characterized by residual entropy as a measure of uncertainty regarding the measured value after receiving the measurement result. But ukrainian word-term «uncertainty» has not the word «dispersion» in its range of synonyms. That is denotative mismatch — mismatch of the term and concept. Therefore, it is advisable to change the term «uncertainty» to another to avoid confusion. Conceptual meaning of «uncertainty» best meets the Ukrainian language the term «incertitude» from the viewpoint of confidence in the measurement result, given the importance of trust in the laboratory and at the international level.

**Ключові слова:** вимірювання, метрологія, істинне значення, концепція GUM, невизначеність, ентропія, гносеологія, поняття, термін, денотат.

**Keywords:** measurement, metrology, true value, concept GUM, uncertainty, entropy, epistemology, notion, term, denotatum.

**К**онцепція GUM [1, 2], або новий підхід до оцінювання і подання результату вимірювання, фактично є новою парадигмою метрології, яка ґрунтується на іншій, відмінній від класичного підходу (від концепції «істинного значення»), системі постулатів (аксіом), понять і відповідних їх термінів [3]. Сама концепція GUM, як і використовувані в ній терміни, до сьогодні сприймається неоднозначно. Особливо багато питань виникає щодо терміна «невизначеність», який є ключовим у новому підході. Одні автори [4] вважають цей термін шкідливим і пропонують вживати «добре відомий» термін «похибка». Інші [5], — навпаки, пропонують використовувати замість нього термін «непевність». У решті — решт така ситуація вкрай заплутує і так непросту понятійно — термінологічну систему нового підходу і дезорієнтує метрологів.



В. Чалий



О. Чала

© Чалий В., Чала О., 2015

Мета цього дослідження — всебічний аналіз концептуальних (денотативних) і додаткових (конотативних) значень базових термінів: «похибка», «невизначеність», «непевність», зважаючи на специфічні особливості вимірювання відповідно до концепції GUM як нової парадигми метрології.

### ВИМІРЮВАННЯ

Складність розуміння поняття «вимірювання» полягає у його уявній простоті. Насправді ж вимірювання — це складний, багатогранний і суперечливий процес. Його, очевидно, слід розглядати щонайменше в трьох аспектах:

- як один із основних емпіричних способів кількісного пізнання властивостей об'єктів навколишнього світу;
- як технічну процедуру отримання та подання вимірювальної інформації;
- як спосіб прагматичного оцінювання інформації стосовно властивостей процесів, об'єктів тощо з метою прийняття надійних рішень у практичній діяльності.

Метрологія як наука про вимірювання та їх використання займає особливе місце серед інших наук, обслуговує кожну з них і тісно переплітається з ними. Науково — технічний прогрес, ті чи інші зміни в цих науках призводять до відповідних змін у метрології — змін в аксіоматиці, еволюції базових та появи нових понять і термінів.

### ПОХИБКА

У різні історичні періоди наука про вимірювання розвивалася то як математична, то як фізична теорія. У перший період — в Стародавній Греції бере початок теоретичне вивчення процесу вимірювання, і тоді відбувається поділ вимірювання на прикладну (у виді набору правил) та фундаментальну теорію, яка стає в центрі уваги античної математики. Тобто наука про вимірювання розвивалася спочатку переважно як математична теорія.

Другий період (приблизно з кінця 18-го століття) — це початок розвитку промислового виробництва, міжнародної торгівлі, коли виникає гостра потреба встановлення однаковості мір для різних величин. Наприклад, у древньому Львові, який стояв на перехресті торгових шляхів, ще в середні віки однаковість мір ретельно дотримувалася. За це в мерії відповідала високооплачувана особа — кат. Відхилення від встановлених норм, зразків (навмисне чи випадкове) суворо каралося.

Другий період співпадає із зародженням точних наук, зі швидким розвитком фізики і техніки. Було

розроблено систему одиниць фізичних величин і перші еталони. Наука про вимірювання розвивається вже як прикладна фізична теорія. Утім, побутувало стійке уявлення (воно ґрунтувалося на висновках математичної теорії вимірювання) щодо існування істинного, абсолютно точного значення фізичної величини. Відхилення від нього — це помилка, що виникає через недосконалість методів, засобів вимірювання тощо.

Природно, що термін, яким користувалися для означення відхилення від істинного значення, мав негативний відтінок: погрішність (вина, провина, гріх — відхилення від встановленої норми), похибка (хиба, вада, необачність).

Тобто, термін «похибка» за своїм основним (денотативним) і додатковим (конотативним) значеннями повністю відповідав на той час концептуальній суті свого поняття та передавав відповідний (негативний) його експресивно — оцінний відтінок.

Але з часом, для підвищення точності, почали застосовувати досконаліші вимірювальні прилади, проводити багаторазові вимірювання. Та результати вимірювання (за достатньої роздільної здатності приладу) кожного разу відрізнялися між собою.

Постулат, що похибка за вимірювання фізичної величини неминуча, знайшов своє емпіричне підтвердження: у квантовій фізиці — принцип невизначеності Гейзенберга [6], у хвильовій механіці — співвідношення частотно-часової невизначеності Гейбора та негентропійного принципу інформації Брілюена [7], — що принципово обмежує точність, ставши видатними відкриттями у сфері вимірювання в сучасній фізиці.

У фізичній теорії вимірювання похибка вже не розглядалася, як раніше, величиною детермінованою, а випадковою, відповідно до нового теоретико — множинного принципу в науці. І як будь — яка випадкова величина характеризувалася розподілом густини ймовірності — точковими, параметричними чи інтервальними оцінками. Змінилося також ставлення до цього поняття — наявність похибки вже не вважалася результатом недбальства, а як закономірне явище, і не викликало негативних асоціацій. Тобто, відбулася підміна понять: змінилася суть і додатковий відтінок, а термін залишився старим.

Отже, термін «похибка» втратив як своє концептуальне — денотативне значення, так і додаткове — конотативне (негативне) значення і не міг уже повною мірою відображати суть нового поняття.

### НЕВИЗНАЧЕНІСТЬ

У концепції GUM отримали свою реалізацію основні ідеї інформаційної теорії вимірювання [8].

Вимірювання тут трактується як процес передавання інформації від об'єкта до суб'єкта. Засіб вимірювання — як канал передавання інформації, а характеристики неточності — як шум, завада. Само вимірювання розглядають як певну процедуру, за допомогою якої здійснюється звуження інтервалу невизначеності, тобто інтервалу незнання, відносно вимірюваної величини, і результатом якої є отримання вимірювальної інформації. Використання статистичної (у шенонівському сенсі) теорії інформації у вимірюванні ґрунтується на тому, що такий підхід до вимірювання подібний до процесу перетворення в інформацію ентропії як міри невизначеності випадкової ситуації. Це і стало підставою для застосування до вимірювання відомої формули К. — Е. Шенона:

$$H(X/X_n) = H(X) - Y, \quad (1)$$

де  $H(X/X_n)$  — залишкова (апостеріорна) ентропія, тобто невизначеність, яка лишається після отримання показання  $X_n$ ;  $H(X)$  — вхідна (априорна) ентропія, що характеризує невизначеність стосовно вимірюваної величини перед вимірюванням, а величина  $Y$  трактується як статистична кількість інформації, отриманої в результаті вимірювання.

Зважаючи на наведену вище формулу, можна бачити, що точність вимірювання характеризує апостеріорна ентропія, або залишкова невизначеність, яка дорівнює різниці априорної ентропії (вхідної невизначеності стосовно вимірюваної величини) та інформації, отриманої в результаті вимірювання. Тобто — це те, що лишилося невідомим, не повністю визначеним після виконання процедури вимірювання, — міра невизначеності знань відносно вимірюваної величини. На цій підставі для характеристики точності вимірювання уведено термін «невизначеність», який відображає денотат — концептуальне значення цього поняття.

Але в міжнародному словнику [2] невизначеність визначено як параметр, який характеризує розсіювання значень, що приписують вимірюваній величині на підставі використовуваної інформації. Утім, слово — термін «невизначеність» в українській мові не має значення «розсіювання». Тобто, наявна денотативна невідповідність терміна «невизначеність» і поняття, яке він має відображати.

Окрім того, слово невизначеність несе невідповідне конотативне (додаткове) значення: воно асоціюється зі стійко пов'язаним з основним значенням у свідомості носія мови додатковими значеннями і сприймається як щось не визначене, туманне, не пізнаване у принципі і вже, хоча б через це, не зрозуміле. Парадоксально звучить часто вживане словосполучення «визначити невизначеність», на-

гадуючи відомий афоризм — «объять необъятное». Отже, термін «невизначеність» має і конотативну невідповідність.

Пізніші дослідження [7], окрім того, засвідчили, що процес вимірювання відрізняється від процесу передавання інформації, насамперед, активністю приймача інформації, тоді як під час передавання інформації активним початком є передавач; пізнавальний процес передбачає не лише передавання інформації, а також її перетворення, перекодування з однієї, об'єктивної форми на іншу, суб'єктивну форму за збереження змісту. Отже, вимірювальна невизначеність (або ентропія — міра невизначеності знань відносно вимірюваної величини) не відповідає за своєю суттю ентропії Шенона: під одним і тим терміном ховаються різні поняття.

І з цієї точки зору термін «невизначеність» доречно було б замінити іншим терміном, щоб уникнути плутанини.

### НЕПЕВНІСТЬ

Відповідно до [1] невизначеність вимірювання можна подавати через упевненість. Така невизначеність відображатиме неповноту знань стосовно вимірюваної величини. Поняття «впевненість» дуже важливе, оскільки воно переміщує метрологію до сфери, де результат вимірювання має розглядатися і чисельно визначатися у термінах ймовірності, які визначають ступінь довіри.

На сьогодні у практичній метрології на передній план, поряд з підвищенням точності вимірювання, виступає довіра до результату вимірювання. З метою забезпечення взаємної довіри до національних еталонів, сертифікатів калібрування та результатів вимірювання національних метрологічних інститутів (НМІ) більшості розвинених країн (у тому числі НМІ України) підписано міжнародну Угоду CIPM MRA [9], яку за своїм значенням іноді прирівнюють до Метричної Конвенції 1875-го року.

Дослідження процесу вимірювання з позиції теорії пізнання на тлі об'єктно-суб'єктного поділу реальності [10 — 12] дало можливість розкрити його «внутрішній» механізм і показати, що людина (суб'єкт) відіграє у вимірюванні вирішальну роль: вона виступає щонайменше у двох іпостасях — як «компонент» вимірюваної системи і як «споживач» результату вимірювання (це може поєднуватися в одній особі). Вимірювання без присутності людини втрачає свій сенс. Тобто вимірювання — процес антропоморфний. Тому з гносеологічної точки зору важливим моментом є відношення суб'єкта до отриманого результату вимірювання, яке відображається таким філософським поняттям



як «упевненість» (віра). Очевидно саме тому в термінах, пов'язаних з вимірюваннями, часто використовують слова з коренем «вір»: перевірка, довірчий (інтервал, границі, похибка, ймовірність), повірка, верифікація тощо. Суб'єкт (експериментатор, «споживач» результату вимірювання) повинен оцінити ризики, які можуть виникнути, приймаючи те чи інше рішення на основі результатів вимірювання. Він має впевнитися (повірити, переконатися) у якості результату вимірювання, оцінивши кількісно ступінь непевності. Тому невизначеність тлумачать також як кількісну міру сумніву експериментатора в отриманому результаті вимірювання.

Отже, з точки зору забезпечення довіри, впевненості у результаті вимірювання термін «непевність» якнайкраще відповідає денотату — концептуальному значенню поняття. Конотат терміна «непевність» також не викликає невідповідних емоцій чи невідповідних експресивно — оціночних відтінків. Тому пропонується замість терміна «невизначеність» вживати термін «непевність».

## ВИСНОВКИ

У зв'язку зі зміною парадигми метрології зазнали змін аксіоматика, основні поняття сучасної теорії вимірювання та відповідні їм терміни.

Термін «похибка», який за концепції «істинного значення» відповідав своїм концептуальному і конотативному значенням, втратив їх у концепції GUM.

Термін «невизначеність» вимірювання можна розглядати у трьох аспектах:

\* з точки зору кількісного пізнання об'єктів реального світу — це апостеріорна ентропія або залишкова невизначеність знань стосовно вимірюваної величини. Тут термін «невизначеність» відповідає своєму концептуальному значенню, але викликає невідповідні асоціації та є причиною непорозуміння і плутанини;

\* з точки зору технічної процедури отримання прагматичної вимірювальної інформації — це параметр, який характеризує розсіювання значень, що приписують вимірюваній величині. Але слово «невизначеність» в українській мові не має значення «розсіювання»;

\* з точки зору оцінювання отриманої вимірюваної інформації для прийняття обґрунтованих рішень і управління ризиками, що виникають у практичній діяльності, — це кількісна міра сумніву в отриманих результатах вимірювання; у цьому аспекті термін «непевність» якнайкраще відповідає денотату — концептуальному значенню поняття. Конотат терміна «непевність» також не викликає невідповідних асоціацій чи експресивно — оціночних відтінків.

Ураховуючи важливість на сьогодні довіри до результатів вимірювання як на рівні лабораторій, так і на національному та міжнародному рівнях, і те, що термін «непевність» якнайкраще відповідає як денотативному, так і конотативному значенням поняття, пропонуємо замість терміна «невизначеність» використовувати термін «непевність».

## СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ / REFERENCES

1. ISO/IEC Guide 98. Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995) (Частина 3: Настанови з подання непевності у вимірюванні).
2. International vocabulary of basic and general terms in metrology (VIM). (Міжнародний словник основних і загальних термінів у метрології). ISO, 1993.
3. Теоретические основы информационно — измерительных систем: Учебник / В.П. Бабак, С.В. Бабак, В.С.Еременко и др.; под ред. чл.-кор. НАН Украины В.П.Бабак (Theoretical foundations of information — measuring systems: Textbook / V.P. Babak, S.V. Babak, B.S. Eremenko and etc. — ed. corr. NAS V.P.Babak) K., 2014. — 832 с/р.
4. Тищенко В.А., Токатлы В.И., Лукьянов В.И. О переводе и заимствовании терминологии из международных метрологических документов // ИТ. (Tishchenko V.A., Tokatly V.I., Lukyanov V.I. About translation and borrowing the terminology from the international metrology documents) 2003. — №10 — С/Р. 12—16.
5. Чалий В., Мізюк Г., Чобітко О. Мовні проблеми гармонізації вітчизняних метрологічних стандартів з міжнародними // Метрологія та прилади (Chalyu V., Mizyuk G., Chobitko O. Language problems of harmonization of national standards with international ones // Metrology and devices) 2008. — №2 — С/Р. 3—9.
6. Білий М.У., Охріменко Б.А. Атомна фізика. — Знання (Bilyu M.U., Okhrimenko B.A. Nuclear Physics. — Knowledge) 2008. — 559 с/р.
7. Стахов А.П. Введение в алгоритмическую теорию измерения. М., «Сов. Радио» (Stakhov AP Introduction to algorithmic measurement theory. M., «Sov. Radio»), 1977, 288 с/р.
8. Новицкий П.В. Основы информационной теории измерительных устройств. Л., «Энергия» (P.V. Novitsky Basics of information theory of devices measuring. L.: «Energy»), 1968.
9. Mutual recognition of national measurement standards and of calibration and measurement certificates issued by national metrology institutes. — Paris, 14 October 1999 (Угода про Взаємне Визнання національних еталонів і сертифікатів калібрування та вимірювань, що видаються національними метрологічними інститутами).
10. Чалий В. Деякі філософсько-інтерпретаційні та прикладні аспекти концепції непевності у вимірюванні / В.Чалий // Метрологія та прилади (Chalyu V. Some philosophical interpretation and practical aspects of the concept of uncertainty in measurement / V. Chalyu // Metrology and devices). — 2011. — №4. — С/Р. 3—10.
11. Чалий В., Ільницька Т., Кізілівський І. Єдність і метрологічна простежуваність результатів вимірювань потужності ультразвуку. // Метрологія та прилади (Chalyu V., Ilnitska T., Kizlivskyi I. Unity and metrological traceability of measurement results of ultrasound power. // Metrology and devices). — 2014. — №5, С/Р. 5—10.
12. Чалий В.П. Гносеологічні корені «кризи» в сучасній метрології на пострадянському просторі / В.П. Чалий, С.Ф. Чалий // Системи обробки інформації. — Х.: ХУПС. (Chalyu V.P. Epistemological roots of «Crisis» in modern metrology in the former soviet union / V.P. Chalyu, S.F. Chaliy // Systems of information processing. — Kharkiv: KhUAF) 2015. — №2 (127). — С/Р. 13—16. ■

Отримано / received: 10.06.2015.

Стаття рекомендована до публікації д.т.н., проф. В.А. Філатов (Україна).

Prof. V.A. Filatov, D. Sc. (Techn.), Ukraine, recommended this article to be published.

528.3: (528.375+528.242)

# DETERMINATION OF NORMAL HEIGHT POINTS OF THE STANDARD OF GEODETIC TEST FIELD BY GNSS TECHNOLOGY

## ВИЗНАЧЕННЯ НОРМАЛЬНИХ ВИСОТ ПУНКТІВ ЕТАЛОННОГО ГЕОДЕЗИЧНОГО ПОЛІГОНУ ТЕХНОЛОГІЄЮ GNSS

**I. Trevoho**, Professor, Dr. habil., Dean of the Full Higher Education of the Geodesy Institute,

**I. Tsyupak**, Ph.D., a doctoral student of the Geodesy Institute, Lviv Polytechnic National University

**І. Тревого**, доктор технічних наук, професор, декан вищої повної освіти Інституту геодезії,

**І. Цюпак**, кандидат технічних наук, доцент, докторант, Національний університет «Львівська політехніка»

*Height difference of points and their normal heights were determined using GNSS observations. Determinations were made for the points of the standard linear basis. Maximum distance between points is 2.3 km. The duration of the GNSS-observation sessions from 1 to 24 hours. The determination of errors of the heights difference of points and errors their geodetic height is 5 mm. The results of the research of accuracy of GNSS-leveling are analysed using gravity models GM2008 and EGM96 for modeling of the geoid surface.*

*Визначені перевищення між пунктами й їх нормальні висоти за спостереженнями GNSS. Визначення виконані на пунктах еталонного лінійного базису. Максимальна відстань між пунктами 2.3 км. Тривалість сесій GNSS-спостережень від 1 до 24 год. Похибка визначення перевищень між пунктами та їх висот становить близько 5 мм. Аналізуються результати дослідження точності GNSS-нівелювання із застосуванням гравітаційних моделей EGM2008 і EGM96 для моделювання поверхні геоїда.*

**Keywords:** metrological certification; standard linear basis; GNSS-leveling; geometric spirit leveling; quasi-geoid; normal heights; orthometric heights.  
**Ключові слова:** метрологічна атестація; еталонний лінійний базис; GNSS-нівелювання; геометричне нівелювання; квазігеоїд; нормальні висоти; ортометричні висоти.

### INTRODUCTION

Spatial location of points is defined using the GNSS technology with a high accuracy (2-3 mm). For many applications, spatial coordinates ( $X, Y, Z$ ) have to be transformed into a coordinate system connected with the body of the Earth. If the coordinates (geodetic latitude  $B$  and geodetic longitude  $L$ ) of the point in relation to a mathematical model of the Earth can be calculated with the same accuracy as the space coordinates ( $X, Y, Z$ ), then the third component — the geodetic height  $h$  — is determined with a somewhat larger (1-3 mm) error. But the problem arises if it is necessary to define the height in relation to the physical body of the Earth, that is, in relation to a certain reference level surface along the power line of the Earth's gravitational field — orthometric height  $H$ . The difference between the normal height  $H^N$  and the orthometric height  $H$ , at their values of about 300 m, is less than 0.1 mm [1]. To calculate the orthometric height  $H$  or the normal one  $H^N$ , it is necessary to know the height of the geoid or the quasigeoid  $\zeta$  that is  $H^N = h - \zeta$ .

There are two basic approaches for the geoid's heights definition, namely: 1) use of the network of accurate geometric spirit leveling (I and II level), simultaneously with measurements of the gravity with a high enough resolution in a particular area [2]; 2) application of models of Earth's gravitational field, represented by the expansion coefficients in a row of spherical functions of high degrees and order [3], what also corresponds to a high resolution. It has to be noted, that the first method can provide a higher accuracy of GPS/GNSS-leveling, but is considerably labor-intensive and time-consuming.

At the same time, from the geodetic metrology's point of view, it is important to provide unity of standard units of measurements in height difference of points,



I. Trevoho



I. Tsyupak

© Тревого І., Цюпак І., 2015

defined by geometric spirit leveling and GPS/GNSS technology. For this, we take the heights of the points of the standard linear basis, that are defined with leveling of II class, as standard.

During 14 years the employees of the Institute of Geodesy of the Lviv Polytechnic National University have been using the GNSS technology for metrological certification of fundamental geodetic network and the standard linear basis [4, 5]. These metrological objects must be used not only for testing of geodetic instruments (rangefinders, total stations and GNSS-receivers), but also to develop methods and research the accuracy of GNSS-leveling. Annually on Javoriv's scientific geodesic test field, campaigns of GNSS observations are held for metrological certification of the working standards and for research of methods of metrological certification by means of the GNSS technology.

The purpose of this article is to create a geodetic base for metrological studies of the value of difference errors between the points' heights, received from GNSS observations and to evaluate the error of determination of normal (orthometric) points' heights of the standard geodetic basis, that are received from GNSS-leveling, using global gravity models EGM2008 and EGM96 as geoid surface.

#### DETERMINATION OF POINTS COORDINATES BY THE OBSERVATIONS OF GPS/GNSS

In August 2014, the diurnal session GNSS observations were performed simultaneously at ten points of the standard line basis. The points are virtually located in an alignment. The length of the basis is 2260 m. For the observations, dual-frequency GPS/GNSS receivers of Leica, Trimble and South firms were used.

Processing of the observations were made by Leica Geo Office software. permanent Herewith, the

station SULP was included in the geodetic network as a reference point. On the first stage the coordinates of three points of the standard linear basis T14, T20 and T17 were defined from adjustment (Fig. 1).

The determination of the coordinates from the permanent station SULP to the points of a standard linear basis in three directions provides control of the determination of coordinates of sites and their improvement through adjustment by means of the least squares method. On the second stage, point T20 was selected as a reference one and the coordinates of all ten points were determined by processing the observations of GNSS-vectors. The received coordinates of points were used to study the accuracy of the calculation of differences of points' marks, and also for GNSS-leveling.

#### GEOMETRIC SPIRIT LEVELING OF 2 CLASS

In August 2014, was also made determining the height of 19 points of the standard linear basis by geometric spirit leveling of the second class [6] using digital device for leveling Leica DNA03. The determinations were performed between two reference

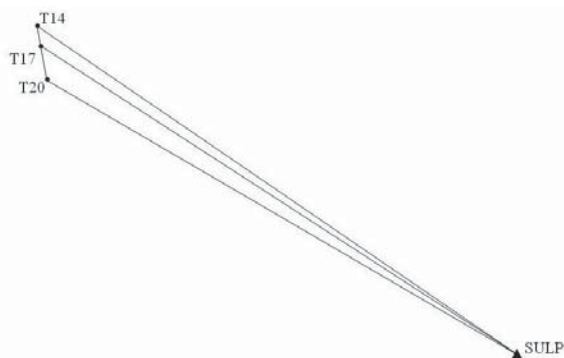


Fig. 1. Scheme of the geodetic network for determination of coordinates

from permanent station SULP

Рис. 1. Схема прив'язки геодезичної мережі до постійної станції SULP



Fig. 2. Scheme of geometric spirit leveling of 2 class

Рис. 2. Схема ліній геометричного нівелювання за програмою 2 класу



bench marks through the points of the standard linear basis (Fig. 2). For internal control the geometric spirit leveling was made leveling between the heights reference bench marks, that is, created a closed line. The total length of traverses of double leveling is 9.6 km. The error of closure traverse leveling is 1.35 mm.

#### DETERMINATION OF NORMAL HEIGHTS POINTS

In order to study the influence of the duration of the session of GPS/GNSS observations on the determination error of point's height difference, observation sessions lasting 1, 3, 6, 12 and 24 hours for all ten points were processed. The height differences between points were calculated relatively to the starting point, which was selected as T20. The same high differences were calculated between the points' marks, which were determined from the geometric leveling. The differences between these height differences (Table. 1) characterize the error of their calculation, primarily by the GNSS technology, and also the error caused by nonparallel of the sheer lines, which arises while the geometric spirit leveling and is less by 1-2 orders of magnitude.

In table 1, standard deviations  $\sigma_p$  of height difference of every single point, which is determined with sessions of different lengths, are smaller in size than the standard deviation  $\sigma_s$  of the height differences of all points, that were determined with observing sessions of equal length. This indicates higher deviations of accuracy of different points' height differences from observation sessions. Herewith, the error does not depend from the distance from the reference point. In addition, the standard deviations  $\sigma$  of height differences for each site from the sessions of different lengths are quite stable, which indicates good accuracy of height differences determination even for sessions of short duration (maximum distance between points ~2.3 km). Thus, larger errors of height difference definition can be caused by greater errors of antenna's height measurement. The vast majority of errors of height differences are negative, indicating a systematic error that is may be caused by an error of determination of reference point error. This can characterize the average error value for height differences of different points. For example, on a 24-hour session average is -2.7 mm (~3 mm). If we subtract this average, we should get errors of determination of quasigeoid heights at each point, that is, this deviation  $v_i$  from the average value of quasigeoid's height  $\bar{\zeta}$ .

Using the points' marks, which were determined from GNSS-measurements of points (geodetic heights  $h$ ) and their values, determined from geometric spirit leveling,

Table 1. Differences between the height differences in millimeters, recieved from GPS-observations and leveling of second class

Таблиця 1. Різниці між перевищеннями у міліметрах, отриманими з GNSS-спостережень і нівелювання II-го класу

Різниця між перевищеннями GNSS і нівелювання	Тривалість сесії GNSS спостережень в год.					Mean	$\sigma_p$
	1	3	6	12	24		
$\delta\Delta h_{T1-T20}$	-3	-4	-5	-5	-3	-4,1	1,1
$\delta\Delta h_{T2-T20}$	-6	-8	-5	-5	-5	-5,7	1,1
$\delta\Delta h_{T3-T20}$	11	7	8	8	8	8,4	1,5
$\delta\Delta h_{T9-T20}$	-7	-8	-5	-6	-6	-6,5	0,9
$\delta\Delta h_{T14-T20}$	-7	-8	-5	-3	-3	-5,3	2,2
$\delta\Delta h_{T15-T20}$	-6	-9	-6	-6	-6	-6,5	1,0
$\delta\Delta h_{T16-T20}$	-7	-9	-7	-6	-6	-6,9	1,3
$\delta\Delta h_{T17-T20}$	1	0	1	3	3	1,7	1,0
$\delta\Delta h_{T21-T20}$	-12	-5	-10	-6	-7	-7,9	2,8
Mean	-4,0	-4,9	-3,6	-2,9	-2,7		
$\sigma_s$	6,4	5,0	5,0	4,7	4,7		

quasigeoid heights  $\zeta$  were calculated relatively to the WGS-84 ellipsoid. These heights  $\zeta$  were approximated with two functions of second degree [7]:

1) a quadratic polynomial as a function ( $\zeta = f(s) = a_0 + a_1s + a_2s^2$ ) of one variable — distance  $s$  from the reference point, relatively to which the coordinates of points were determined from GPS/GNSS observations (linear basis points, located in an alignment);

2) second degree polynomial as a function ( $\zeta = f(B, L) = b_0 + b_1B + b_2L + b_3BL$ ) of two variables - the geodetic latitude  $B$  and geodetic longitude  $L$ .

The residual deviations  $v_i(s)$  and  $v_i(B, L)$  of approximation results together with the deviations from the average of quasigeoid's heights  $v_i$  of each point are given in Table 2.

The approximation was performed also at the minimum number of reference points to check errors of restoration of quasigeoid's heights. In this case, it is accepted that the heights are known from geometric spirit leveling of hindmost points' heights of basis and 2-3 more points. The maximum difference between the residual deviations obtained after approximation of quasigeoid's heights for all points and for minimum needed number of points is 1...2 mm. Hence, if we have heights of several points that are determined from geometric leveling and others only from processing GNSS-measurements,



Table 2. Residual deviations after approximation of quasigeoid's heights and the deviation of quasigeoid's heights from their average in millimeters

Таблиця 2. Залишкові відхилення після апроксимації висот квазігеоїда і відхилення висот квазігеоїда від їх середнього значення у міліметрах

Points	$v_i(s)$	$v_i(B,L)$	$v_i$
T1	0	0	0
T2	-3	-2	-3
T3	10	11	10
T9	-4	-3	-4
T14	-1	0	-1
T15	-3	-3	-4
T16	-3	-3	-3
T17	6	4	5
T21	-3	-5	-4
T20	0	2	2
$s$	5.3	5.7	4.8

normal or orthometric heights can be calculated with errors about 5...6 mm.

It is known [8] that the surface of the geoid can be determined using the model of the global gravitational field of the Earth. Currently the best gravity models are EGM96 and EGM2008. The mentioned models are often used to calculate heights of geoid/quasigeoid  $\zeta$  and to get normal  $H^i$  or orthometric  $H$  heights, what is described in the works of many authors [9, 10, 11].

In our studies, using gravity models EGM2008 and EGM96, orthometric  $H_{EGM08}$  and  $H_{EGM96}$  (or normal  $H^i$ ) heights of points were calculated from GNSS-leveling and they were compared with heights obtained from geometric spirit leveling  $H_L$ . The difference between these heights of points gives a error of GNSS-leveling or an error of quasigeoid's surface representation by a respective gravity model in the given region. With the purpose of metrological studies, it is important to evaluate the errors of calculation of height differences by geodetic heights of points  $dh_i = h_i - h_0$  obtained from processing GNSS-measurements and orthometric heights  $dH_i = H_i - H_0$ . The errors will be calculated relatively the height differences, determined with geometric spirit leveling  $dh_i^L$ . The research results of accuracy of GNSS-leveling are given in the table 3 (quasigeoid surface is represented by gravity models EGM2008 and EGM96).

According to the results in table 3, we note that the error of GNSS-leveling using the model EGM2008

Table 3. Errors of GNSS-leveling in meters (Krasovskiy's ellipsoid)

Таблиця 3. Похибки GNSS-нівелювання в метрах (еліпсоїд Красовського)

Points	$H_{EGM08} - H_i^L$	$H_{EGM96} - H_i^L$	$D$	$\Delta H_i - \overline{\Delta H}$
T1	-0.130	-0.512	-0.382	-0.0046
T2	-0.131	-0.513	-0.382	-0.0056
T3	-0.118	-0.501	-0.383	0.0074
T9	-0.132	-0.514	-0.382	-0.0066
T14	-0.128	-0.511	-0.383	-0.0026
T15	-0.131	-0.514	-0.383	-0.0056
T16	-0.130	-0.512	-0.382	-0.0046
T17	-0.118	-0.501	-0.383	0.0074
T21	-0.126	-0.509	-0.383	-0.0006
T20	-0.110	-0.494	-0.384	0.0154
average	-0.1254			0.0000

as quasigeoid's surface is 11...13 cm, and using the model EGM96 is 49...51 cm. Thus, the model EGM2008 recreates quasigeoid surface about 4 times, or 38 cm, more accurately than the model EGM96 in the area of Javoriv's scientific geodetic test field.

Errors of determination of differences of points' orthometric (normal) heights (Table 4) are the same for both models and have a maximum error of 21 mm, and the error of determination of height differences received from processing GNSS-measurements does not exceed 12 mm.

If the height of reference points is known from geometric spirit leveling, then, determining the height

Table 4. Errors of determining the relative heights of points by GNSS-leveling

Таблиця 4. Похибки визначення відносних висот пунктів методом GNSS-нівелювання

Points' height differences	$dh_i - dh_i^L$ , mm	$dH_i - dH_i^L$ , mm
$\Delta h_{T1-T20}$	12	-19
$\Delta h_{T2-T20}$	12	-20
$\Delta h_{T3-T20}$	12	-7
$\Delta h_{T9-T20}$	12	-21
$\Delta h_{T14-T20}$	12	-18
$\Delta h_{T15-T20}$	11	-20
$\Delta h_{T16-T20}$	11	-19
$\Delta h_{T17-T20}$	9	-8
$\Delta h_{T21-T20}$	7	-15

differences by processing GNSS-observations, points' heights can be determined with errors less 1 cm.

### CONCLUSIONS

1. Model EGM2008 represents the geoid on the territory of Yavoriv test field with 11...13 cm errors.

2. EGM2008 model is 4 times more accurate than the model EGM96.

3. The height differences between the points of standard linear basis were determined by the GNSS method with an RMS of 5 mm.

### References

1. Pellinen L.P. (1978). Higher geodesy (Theoretical geodesy) [Text] (Vysshaja geodezija (Teoreticheskaja geodezija) [Tekst]). Moscow: Nedra. (in Russian).
2. Nahavandchi H. & Soltanpour A. (2006). Improved determination of heights using a conversion surface by combining gravimetric quasi-geoid/geoid and gps-leveling height differences. *Stud. Geophys. Geod.*, 50, 165—180. Prague. Retrieved from [http://folk.ntnu.no/nahavand/Nahavandchi/Published\\_Studia\\_Nahavandchi\\_Soltanpour\\_fulltext.pdf](http://folk.ntnu.no/nahavand/Nahavandchi/Published_Studia_Nahavandchi_Soltanpour_fulltext.pdf).
3. Kucher O.V., Marchenko O.M., Marchenko D.O. & Zaiets I.M. (2012). On the use of global models EGM08 and EGG08 to determine quasigeoid to Ukraine [Text] (Pro vykorystannya hlobal'nykh modeley EGM08 ta EGG08 dlya vyznachennya kvaziheoyida na terytoriyu Ukrayiny [Tekst]). *Bulletin of Surveying and Mapping (Visnyk heodeziyi ta kartohrafiyi)*, 4, 13-17. Kyiv: State Enterprise «Research Institute of Geodesy and Cartography» (Kyiv: DP «Naukovo-doslidnyy instytut heodeziyi i kartohrafiyi») (in Ukraine).
4. Trevoho I.S. & Tsyupak I.M. (2013). Prospects of metrological provision linear geodetic of measurements on the geodetic test field. *Reports on Geodesy*, 94, 1, 56-63. Warsaw: University of Technology. DOI: 10.2478/rgg-2013-0007.
5. Trevoho I.S. & Tsyupak I.M. (2014). Metrological certification of standard of the linear basis by GNSS technology [Text] (Metrolohichna atestatsiya etalonnogo bazysu tekhnolohiyeyu GNSS [Tekst]). *Metrology and instruments (Metrolohiya ta prylady)*, 6, 52-55. Kharkiv. (in Ukraine).
6. Manual leveling I, II, III and IV classes [Text] (Instruktsiya po nivelirovaniyu I, II, III i IV klassov [Tekst]). Moscow: Nedra, 1990. (in Russian).
7. Korn G.A. & Korn T.M. (1984). Mathematical handbook for scientists and engineers [Text] (Spravochnik po matematike dlya nauchnykh rabotnikov i injenerov [Tekst]). Moscow: Science. (in Russian).
8. Marchenko O.M., Tretyak K.R. & Yarema N.P. (2013). Reference systems coordinate in geodesy: teach. manual [Text] (Referentsni systemy v heodeziyi: navch. Posibnyk [Tekst]). Lviv: Lviv Polytechnick (in Ukraine). ISBN 978-617-607-476-0.
9. Ali, S.H. & Al-Omary N.K. (2008). Using of GPS and Leveling Techniques for Determining the Orthometric Heights inside Mosul University. *Al-Rafidain Engineering Journal*, 2008, 16, 3, 132-142. Retrieved from <http://www.iasj.net/iasj?func=fulltext&aId=44669>.
10. Chen Y.Q., Luo Z. & Kwok S. (2003). Precise Hong Kong Geoid HKGE0ID-2000. *Journal of Geospatial Engineering*, 5, 2, 35-41. Retrieved from [http://www.lsgu.polyu.edu.hk/staff/ZL.Li/Vol\\_5\\_2/05-hkgeoid-2.pdf](http://www.lsgu.polyu.edu.hk/staff/ZL.Li/Vol_5_2/05-hkgeoid-2.pdf).
11. Novak P., Klokocnik J., Kostecky J. & Zeman A. (2009). Testing EGM08 using Czech GPS/leveling data. *Newton's Bulletin*, 4, 126-132. ISSN 1810-8555. Retrieved from [http://www.isgeoid.polimi.it/Newton/Newton\\_4/Report\\_EA4\\_Czech.pdf](http://www.isgeoid.polimi.it/Newton/Newton_4/Report_EA4_Czech.pdf). 

УДК 681.586.74:53.082.8

# ІОН-СЕЛЕКТИВНІ ДАТЧИКИ РІДКИХ СЕРЕДОВИЩ

**В. Козубовський**, доктор технічних наук, професор кафедри технології машинобудування,  
Ужгородський національний університет

Розглянуто переваги і недоліки використання іон-селективних електродів (ІСЕ) для аналізування якості води і рідких середовищ. Проблеми з якістю води в Україні достатньо великі, й ІСЕ є найбільш масовими приладами для аналізування цих рідких середовищ. Вони відносно недорогі й дозволяють проводити експрес-аналізи. Обговорено теоретичні та практичні аспекти роботи ІСЕ. Подано хронологію розвитку цього наукового напрямку. Описано конструкцію і класифікацію ІСЕ, теоретичні засади функціонування приладів, методи підвищення їх селективності. Представлено методи калібрування приладів, надано практичні поради щодо підвищення надійності вимірювань, їх достовірності. Наведено посилання на найбільш відомі монографії за цією проблемою. Оглядова стаття корисна практикам, викладачам, які працюють у цій галузі.

The advantages and disadvantages of using ion-selective electrodes for the analysis of water quality and liquid media are discussed in this work. A problem of water quality in Ukraine is quite essential and ion-selective electrodes are the most widespread devices for analysis of liquid environments. They are not very expensive and do allow rapid analysis. The theoretical and practical aspects of ion-selective electrodes are considered in the article. The chronology of the development of this scientific field is given. The design and classification of ion-selective electrodes, theoretical principles of operation of instruments, techniques of their selectivity improvement are described. The methods of calibration of devices are described and practical advices to improve the reliability of their measurements and reliability are proposed. The most well-known scientific works on this subject are given. Review article will be useful for practitioners, teachers working work in this field.

**Ключові слова:** іон-селективний електрод, іони металів, мембрана, іонофори, електроліт, рівняння Нернста, рідкі середовища, електрод, потенціал.

**Keywords:** ion-selective electrode, ions of metal, membrane, ionophores, electrolyte, Nernst equation, liquid medium, electrode, potential.

## 1. ВСТУП

**К**оли ми приходимо до крана і заповнюємо келих водою, купаємося в океані або смажимо свіжо спійману рибу з місцевого озера, більшість із нас вважає само собою зрозумілим, що всі ці дії безпечні. Реальність нині така, що вчені працюють, не покладаючи рук, для того, аби якість найціннішого світового ресурсу була якомога більш високою. В озерах і струмках, у прибережних водах і гирлах річок моніторинг якості води є критичним, і ця практика існує в країнах у всьому світі.

Так чому ж контроль якості води такий важливий? Відповідно до Програми світової оцінки водних ресурсів кожного дня два мільйони тонн відходів життєдіяльності людини викидають у водойми. Тому стеження за якістю води і є критичним!

Дані моніторингу якості води є надзвичайно корисними, проте їх не завжди легко зібрати. Фахівці використовують цілий ряд різних методів, аби зібрати результати, у тому числі взяття для аналізу хімічних проб опадів, екстрактів тканини риб, щоби знайти сліди металів, масел, пестицидів, розчиненого кисню і поживних речовин. Фізичні умови, такі як температура, ерозія і водяні потоки, дають цінну інформацію, а біологічні вимірювання, що стосуються життя рослин і тварин, вказують на здоров'я водних екосистем.

Зрештою, моніторинг якості води є невід'ємною частиною збереження планети здоровою і стійкою. Оскільки ми продовжуємо будувати міста, звільняємо землі



для сільського господарства, здійснюємо інші технологічні зміни навколишнього природного середовища, моніторинг якості води стає все більш важливим.

Найбільш поширені методи аналізу хімічних інгредієнтів води — методи лабораторного типу. Такі методи забезпечують чутливі й відтворювані результати, але потреба в хімічному підготуванні зразків і висока ціна обладнання роблять ці методи непридатними для повсякденного і «он-лайн» аналізу. Концентрація іонів металів, що підлягають моніторингу у воді, може впливати на смак і якість води. Іони деяких металів необхідні для життєвих процесів внаслідок їхньої взаємодії з металоферментами, що є ключем до біохімічного метаболізму. Проте, численні токсикологічні дослідження засвідчили, що навіть життєво необхідні метали можуть виявляти токсичні властивості за підвищених рівнів. Метали можна відрізнити від інших токсичних речовин, оскільки вони не розкладаються біологічно, можуть зазнавати перетворень і мати великий вплив на навколишнє середовище. Технічний прогрес призвів до прискореного зростання викидів антропогенних забруднювачів. Швидка індустріалізація відкрила ящик Пандори, поширюючи токсичні метали усюди за нашим середовищем внаслідок споживання викопного палива, видобутку важких металів, плавлення, внесення добрив, спалювання побутових відходів, вилуговування токсичних металів з вугільної золи тощо. Коли концентрація важких металів збільшується, вона також збільшується і в наших тілах, сприяючи хронічним захворюванням, проблемам у навчанні, раку, слабоумству, передчасному старінню. У результаті цього контроль складу води зумовлює підвищений інтерес учених і громадськості. Це призвело до розроблення багатьох важливих аналітичних підходів і методів, реалізація яких у сучасному житті спричинила розвиток нових інструментів, методів і процедур для того, щоби зробити аналіз зручним, швидким, надійним і селективним.

Останнім часом аналітична хімія тісно пов'язана з конструюванням хімічних сенсорів різних типів, і ця сфера інтенсивно розвивається, оскільки хімічні методи мають ряд переваг перед іншими методами аналізу. Визначне місце належить дослідженням, що вивчають такі датчики, як датчики з ІСЕ або потенціометричні датчики. ІСЕ в хімічних сенсорах використовують уже давно і, можливо, найбільш широко застосовують у промисловості. Найбільш привабливими рисами цього методу є швидкість, з якою відібрані зразки можна проаналізувати, портативність пристрою, неруйнівний контроль, економіч-

на ефективність, а також великий діапазон вимірювань. Більше того, їх достатньо легко виготовити за лабораторних умов, і вони можуть стати комерційно привабливими невдовзі після їх розроблення. Практичність і простота конструкції потенціометричних датчиків дає їм перевагу над іншими мокрими аналітичними методами, які часто є більш повільними і операційно складними. Потенціометричні датчики все частіше використовують у сферах екологічного, промислового, сільськогосподарського і лікарського аналізу, для моніторингу технологічних процесів, а також для детекторів у рідинній хроматографії високого тиску (PXBT) та капілярному електрофорезі (КЕ). Пріоритетні напрями для цих датчиків — визначення флуоридів, нітратів, натрію в питній воді, кальцію в молочних продуктах, калію у фруктових соках. У медико-біологічних лабораторіях такі датчики використовують для визначення клінічно важливих іонів ( $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Li}^+$  і  $\text{Ca}^{2+}$ ), присутніх у рідинах організму. Окрім того, потенціометричні датчики отримали застосування в сільському господарстві для проведення аналізів різних іонів у ґрунтах, рослинних матеріалах і добривах.

## 2. ДАТЧИКИ ДЛЯ РІДКИХ СЕРЕДОВИЩ

Природа забезпечила живі істоти відмінною сенсорною системою. Ніс, язик, очі, вуха і шкіра — п'ять природних датчиків для зчитування запахів, смаків, зображень, звуків і відчуттів, відповідно. Аналітичні хіміки постійно працюють над створенням датчиків для іонних частинок, наркотиків, металів, органічних і неорганічних речовин тощо.

Розроблення рН електрода є прикладом того, як вимірюється концентрація  $\text{H}^+$  у розчині, незалежно від навколишнього середовища і без завад. Загалом, існують чотири типи електрохімічних перетворювачів: потенціометричні, кондуктометричні, вольтамперометричні й типу польового транзистора.

### 2.1. ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНІ ДАТЧИКИ

Потенціометричні датчики засновані на вимірюванні рівноважного потенціалу індикаторного електрода відносно обраного електрода порівняння з використанням вольтметра з високим вхідним імпедансом, тобто, практично, за нульового струму. Отже, для струму на шляху між двома електродами може існувати високий опір. На інертному окислювально-відновлюваному індикаторному електроді, такому як платина, вимірений потенціал є складним потенціалом — функцією всіх компонентів, представлених у розчині, та їх концентрацій. В ІСЕ, внаслідок ретельного вибору електродного матеріалу, можна



отримати хорошу селективність до одного конкретного компонента, в багатьох випадках з мінімальною інтерференцією від інших іонів. Межі виявлення загальної концентрації іонів з певною мірою окислення становлять порядку 100 нМ, хоча різницю в концентраціях можна вимірити до 10 нМ.

## 2.2. КОНДУКТОМЕТРИЧНІ ДАТЧИКИ

Більшість реакцій пов'язано зі зміною складу розчину. Це, як правило, призводить до зміни електропровідності розчину, яку можна вимірювати електрично. У кондуктометрії величину заряду отримують шляхом вимірювання опору розчину, і тому цей метод не є селективним. Кондуктометричні детектори можуть бути, однак, корисними в тих випадках, коли необхідно встановити, наприклад, чи є загальна концентрація іонів нижчою від певного допустимого максимального рівня, або для використання як детектори он-лайн після поділу суміші іонів за допомогою іонної хроматографії. Така ситуація може виникнути в процесі електрокоригування.

## 2.3. ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧНІ І АМПЕРОМЕТРИЧНІ ДАТЧИКИ

У вольтамперометричних і амперометричних датчиках потенціал, що зростає (спадає), прикладається до електрохімічної комірки, доки відбувається окислення (зменшення) речовини, яка має бути проаналізована; при цьому відбувається різке зростання (спадання) струму, що дає піковий струм. Висота піка струму прямо пропорційна концентрації електроактивного матеріалу. У вольтамперометрії струм реєструють як функцію прикладеного потенціалу. Кілька компонентів, які реагують за різних прикладених потенціалів, можна визначити майже одночасно в тому ж експерименті без необхідності попереднього розділення. Можна досягти дуже низьких меж виявлення, що доходять до пікомолярних рівнів, з використанням сучасної вимірювальної техніки і концентруванням аналізованої речовини на поверхні електрода. В амперометрії постійний потенціал прикладається до електрода, що зумовлює реакцію компонентів, які мають бути визначені, та проходження струму. Залежно від потенціалу, що прикладається, величина струму прямо пропорційна концентрації. Можна досягти меж виявлення в діапазоні мікромолей.

## 2.4. СЕНСОРИ НА БАЗІ ПОЛЬОВИХ ТРАНЗИСТОРІВ

Мініатюризації сенсорів можна досягти шляхом побудови на базі одного з представлених вище ти-

пів електрохімічних перетворювачів у кольорових і мутних розчинах з використанням кремнієвої мікросхеми на основі транзистора з польовим ефектом (ПЕТ). Цей метод використано, в основному, для потенціометричних датчиків, але його можна також використовувати і для вольтамперометричних або кондуктометричних датчиків.

## 3. ХРОНОЛОГІЧНИЙ ПРОГРЕС У РОЗРОБЛЕННІ ДАТЧИКІВ РІДКИХ СЕРЕДОВИЩ

Потенціометричні датчики включають генерацію електричного потенціалу на мембрані, твердій або рідкій, коли її вміщують між двома розчинами відповідного електроліту різної концентрації. Історичні дати відносяться до 1791 року, коли Гальвані спостерігав біоелектричні явища за розтину жаби. Окрім того, вивчав різниці потенціалів через напівпроникні мембрани В.Оствальд у 1890, і це — перший основний внесок до зазначеної сфери [1]. Кремер у 1906 виявив тенденцію деяких стекел до селективних відгуків на реакції іонів водню. Спочатку зміну потенціалу інтерпретували з точки зору доназовської (мембранної) рівноваги, але в 1930-х роках Нікольський припустив, що це реакція електрода залежно від активних центрів скла, які здатні до іонного обміну, і така концепція стала здатною визначати коефіцієнти селективності електрода [2]. У 1937 році Колтхофф і Сандерс вивчали можливості твердих мембранних електродів на основі галогеніду срібла з метою використання інших, окрім скла, електродних матеріалів; стосовно електродів на основі йодистого срібла повідомили Pungor і Hollos-Rokosinyi в 1961 році. Вони отримали електродну мембрану шляхом внесення йодистого срібла до парафіну і продемонстрували селективність електрода з іонів йодиду за присутності іонів хлору. Згодом Pungor і його співробітники розробили цілу низку електродів з гетерогенними мембранами, які складаються з активного матеріалу, що міститься в інертній матриці зі силіконового каучуку. Ці електроди мали хорошу селективність і відгук Нернста й стали вперше розробленими, дійсно селективними електродами (не скляними), які дають термодинамічно оборотний відгук стосовно первинного іона. Промислове розроблення таких електродів почалося у 1966 році, коли Франт і Росс розробили електроди для кальцію і фториду. Фторид селективні електроди на основі фториду лантану, леговані фторидом Європію, є другим кращим електродом, розробленим після скляного електрода.

Дослідження у сфері медицини і фізіології також стимулювали розвиток ІСЕ. У 1970 році Хіручі

та інші запровадили рідкі мембранні електроди, які здатні реагувати як на органічні, так і неорганічні іони. У результаті інтуїтивної та систематичної роботи в процесі розроблення нових, високоселективних іонофорів група Саймона створила датчики на основі іонофор-рідинної мембрани, які є найуспішнішим класом серед ІСЕ. Роботи Bloch, Shatkay і Sharoff показали, що полівінілхлорид (ПВХ) може бути хорошою матрицею для електродів на базі іонофорів, оскільки це забезпечує зручну в користуванні, надійну мембранну матрицю, яку можна пластифікувати з полярними і неполярними розчинниками, що не змішуються з водою. Найбільш важливі процедури компаундування, лиття, сушіння і монтажу ПВХ мембран запропонували Муді зі співавторами у 1970 році. З цього часу іон-селективні мембрани на основі ПВХ привертають до себе багато уваги, й їх використовують за виробництва хімічних датчиків для різних іонів.

### 3.1. КОНСТРУКЦІЯ

#### ІОН-СЕЛЕКТИВНИХ ЕЛЕКТРОДІВ (рис. 1)

##### 3.1.1. Чутливі елементи/іонофори

Чутливі елементи є ключовим компонентом будь-якого сенсорного пристрою. Вони забезпечують селективність, що дозволяє датчику вибірково реагувати на певну аналізовану речовину або групу речовин, уникнути завад від інших речовин. Методи аналізу для визначення специфічних іонів доступні протягом тривалого часу за рахунок використання ІСЕ, які зазвичай містять мембрану, яка є селективною відносно вибраної аналізованої речовини.

##### 3.1.2. Будова мембрани

Виготовлення іон-селективних шарів базується на ретельному підборі складу мембрани. Молекули іонофорів повинні включатися до об'єму полімерної мембрани. Пластифікований ПВХ — це зазвичай полімерна матриця, яку використовують у мембранах ІСЕ. Застосування мембран на основі полісилоксанів або поліуретанів з внутрішніми еластичними

властивостями покращує адгезійні властивості отриманих чутливих шарів. На додаток до іонофорів, ліпофільні іонні блоки повинні виконуватися належним чином, тобто мати широкий лінійний діапазон з теоретично можливою чутливістю і стабільністю сигналу датчика. Наявність іонів у мембрані також необхідна для покращення селективності потенціометричних датчиків.

##### 3.1.3. Перетворювачі / Системи виявлення

Перетворювач — один із двох основних компонентів хімічного сенсора, який підсилює первинний сигнал до бажаного рівня. Чутлива частина перетворює хімічну інформацію на певну енергію, що приймається перетворювачем, а потім генерується аналітичний сигнал. Більшість датчиків розроблено як електрохімічні перетворювачі, зважаючи на простоту конструкції та вартість. В електричних пристроях з електронно-керованим мікропроцесором відсутні допоміжні кола, що є більш привабливим. Окрім того, використання керованих пристроїв для вимірювання мікроскопічних мас, що базуються, головним чином, на п'єзоелектричних кристалах, може стати конкурентоспроможним методом у найближчому майбутньому.

##### 3.1.4. Ідентифікація аналізованих речовин

Розпізнавання речовин базується на селективних комплексних реакціях аналізованих молекул і синтетичних або біологічних молекул. Спонукальною причиною оборотного процесу може бути іон-дипольна, диполь-дипольна взаємодія водневих або ковалентних зв'язків. Визначення аналізованих молекул досягають внаслідок комбінованої взаємодії вакансій і відповідно розташованих зв'язків (функціональних груп) рецептора (фіксатора конфігурації). У потенціометричних хімічних сенсорах синтетичні рецептори молекули іммобілізовані в полімерній мембрані. Одна сторона мембрани перебуває в контакті з аналізованим розчином. Оборотний обмін іонів між розчином аналізованої речовини і мембранною фазою (реакції комплексоутворення в мембрані) викликає утворення мембранного потенціалу, тобто формування сигналу. Різниця потенціалів, що виникає на селективній мембрані, залежить від молярної концентрації вільної речовини. Комплексоутворення аналізованого іона за допомогою іонофорів призводить до розділення зарядів на межі поділу розчин/мембрана. Передавання іонних комплексів через водний кордон розчин/мембрана відбувається внаслідок відносно високої потенційної енергії диполь-іонних взаємодій у ліпофільній фазі мембрани. Загальна іонна селектив-

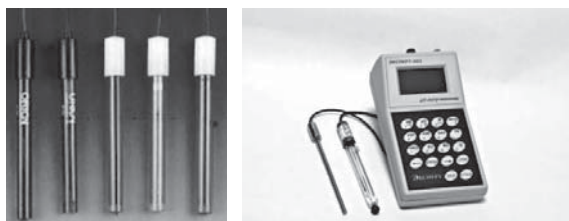


Рис. 1. Приклад іон-селективних електродів і вимірювальних приладів

Fig. 1. An example of ion-selective electrodes and measuring devices

ність мембрани визначається за селективністю іон-іонофорного комплексу, а також парціальними коефіцієнтами різних взірців (тобто аналізованих іонів та іонів, що заважають) між водними пробами і неполярною фазою мембрани.

#### 4. РОЛЬ МЕМБРАНИ

##### В ДАТЧИКАХ ДЛЯ РІДКИХ СЕРЕДОВИЩ

Мембрана — це шар, який розділяє два розчини і утворює різкий кордон між ними, що розрізняє такі розчини за хімічним складом (рис. 2). Якщо мембрана є проникною без будь-яких перешкод для всіх компонентів системи, її єдиний ефект — запобігання швидкому змішуванню компонентів. Таку мембрану не можна використовувати в контексті мембранного електрода. Тому мембрани, що мають функціонувати як електроди, мають бути напівпроникними. Це дозволяє специфічним іонам проходити через неї й не дозволяє іншим. Коли така напівпроникна мембрана відокремлює розчини, певні іони проникають через неї, а інші — ні. Це призводить до утворення подвійного електричного шару, який є джерелом електричного потенціалу. Електричний потенціал виникає, в основному, внаслідок двох процесів:

1. Різниця в рухливості іонів через мембрану, в результаті чого генерується дифузійний потенціал.

2. Потенціалу Донана, який розвивається через непроникність мембрани для одного або більше видів іонів.

Потенціал, що виникає, є функцією концентрації (або активності) іонів за обидві сторони мембрани, і, отже, його можна використати для визначення цієї концентрації. Така система називається мембранним електродом; якщо мембрана реагує селективно з конкретним катіоном або аніоном, вона називається іонообмінною мембраною або мембранним електродом. Для задовільної роботи селективної мембрани дифузійний потенціал має бути відсутнім або мінімальним. Мембрана відіграє важливу роль у працездатності датчика в певному середовищі. Хороші мембрани повинні бути, як правило, гідрофобними, мати іон-обмінні властивості та містити ліпофільний іонофор, який забезпечує селективність датчика. Відсутність іонообмінних властивостей призвела б до значного поглинання катіонів зразка, а також аніонів у мембрані, що призводить до швидкого розпаду так званої вибіркової проникності. В деяких випадках мембранні матеріали чутливі за природних умов до окисного розщеплення і гідролізу. Це викликає погіршення властивостей мембрани і в довгостроковій перспективі робить датчик несправним.

#### 5. КЛАСИФІКАЦІЯ ІОН-СЕЛЕКТИВНИХ ЕЛЕКТРОДІВ

Ліндон [3] класифікував ICE на дві великі категорії: первинні і вторинні електроди. Всі ICE можна класифікувати як первинні електроди, а електроди для визначення органічних молекул, таких як глюкоза, фруктоза, сечовина тощо, відомі як вторинні електроди. У вторинних електродах, як правило, молекула спочатку розпадається через певну ферментативну реакцію, вивільняються іони, такі як  $H^+$ , і у такий спосіб результат цієї реакції вимірюють за допомогою первинного електрода (електрод  $H^+$ ). Первинні електроди розділені на такі дві категорії: електроди з рідкою мембраною і твердотільні електроди.

##### 5.1. ЕЛЕКТРОДИ З РІДКОЮ МЕМБРАНОЮ

Мембрана з рідким електродом складається з органічної рідини, яка не змішується з водою і в якій електроактивний матеріал здатний до обміну іонами, до яких електрод є селективним і розчинним. Електроактивні матеріали, як правило, є іонними парами, з катіоном або аніоном, які мають довгий вуглеводний ланцюг. Вибраний розчинник повинен бути не розчинним у воді, мати низький тиск парів, високу в'язкість і сильний зв'язок іонів у мембранах.

##### 5.2. НАПІВПРОВІДНИКОВІ ЕЛЕКТРОДИ

Електроди, в яких мембрани є твердою речовиною, зазвичай називають твердотільними електродами. Залежно від складу мембрани їх поділяють на три категорії: скляні електроди, однорідні твердотільні електроди і гетерогенні твердотільні електроди. Скляні електроди мають мембрани, виготовлені зі стекол різного складу, тоді як однорідні твердотільні електроди складаються лише з однієї електроактивної речовини або зі суміші двох або більше. Мембрани, які є або кристалами сполук, або порошками електроактивних сполук, пресують у таблетки або диски під високим тиском. Такі мембрани — механічно достатньо стабільні. У гетерогенних твердотільних електродах мембрани більшості електроактивних матеріалів, як правило, крихкі, й часто виникають тріщини за тривалого використання і навіть за зберігання. У процесі виготовлення мембран, як правило, до електроактивних сполук додають зв'язувальні речовини. Останні й електроактивні матеріали ретельно перемішують, і мембрану виготовляють із цієї суміші. Встановлено, що такі мембрани порівняно більш стабільні і мають тривалий термін служби. Зв'язувальна речовина, яка забезпечує підтримання матриці, повинна бути хімічно інертною,

гідрофобною, жорсткою, гнучкою, непористою, протидіяти виникненню тріщин і не повинна набухати в аналізованому розчині. Потрібно також забезпечити адгезію до частинок електроактивного матеріалу. Інертні сполуки, які можна використовувати під час створення мембран, мають включати силіконовий каучук, полівінілхлорид, поліетилен, кераміку, полістирол, епоксидні смоли тощо.

## 6. ПОЛІМЕРНІ МЕМБРАНИ

Загалом полімерні мембрани, що використовують в ICE, складаються з чотирьох компонентів: іонофорів, ліпофільної добавки, пластифікатора і полімерної матриці.

### 6.1. ІОНОФОРИ

Іонофор (або іон-носії, або ліганд) — ключовий компонент полімерної мембрани ICE. Він регулює іонну селективність і чутливість, оскільки явища молекулярного рівня відчуються ICE й є зв'язком між

іонофором і аналізованим іоном. В ідеалі він утворює оборотний і відносно сильний комплекс з аналізованими іонами, а не з іншими іонами. Існують два види іонофорів, заряджених і нейтральних носіїв. Різні речовини, а саме, неорганічні та органічні іоніти, тверді електроліти, солі полівалентних атомів, хелатів металів, поліази, поліетили макроциклів, краун-ефіри, криптандіви і каліксарени використані як іонні носії за підготування ICE (рис. 3).

Аби стати підходящим носієм іонів, активний матеріал датчика повинен бути фізично сумісним із матрицею, мати низьку розчинність, демонструвати певну електропровідність, мати баланс між вільною енергією ліганд-іонів, гідратацією іонів і піддаватися швидкому іонному обміну в мембранному зразку. Для збереження постійного складу мембрани, іонофор має залишатися в межах мембрани. Тому, окрім зв'язувального центра, він повинен містити численні ліпофільні групи. Потенціометричний відгук мембран на основі ICE, що містять специфічні іонофори, можна використати для надання інформації стосовно типу зв'язування аналізованої речовини, а також, принаймні потенційно, розуміння в деталях відповідних взаємодій молекулярних субстрат-рецепторів.

Ліганд, який поводить як іонофор, повинен відповідати таким вимогам:

1. Молекула-носії повинна мати як полярні, так і неполярні групи.

2. Носій повинен мати можливість приймати стабільну конфігурацію, яка забезпечує вакансію, в оточенні полярних груп, підходящу для поглинання катіона, а неполярні групи утворюють ліпофільні оболонки навколо координаційної сфери. Ці групи повинні забезпечувати достатньо великі ліпофільні розчинності для ліганду та комплексу.

3. Координувальні центри, такі як атоми кисню між полярними групами ліганд-сфери, повинні бути в межах від 5 до 8 і не більше 12.

4. Високі селективності досягаються шляхом блокування координувальних вузлів у жорсткому положенні навколо вакансії. Таку жорсткість можна підвищити внаслідок наявності перехідних конструкцій, наприклад, водневих зв'язків. В одній групі періодичної системи катіон, що відповідає відповідним вакансіям, є більш бажаним. В ідеалі всі катіони будуть змушені приймати теж саме задане число координатних груп.

5. Незважаючи на вимогу 4, ліганд повинен бути достатньо гнучким, щоби дозволяти достатньо швидкий іонний обмін. Це можливо лише зі ступінчастим заміщенням молекул розчинника лігандними групами.

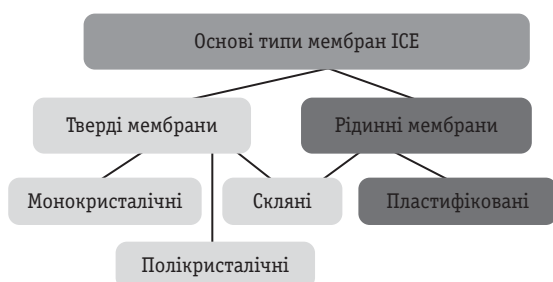


Рис.2. Основні типи мембран для ICE

Fig.2. The main types of membranes for ICE

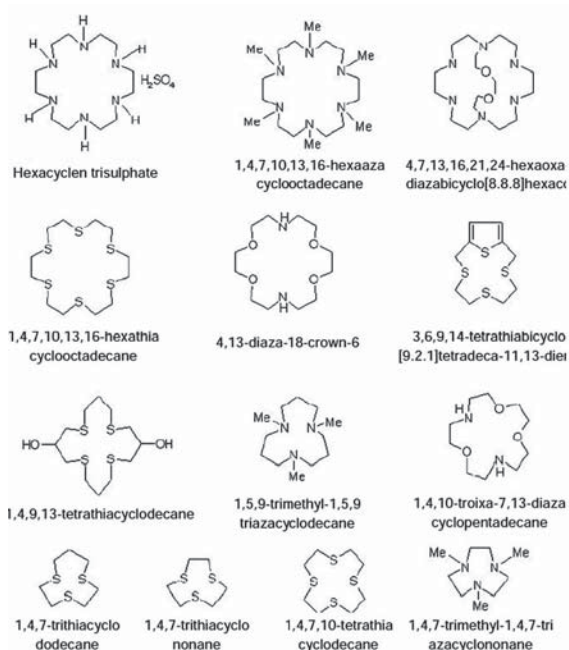


Рис.3. Деякі наявні у продажу іонофори

Fig.3. Some commercially available Ionophores



У такий спосіб повинен бути знайдений компроміс між стабільністю (4) і швидкістю обміну (5).

6. Щоби гарантувати достатню мобільність, всі розміри носіїв повинні бути відносно невеликими, але все ще сумісними з високою розчинністю ліпідів.

### 6.2. ПОЛІМЕРНА МАТРИЦЯ

Матриця забезпечує інертну основу, що надає фізико-механічну стабільність і еластичність мембрани. Як зазначалося вище, полімерна мембрана забезпечує унікальну можливість отримати різні електроди, селективні до конкретних іонів шляхом легування мембрани певними іонофорами. Полімерна матриця повинна бути хімічно інертною, гідрофобною, жорсткою, гнучкою, непористою, стійкою до тріщин і не повинна набухати в розчині аналізованих компонентів. Силіконова гума [4], певні метакрілати [5], поліуретани [6], полістирол, поліамід або полііміди запропоновані як полімерні матриці, що задовольняють такому критерію. Однак, найбільш часто використовуваним полімером є ПВХ завдяки простоті виготовлення мембран. Із різних сполук, які використовують для приготування гетерогенних твердотільних мембран, ПВХ став найбільш поширеним завдяки своїй відносно низькій вартості, хорошим механічним властивостям, інертності й податливості до пластифікації. Він також забезпечує хорошу стійкість до механічних пошкоджень і тисків, а також до електроактивних матеріалів, які вельми сумісні з матрицею, і як результат це дає зниження вилугування мембрани, і отже, життя електрода збільшується на суттєву величину. Томас і Муді — піонери в розробленні електродів на основі ПВХ. Томасом та іншими рекомендовано у 1986 році ПВХ як найбільш придатну полімерну підкладину. Порівняльне дослідження ПВХ й інших полімерних матеріалів з точки зору їхнього характерного реагування надано Муді й співавторами у 1987 році. Бак і співавтори за обговорення властивостей ПВХ виявили, що присутність дисоціативних обмінних фіксованих положень дає внесок у селективність і відгук електрода [7, 8]. Окрім того, Міхельсон (1994) також розглянув переваги і недоліки, пов'язані з матрицею ПВХ. Включення нейтральних носіїв до матриці ПВХ забезпечило економічний спосіб спрощення конструкції ІСЕ.

### 6.3. ПЛАСТИФІКАТОР

Пластифікатори, які мають використовуватися в мембранах, повинні мати високу ліпофільність, високу молекулярну вагу, низьку тенденцію до ексу-

дації з полімерною матрицею, низький тиск випаровування і велику ємність, щоби розчинити субстрат та інші добавки, наявні в мембрані [9]. Добре відомо, що додавання пластифікаторів не лише покращує оброблюваність мембран, а й сприяє значному поліпшенню межі виявлення, стабільності й терміну придатності датчика [10]. Окрім того, його в'язкість і діелектрична постійна повинні бути адекватними. Це підвищує гнучкість і м'якість виготовленої мембрани, забезпечує мобільність компонентів мембрани в її фазі. Як домінуючий компонент ПВХ мембран пластифікатор діє як мембранний розчинник, впливаючи на селективність мембрани через відновлення іонів в органічній фазі, й впливом на їхнє комплексоутворення з іонофорами [11]. Для отримання органічної фази однорідною пластифікатори повинні бути сумісними з полімером, іншими мембранними компонентами, що мають бути розчинними в ній. Полімерні мембрани, як правило, включають матрицю, що містить близько 33 % ПВХ та 66 % медіатора розчинника. Низка органічних розчинників, таких як фталати, себацінати, прості ефіри, ацетофенони, бензини й ацетати, у відповідний спосіб і ефективно використані як пластифікатори, щоби підвищити робочі параметри ІСЕ.

### 6.4. ЛІПОФІЛЬНІ ДОБАВКИ

Передумова для отримання теоретичного відгуку з ІСЕ мембрани — її вибіркова проникність, яка означає, що лише визначені іони можуть пройти через цю мембрану. Ліпофільна іонна добавка — це сіль необмінних ліпофільних аніонів/катионів і обмінних іонів. Їхня головна функція — забезпечувати іонообмінну мембрану вибірковою проникністю, щоб оптимізувати селективність зондування (за допомогою визначення відношення концентрації складних і нескладних іонофорів в мембрані) і зменшити величину опору мембрани [12, 13]. Наявність ліпофільних добавок в іон-селективних мембранних електродах не лише зменшує омичний опір і покращує характеристики, а й у випадках, коли можливості екстракції незначні, підвищує чутливість мембранних електродів. Добавки також можуть каталізувати обмінну кінетику на межі розділу проба-мембрана [14, 15]. Хоча наявність іонних вузлів обов'язкова, мембрана може функціонувати без навмисного включення іонних центрів, оскільки є домішки в полімерній матриці або в інших компонентах. Їхня концентрація відносно іонофорів грає важливу роль у зміні ефекту селективності завдяки впливу складної рівноваги. Різні похідні тетрафенілборатів сьогодні використовують як аніонні добавки, тоді як солі

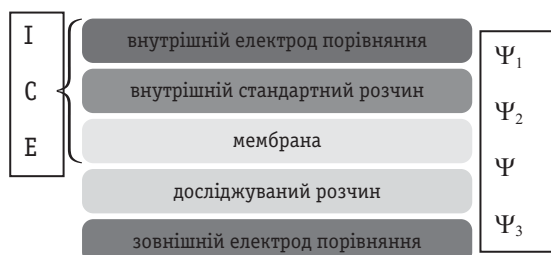


Рис. 4. EPC гальванічного елемента, який складається з ICE і зовнішнього електрода порівняння. EPC є сумою міжфазних стрибків потенціалу ( $\Psi_1, \Psi_2, \Psi_3$ ) і змінного потенціалу  $\Psi$  — функції активності (концентрації) аналізованого іона в досліджуваному розчині та природи мембрани

Fig. 4. EDS galvanic cell consisting of ICE and external electrode. EMF is the sum of the interphase potential jumps ( $\Psi_1, \Psi_2, \Psi_3$ ) and alternating potential  $\Psi$  — function activity (concentration) of the test ion in the test solution and the nature of the membrane

тетраалкіламонію — як катіонні добавки. Заряд відповідної добавки безпосередньо пов'язаний з механізмом реагування вибраного іонофора.

## 7. ТЕОРІЯ ТА МЕТОДОЛОГІЯ

Корисність ICE залежить від заданого потенціалу мембрани. Неможливо визначити мембранний потенціал безпосередньо, але його можна отримати зі значень EPC електрохімічного елемента в цілому, який складається з мембрани, що розділяє два розчини 1 і 2, та двох еталонних електродів (рис. 4).

### 7.1. ПОТЕНЦІАЛ ІОН-ОБМІННОЇ МЕМБРАНИ

Напівпроникна іон-обмінна мембрана дозволяє протіоніону  $A$  проникати через себе і обмежувати соіони. Потенціал мембрани  $E_m$  вираховується, коли вона розділяє два розчини 1 і 2, що містять протіоніон  $A$ , внаслідок дифузії протіонів від вищої до нижчої концентрації.

$E_m$  задається таким виразом:

$$E_m = \frac{2,303RT}{Z_A F} \left[ \log \frac{(a_A)_2}{(a_A)_1} - (Z_Y - Z_A) \int_1^2 t_Y^- d \log a^\pm \right] \quad (1)$$

де  $A$  — протіоніон;  $Y$  — один з іонів;  $Z$  — заряд іона;  $t_Y^-$  — число перенесень соіона;  $a^\pm$  — середня іонна активність електроліту;  $(a_A)_1, (a_A)_2$  — активність протіонів у розчинах 1 і 2 відповідно (рис. 5).

У цьому виразі права частина складається з двох доданків. Перший член дає термодинамічне граничне значення концентраційного потенціалу, а другий — позначає дифузійний потенціал завдяки соіонному потоку в мембрані. Якщо мембрана є ідеальною, напівпроникною ( $t_Y^- = 0$ ), то рівняння (1) зводиться до

$$E_m = \pm \frac{2,303RT}{Z_A F} \log \frac{(a_A)_2}{(a_A)_1} \quad (2)$$

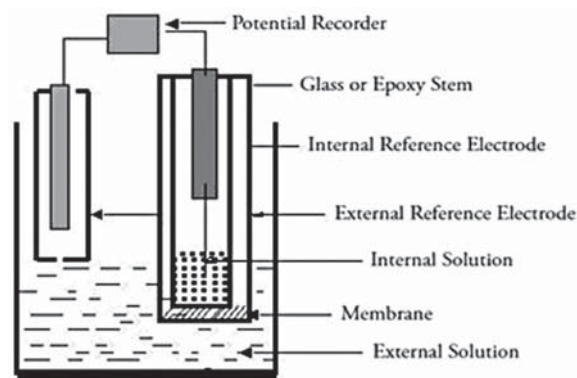


Рис. 5. Орієнтовна конструкція комірки з ICE

Fig. 5. Approximate cell structure of ICE

Рівняння (2) — це так зване рівняння Нернста, визначає потенціал Донана для ідеально напівпроникної мембрани. Воно приймає позитивний знак для катіонів і негативний — для аніонів. Це впливає з нього, коли потенціал комірки прямо пропорційний концентрації (або активності) катіона в зовнішньому або аналізованому розчині. За 25 °C значення  $2,303RT/Z_A F$  дорівнює 0,059/ $Z_A$  вольт. Говорять, що мембрана дає нернстовий відгук, якщо нахил графіка потенціалу електрохімічної комірки є функцією  $\log$  активності й дорівнює 0,059/ $Z$  вольт. Графік називається графіком Нернста, а нахил — нернстовським нахилом [16, 17].

### 7.2. СЕЛЕКТИВНІСТЬ ЕЛЕКТРОДІВ

Немає електродів, які б реагували виключно на аналізовану речовину для визначення якої вони призначені, хоча як правило більш чутливі до неї, ніж до інших речовин. Іони, для аналізування яких електрод призначено, умовно називають первинними іонами, а всі інші — інтерферувальними (такими, що заважають). Якщо останні іони наявні в концентраціях, які великі відносно первинних, такі іони можуть давати свій внесок до потенціалу мембрани. Ступінь селективності електрода до первинного іона  $A$  відносно до іона, що заважає,  $B$  визначається потенціометричним коефіцієнтом селективності ( $K_{A,B}^{\text{Pot}}$ ) за допомогою рівняння Нікольського:

$$E = E^0 + \frac{2,303RT}{Z_A F} \left[ \log a_A + K_{A,B}^{\text{Pot}} (a_B)^{Z_A/Z_B} \right] \quad (3)$$

де  $Z_A, Z_B$ , й  $a_A, a_B$  — заряди і коефіцієнти активності іонів  $A$  і  $B$  відповідно. Описано кілька методів для експериментального визначення коефіцієнтів селективності [18]. Ці методи діляться на дві категорії: метод роздільних розчинів (MPP) та метод змішаного розчину (МЗР).

### 7.2.1. МЕТОД РОЗДІЛЬНИХ РОЗЧИНІВ

У МРР мембранні потенціали електрода  $E_A$  і  $E_B$  вимірюють окремо у розчині, що містить лише іон  $A$  з активністю  $a_A$  (іонів  $B$  немає), і розчині лише з іонами  $B$  активністю  $a_B$  (іонів  $A$  немає), відповідно.  $E_A$  і  $E_B$  задають такими рівняннями:

$$E_A = E^0 + \frac{RT}{Z_A F} [\ln a_A], \quad (4)$$

$$E_B = E^0 + \frac{RT}{Z_A F} [\ln K_{A,B}^{\text{Pot}} (a_B)^{Z_A/Z_B}]. \quad (5)$$

Із наведених рівнянь

$$\log K_{A,B}^{\text{Pot}} = \frac{E_B - E_A}{2,303RT / Z_A F} + \log \frac{a_A}{(a_B)^{Z_A/Z_B}}. \quad (6)$$

Член  $2,303RT/Z_A F$  — це нахил графіка Нернста.

### 7.2.2. МЕТОД ЗМІШАНОГО РОЗЧИНУ

МЗР включає вимірювання потенціалу електрода в розчинах, що містять іони як  $A$ , так і  $B$  з різною активністю. Далі наведено дві процедури визначення коефіцієнтів селективності за допомогою МЗР.

#### 7.2.2.1. ПРОЦЕДУРА I

У цій процедурі потенціали електрода  $E_A$  і  $E_{AB}$  вимірюють лише в розчинах первинного іона  $A$  і в суміші первинного іона, що заважає,  $B$  відповідно.  $E_A$  відповідає рівнянню (4), а  $E_{AB}$  — формулі (5). Із формул (4) і (5) отримуємо таке рівняння:

$$K_{A,B}^{\text{Pot}} = \frac{a_A}{(a_B)^{Z_A/Z_B}} \left[ \left( 10^{(E_B - E_A) / (2,303RT / Z_A F)} \right) - 1 \right]. \quad (7)$$

Це дає значення коефіцієнта селективності.

#### 7.2.2.2. ПРОЦЕДУРА II

Коли вимірюють електродний потенціал у низці розчинів з різною активністю  $a_A$  і постійною —  $a_B$ , будують графік залежності активності  $a_A$  і отримують криву, подану на рис. 6. Ця ділянка зазвичай має три різні області. У першій області  $PQ$  відгук електрода — лінійний, що вказує на те, що електрод реагує лише на первинний іон  $A$ , без завад, викликаних іоном  $B$  у цьому діапазоні концентрацій. У другій області  $QR$  відбувається відхилення від лінійності, оскільки тепер електрод також реагує з іоном  $B$  з активністю  $a_B$ , коли концентрація іона  $A$  зменшується. Отже, в цій області відгуки електрода змішуються, і це зумовлено як іоном  $A$ , так й іоном  $B$ . У третій області графіка  $RS$  відгук — лінійний, а потенціал — постійний.

Сталість потенціалу показує, що електрод тепер реагує лише на втручання іона  $B$ , а внески внаслідок дії первинного іона  $A$  не реалізовано. Якщо активність  $B$  постійна і внесок  $A$  до потенціалу в цьому діапазоні концентрацій незначний, потенціал електрода залишається постійним.

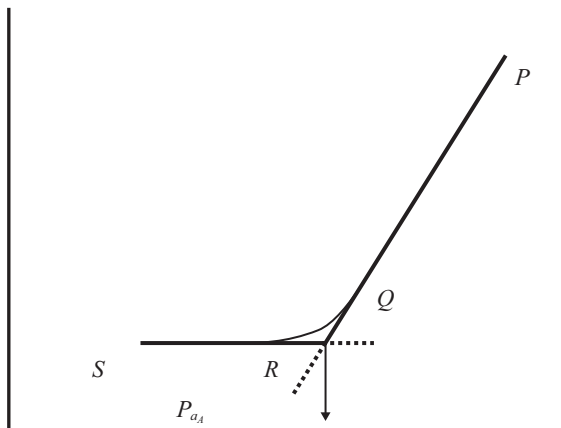


Рис. 6. Калібрувальна крива дає визначення коефіцієнта селективності методом роздільних розчинів

Fig. 6. Calibration curve gives a coefficient of determination of selectivity by separate solutions

$$K_{A,B}^{\text{Pot}} = \frac{a_A}{(a_B)^{Z_A/Z_B}}. \quad (8)$$

Рівняння (8) використовують для розрахунку коефіцієнта селективності. Процедура методу змішаного розчину відома як метод постійних завад (МПЗ) і є найбільш широко використовуваною згідно з рекомендаціями IUPAC для визначення коефіцієнта селективності. У цьому методі процеси, які домінують у мембрані, й алгоритми рішень схожі на ті, які мають місце за аналізу проби.

### 7.2.3. ЗНАЧИМІСТЬ ВЕЛИЧИНИ КОЕФІЦІЄНТА СЕЛЕКТИВНОСТІ

Селективність електрода залежить від величини коефіцієнта селективності, визначеного відповідно до рівняння Нікольського (3). В ідеалі це мала би бути постійна величина, яка називається постійною селективності, але вона залежить від умов експерименту і, як правило, концентрації іонів і способу визначення. Саме з цієї причини  $K_{A,B}^{\text{Pot}}$  не називається постійною селективності, а коефіцієнтом селективності. Значення коефіцієнта селективності виявляються вищими, якщо його визначають за високої концентрації іонів, що заважають, і навпаки. Різні методи дають різні значення коефіцієнта селективності, оскільки умови, що виникають на границі мембрана-розчин, теж різні [19—21].

### 7.2.4. ОБМЕЖЕННЯ ЩОДО РІВНЯНЬ

Як видно з рівняння (3), значення  $K_{A,B}^{\text{Pot}} = 1$  за  $Z_A = Z_B$ , що вказує на однаковий відгук на іони  $A$  і  $B$ . Аналогічно значення  $K_{A,B}^{\text{Pot}} < 1$  вказує на те,

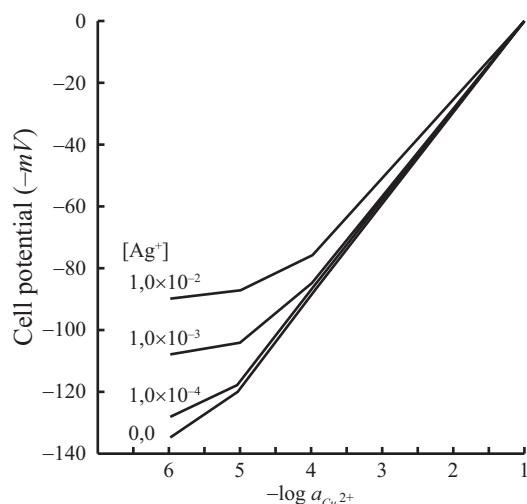


Рис. 7. Варіація потенціалу  $\text{Cu}^{2+}$  за різних рівнів концентрації іонів  $\text{Ag}^+$

Fig. 7.  $\text{Cu}^{2+}$  potential variation at different concentration levels of ions  $\text{Ag}^+$

що електрод реагує більше на іон  $A$ , порівняно з іоном  $B$ , тобто електрод є більш селективним до першого ніж до другого. Чим менше значення коефіцієнта селективності, тим краща селективність. З іншого боку,  $K_{A,B}^{\text{Pot}} > 1$  вказує на те, що відгук електрода більший до іона  $B$ , а ніж до іона  $A$ ; в такому разі можна сказати, що перший має значне втручання. Важливо підкреслити, що ці значення коефіцієнта селективності означають селективність лише за процедури визначення, на практиці наявні завади залежать від відносної концентрації основного і такого, що заважає, іонів, а також інших умов експерименту. Потрібно бути обережним у разі застосування ІСЕ, особливо для зразків, що містять різні іони і впливні чинники, такі як коефіцієнти селективності й концентрації первинних і таких, що заважають, іонів; все це повинно бути взято до уваги. Краще, якщо селективність визначають на імітаційних сумішах, подібних до аналізованих (рис. 7). Необдумане використання ІСЕ без урахування їх обмежень часто призводить до помилкових результатів. Різні дослідники повідомили стосовно проблем з величиною коефіцієнта селективності, й надходили різні пропозиції щодо визначення селективності [10, 22–24].

У 1994 році Viteri і Diamond запропонували модифікувати рівняння Нікольського, в якому вони нехтують ступеневими членами, і повідомили свої дані щодо селективності.

#### 7.2.5. МЕТОД ЗБІЖНИХ ПОТЕНЦІАЛІВ

Хоча Rechnitz та інші [25] описали використання методів відношення коефіцієнтів активності (метод

роздільних розчинів) для попереднього визначення коефіцієнтів селективності, необхідність у розробленні методів, незалежно від розширеного рівняння Нернста, вперше обговорювали лише у 1984 році [26]. Автори цієї роботи запропонували метод збіжних потенціалів (МЗП), який повністю незалежний від рівняння Нернста. Це дозволяє подолати труднощі в отриманні достовірних коефіцієнтів селективності, коли іони з різними зарядами наявні в розчині. За цим методом коефіцієнт селективності визначають як відношення активності (концентрації) первинних і таких, що заважають, іонів, які дають ту ж зміну потенціалу еталонного розчину. Для визначення коефіцієнта селективності можна вимірити зміну потенціалу за зміни активності (концентрації) первинного іона. Потім іон, що заважає, можна додавати до ідентичного контрольного розчину до того моменту, поки ту ж зміну потенціалу не буде отримано. Зміни в потенціалі повинні бути отримані за постійного початкового фону первинного іона і мають бути аналогічними в обох випадках (рис. 8). Отже цей метод має надійну аналітичну базу, на основі якої можна отримати значення  $K_{A,B}^{\text{Pot}}$ , що є реальним на практиці. Користувачі вже застосовують аналогічний підхід. Особливості методу збіжного потенціалу такі, що зарядові числа первинних і таких, що заважають, іонів не повинні бути взяті до уваги, і нернстовські відгуки не враховуються ні відносно первинних, ні таких, що заважають, іонів. Ці особливості вирішують проблему ступеневих членів для іонів з нерівними зарядами, й їх також можна застосувати до не нернстових іонів, що заважають.

Однак цей спосіб не залежить від рівняння Нернста або його модифікованої форми, і тому важко співвідносити значення  $K_{A,B}^{\text{Pot}}$ , отримані цим способом з будь-яким конкретним фізичним явищем, таким, як іонний обмін. Значення, отримані цим

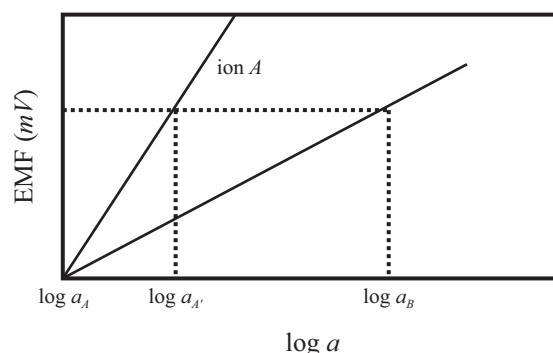


Рис. 8. Визначення коефіцієнта селективності методом збіжних потенціалів

Fig. 8. Determination of selectivity by matching potential



методом, як правило, мають практичне значення. Однак, слід зазначити, що величини  $K_{A,B}^{\text{Pot}}$ , отримані МЗП для випадків, в яких як первинні іони, так і такі, що заважають, мають однаковий заряд і відгукуються в Нернстовому стилі, мають добре узгоджуватися з тими, які отримані методами, що базуються на рівнянні Нернста [27, 28].

## 8. ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНІ АСПЕКТИ

### 8.1. ПІДГОТОВКА ДО РОБОТИ

Попередня обробка електродів — це процедура, дотримуючись якої можна отримати найбільш стабільні результати. Виконують її шляхом занурення як ІСЕ, так і електрода порівняння в стандартний розчин протягом як мінімум 10 хв перед використанням. Стабільні показання напруги засвідчують, що система працює нормально. Для отримання більш точних результатів потрібно забезпечити оптимальне змочування та попередню підготовку шляхом багаторазового видалення електрода з розчину, промиванням і сушінням, перезануренням до моменту, поки три послідовні показання не міститимуться в межах 1 мВ. Ця процедура не приносить успіху, коли електрод використовують вперше або після тривалого зберігання, і може потребуватися подальше замочування, протягом всієї ночі, для досягнення стабільних показань.

Після попередньої підготовки електроди потрібно промити струменем дистильованої води і протерти насухо неворсистою тканиною.

### 8.2. МЕТОДОЛОГІЯ ВИМІРЮВАННЯ

#### 8.2.1. Пряма потенціометрія

Пряма потенціометрія — найпростіший і найбільш поширений метод використання ІСЕ для вимірювання відгуку електрода у невідомому розчині та зчитування концентрації безпосередньо з калібрувального графіка. Перевага такого методу в тому, що його можна використати для вимірювання великої кількості зразків, які охоплюють широкий діапазон концентрацій і, крім того, дуже швидко, без повторного калібрування приладу і виконання будь-яких нудних розрахунків. Прийнятні результати можна отримати для деяких елементів без необхідності відбору проб, а простим зануренням електродів у невеликі склянки води з річки чи ставка або стоків.

#### 8.2.2. Додаткові методи

Існують три основні типи диференціальних методів загального користування: додавання еталона, додавання зразка, видалення зразка. Методи додавання етало-

на і додавання зразка включають вимірювання напруги у відносно великому, точно виміреному об'ємі зразка (для додавання еталона) або еталона (для додавання зразка), з подальшим додаванням набагато менших об'ємів еталона (або зразка) і виконанням повторних вимірювань після того, як напруга стабілізувалася в суміші. Метод видалення зразка включає додавання невеликої кількості розчину зразка до еталонного розчину іона, з яким він реагуватиме стехіометрично з утворенням комплексу або випаданням в осад, тим самим знижуючи концентрацію обох іонів. ІСЕ, що використовується, будуть чутливими до активних іонів в еталоні, а не у зразку. Велика перевага цього методу полягає в тому, що він може розширити діапазон вимірюваних іонів за допомогою ІСЕ для інших іонів, для яких немає іон-чутливих мембран. Наприклад, нині немає ІСЕ, здатних виявляти іони сульфатів. Тим не менше, сульфати можна видалити з розчину шляхом їх осадження у виді сульфату барію, і наявні ІСЕ, чутливі до барію. Тому сульфат можна визначити спочатку вимірюванням напруги в чистому еталоні хлориду барію, а потім додати відомий об'єм зразка, що містить сульфат, очікуючи завершення осаду, і знову вимірити напругу на електроді барію. Кількість барію, що використовують, можна потім розрахувати за допомогою аналогічного рівняння, яке застосовують для додавання зразка, а вміст сульфату в зразку буде таким же, як і вміст барію, оскільки кожний іон сульфату з'єднуватиметься з одним іоном барію.

#### 8.2.3. Потенціометричне титрування

Потенціометрія, як правило, цінна як методика для визначення кінцевої точки титрування, в якій існує, як правило, корінна зміна концентрацій речовин, що реагують, і, отже, велика зміна електродного потенціалу.

Визначення кінцевих точок часто можна виконати більш точно, ніж іншими методами ІСЕ, оскільки вони залежать від точності вимірювань об'єму, а не вимірювання потенціалу електрода. Наприклад, коли розчин кальцію титрують комплексоутворювальним реагентом ЕДТК (етилендіамінтетраоцтова кислота), відбувається поступове зменшення концентрації Са на величину кількості доданої ЕДТК до досягнення кінцевої точки, коли весь Са зникає із розчину. Хід цього титрування можна контролювати за використання електрода кальцію.

## 8.3. ТЕХНІЧНЕ ОБСЛУГОВУВАННЯ

### І ЗБЕРІГАННЯ ІСЕ

За роботи з ІСЕ слід бути уважним, щоби не пошкодити поверхню мембрани. Якщо електроди використовують

часто, вони можуть просто висіти у тримачі електрода з відкритою на повітрі поверхнею мембрани, але бути захищеними чистим, сухим хімічним стаканом. За тривалого зберігання мембрану потрібно захистити гумовою або пластиковою кришкою, що її покриває, для захисту від атмосферного окислення/корозії або механічних ушкоджень. Після частого використання мембрани вона може покритися осадженнями або подряпинами за її чищення, які можуть призвести до уповільнення відгуку (низького нахилу калібрувального графіка) або нестабільності показань. ПВХ мембрани дуже чутливі, і до них не можна навіть доторкатися; їх можна регенерувати шляхом видалення будь-яких осаджень тонким струменем води або промивання у спирті з подальшим тривалим замочуванням у стандартному розчині.

#### 8.4. ДЖЕРЕЛА ПОМИЛОК

##### 8.4.1. Інтерференція

Фон електрохімічної комірки може впливати на точність вимірювань, виконаних з використанням ІСЕ. Останні чутливі певною мірою до деяких інших іонів. У більшості випадків така інтерференція незначна (до того моменту, поки є невеликим відношення концентрації інтерферувального іона до первинного), і нею можна знехтувати. У певних випадках, однак, електрод набагато більш чутливий до іона, що заважає, ніж до первинного, і тоді його можна використовувати лише, якщо інтерферувальний іон наявний у слідових кількостях або повністю відсутній. У певних системах інтерферувальні іони можна видалити за допомогою хімічних засобів, таких як осадження або їх комплексоутворення з певними особливими реагентами. Здатність ІСЕ розрізняти різні іони в тому ж розчині визначають через коефіцієнт селективності методами, описаними вище. Якщо до первинних іонів електрод має чутливість  $X$ , а до інтерферувальних іонів — чутливість  $Y$ , то коефіцієнт селективності 0,1 означає, що електрод у 10 разів більш чутливий до перших, ніж до других. Якщо коефіцієнт дорівнює 1, то електрод рівною мірою чутливий до обох. Коефіцієнт селективності — не постійна величина і залежить від декількох чинників, у тому числі від концентрації обох елементів, загального іонного потенціалу розчину і температури.

##### 8.4.2 Дрейф потенціалу

Різниця у вимірюваннях напруги на електродах за різних концентрацій у розчинах (тобто у нахилі залежності напруги на електроді від концентрації) залишається по суті такою ж самою, але фак-

тичне значення в цілому дрейфує в постійному напрямку на кілька мілівольт (тобто, це не випадкова зміна або нестійкість). Найбільший внесок до цього дрейфу дає контактна різниця потенціалів розчину на електроді порівняння. Хоча цей дрейф незначний і щоразу стабілізується за постійної температури в розчині, він може змінюватися на кілька мілівольт щоразу, коли опорний електрод занурюють до нового розчину або навіть за перезанурення до того ж розчину. Окрім того, за постійного занурення ІСЕ до різних розчинів й їх видалення виявляється ефект гістерезису (або пам'яті), ступінь якого залежить від відносних концентрацій у нових і старих розчинах. Отже, якщо розчин знову вимірюють після того, як проводили вимірювання відмінних розчинів, то не можна очікувати, що отримають точно таке ж значення напруги в мілівольтах, як і в попередні рази.

##### 8.4.3. Дифузія

Різні швидкості дифузії іонів залежно від їх розміру можуть призвести до певних помилок. Наприклад, у випадку йодиду натрію іони натрію дифундують через перехід із заданою швидкістю. Йодид рухається набагато повільніше внаслідок більшого розміру. Ця різниця створює додатковий потенціал, у результаті чого виникають помилки. Аби уникнути помилок важливо, щоби позитивний потік, який поповнює розчин, переміщувався через перехід і останній не засмічувався або забруднювався.

##### 8.4.4. Іонна сила зразка

Загальна іонна сила зразка впливає на коефіцієнт активності, і цей чинник повинен залишатися постійним. Аби досягти цього, використовують додатковий регулятор іонної сили. Межі регулювання — великі порівняно з іонною силою зразка, і отже, різниця між зразками стає малою, ймовірність помилок знижується.

##### 8.4.5. Температура

Коливання температури можуть викликати значні помилки вимірювань. Зміна на один градус температури зразка може призвести до помилок вимірювань, більших за 4 %.

##### 8.4.6. pH

Деякі зразки можуть потребувати перетворення аналізованої речовини до певного виду, регулюванням pH розчину (наприклад, аміаку). Неспроможність до регулювання pH у цих випадках може призвести до значних похибок вимірювань.

### 8.5. ЗАСТЕРЕЖЕННЯ

1. Електроди не повинні залишатися в чистій дистильованій або деіонізованій воді (або у будь-якому розчині, що не містить аналізованих іонів) більше, ніж на кілька хвилин за один раз, щоби уникнути ефекту вилугування.

2. Електроди з полімерною мембраною не повинні вступати в контакт з сильною кислотою або лужними розчинами, миючими засобами, поверхнево-активними речовинами або розчинниками ПВХ.

3. Не можна торкатися поверхні мембрани, аби максимально подовжити термін її служби.

4. Слід уникати тривалого впливу на електрод розчинів, що містять інтерферувальні іони, оскільки це може отруїти мембрану.

### 9. ЛІТЕРАТУРА ІЗ ICE

Сфера ICE, — мабуть, один із найкорисніших прикладів досліджень у сфері хімії. Тому в останні десятиліття переважну більшість досліджень проведено саме в цій сфері. Прогрес у зазначеній сфері описано в *Ion-Selective Electrode Reviews*, vols. 1–14 [29]. Також опубліковано кілька робіт у суміжних сферах. Книги, які стосуються основних та практичних аспектів цього предмета, також доступні; важливі монографії є: за авторством Eisenman [30, 31], Durst та інших [32], Moody та інших [33], Lakshminarayanaiah [34], Bloch та інших [35], Vesely та інших [36], Freiser [37], Bailey [18], Diamond [38], Harsanyi [39], Stefan та інших [40], Fry та інших [41], Gupta та Singh [42]. Що стосується застосування ICE за аналізу органічних речовин, то доступні деякі спеціалізовані джерела з цього пред-

мета. Багато книг або оглядових статей присвячено безпосередньо аналізу фармацевтичних речовин.

### 10. ВИСНОВКИ

Сфера ICE — одна із найстаріших і найбільших серед низки аналітичних методів, доступних сьогодні. Збільшення наукового інтересу до ICE викликано їх необхідністю для контролю навколишнього середовища, клінічних і харчових зразків тощо. Він значно зріс у зв'язку з комерційною доступністю електродів для катіонів та аніонів. Отже, ICE стали предметом широкого інтересу з боку хіміків-аналітиків, оскільки вони дозволяють проводити швидкі, точні й недорогі аналізи. Окрім того, аналіз, який проводять цими електродами, — неруйнівний і придатний до аналізу невеликих об'ємів. Повідомлено стосовно великої кількості різних типів електродів для лугів, лужних і важких металів з використанням різних електроактивних матеріалів. Число досліджених електродів для певних типів іонів металів дуже велике (>100). Завдяки зусиллям дослідників у цій сфері розроблено велику кількість електродів для конкретних іонів металів з метою поліпшення діапазону робочих концентрацій, селективності, терміну придатності, часу відгуку тощо. Для більшості іонів навіть найкращі з розроблених до сьогодні зразків електродів не є останнім словом, й їх ефективність може бути значно покращена у зв'язку з неперервним проведенням розроблень. Майбутні виклики для ICE — хороші електродні матеріали, мініатюризація, висока селективність тощо, і це потрібно взяти до уваги та зосередитися на цих напрямках.

### СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ / REFERENCES

1. Koryta J. (1982) *Ions, Electrodes and Membranes*. John Wiley, New York.
2. Florido A. (1988) *Dynamic Characteristics of Ion-Selective Electrodes*. CRC Press, Boca Raton, FL.
3. Svehla C. (1981) *Comprehensive Analytical Chemistry*. Elsevier, New York.
4. Tsupmura Y., Sunagawa T., Yokoyama M. and Kimura K. (1996) Sodium ion-selective electrodes based on siliconerubber membranes covalently incorporating neutral carriers. *Analyst* 121, 1705–1709.
5. Qin Y., Peper S. and Bakker E. (2002) Plasticizer-free polymer membrane ion-selective electrodes containing methacrylic copolymer matrix. *Electroanalysis* 14, 1375–1381.
6. Yun S.Y., Hong, Y.K., Oh B.K., Cha G.S. and Nam H. (1997) Potentiometric properties of ion-selective electrodes membranes based on segmented polyether urethane matrices. *Anal. Chem.* 69, 868–873.
7. Horvai G., Graf E., Toth K., Pungor E. and Buck R.P. (1986) Plasticized poly(vinyl chloride) properties and characteristics of valinomycin electrodes. 1. High frequency resistance and dielectric properties. *Anal. Chem.* 58, 2735–2740.
8. Toth K., Graf E., Horvai G., Pungor E. and Buck R.P. (1986) Plasticized poly(vinyl chloride) properties and characteristics of valinomycin electrodes. 2. Low frequency, surface rate and working impedance characteristics. *Anal. Chem.* 58, 2741.
9. Arada-Perez M.A., Marin L.P., Quintana J.C. and Yazdani-Pedram M. (2003) Influence of different plasticizers on the response of chemical sensors based on polymeric membranes for nitrate ion determination. *Sens. Actuators B* 89, 262–268.

10. Craggs A., Keil L., Moody G.J. and Thomas J.D.R. (1975) Evaluation of solvent mediators for ion-selective electrode membranes based on calcium bis (alkylphosphate) sensors trapped in poly (vinyl chloride) matrixes. *Talanta* 22, 907–910.
11. Sakaki T., Harada, T., Deng G., Kawabata H., Kawahara Y. and Shinkai S. (1994) On the selection of the optimal plasticizer for calix[n]arene-based ion-selective electrodes: Possible correlation between the ion selectivity and the “softness” of plasticizer. *J. Inclusion Phenom.* 15, 285–392.
12. Ammann D., Pretsch E., Simon W., Lindler E., Bezegh A. and Pungor E. (1985) Lipophilic salts as membrane additives and their influence on the properties of macro and micro-electrodes based on neutral carriers. *Anal. Chim. Acta* 171, 119–129.
13. Gehring P., Morf W.E., Welty M., Pretsch E. and Simon W. (1990) Catalysis of ion transfer by tetraphenylborates in neutral carrier-based ion-selective electrodes. *Helv. Chim. Acta* 73, 203–212.
14. Rosatzin T., Bakker E., Suzuki K. and Simon W. (1993) Lipophilic and immobilized anionic additives in solvent polymeric membranes of cation-selective chemical sensors. *Anal. Chim. Acta* 280, 197–208.
15. Wakida S., Masadome T., Imato T., Shibutani Y., Yakabe K., Shono T. and Asano Y. (1999) Additive-salt effect on low detection limit and slope sensitivity in response of potassium and sodium-selective neutral carrier based electrodes and their liquid-membrane based ion-sensitive field-effect transistor. *Anal. Sci.* 15, 47–51.
16. Helfferich F. (1962) *Ion-Exchange*. McGraw-Hill, New York.
17. Moody G.J. and Thomas J.D.R. (1972) Development and publication of work with selective ion-sensitive electrodes. *Talanta* 19, 623–639.
18. Bailey P.L. (1980) *Analysis with Ion-Selective Electrodes*, 2nd ed. Heyden & Son, London.
19. Harrell J.B., Jones A.D. and Choppin G.R. (1969) A liquid ion exchange membrane electrode for polyvalent cations. *Anal. Chem.* 41, 1459–1462.
20. Ebdon L., Ellis A.T. and Corfield S.C. (1982) Ion-selective polymeric-membrane electrodes with immobilised ionexchange sites. Part II. Selectivity of and application studies on a calcium electrode. *Analyst* 107, 288–294.
21. Glazier S.A. and Arnold M.A. (1991) Selectivity of membrane electrodes based on derivatives of dibenzyltin dichloride. *Anal. Chem.* 63, 754–759.
22. Umezawa Y., Kataoka M., Takami W., Kimura E., Koike T. and Nada H. (1988) Potentiometric adenosinetriphosphate polyanion sensor using a lipophilic macrocyclic polyamine liquid membrane. *Anal. Chem.* 60, 2392–2396.
23. Jain A.K., Jain P. and Singh L.P. (1995a) A solid membrane sensor for chromate ions. *Sens. Actuators B* 25, 729–732.
24. Jain A.K., Gupta V.K., Sahoo B.B. and Singh L.P. (1995b) Copper(II)-selective electrodes based on macrocyclic compounds. *Anal. Proc.* 32, 99–101.
25. Rechnitz G.A., Kresz M.R. and Zamochnick S.B. (1966) Analytical study of an iodide-sensitive membrane electrode. *Anal. Chem.* 38, 973–976.
26. Gadzekpo V.P. and Christian G.D. (1984) Determination of selectivity coefficients of ion-selective electrodes by a matched-potential method. *Anal. Chim. Acta* 164, 279–282.
27. Umezawa Y., Buhlmann P., Umezawa K., Tohda K. and Amemiya S. (2000) Potentiometric selectivity coefficients of ion selective electrodes. *Pure Appl. Chem.* 72, 1851–2082.
28. Umezawa Y., Umezawa K. and Sato H. (1995) Selectivity coefficients for methods for reporting K<sub>Pot</sub> (A,B) values ion-selective electrodes. *Pure Appl. Chem.* 67, 507–518.
29. Thomas J.D.R. (ed.) (1978–1992) *Ion-Selective Electrode Reviews*, vols. 1–14. Pergamon Press, Oxford, UK.
30. Eisenman G. (1967) *Glass Electrodes for Hydrogen and Other Cation*. Marcel Dekker, New York.
31. Eisenman G. (1972 and 1973) *Membranes*, vols. 1 and 2. Marcel Dekker, New York.
32. Durst R.A. (1969) *Ion-Selective Electrode*. Natl. Bur. Stds. Special Publ., Washington, DC.
33. Moody G.J. and Thomas J.D.R. (1971) *Selective Ion Sensitive Electrodes*. Mellow, Watford, England.
34. Lakshminarayanaiah N. (1976) *Membrane Electrodes*. Academic Press, New York.
35. Bloch R. and Lobel E. (1976) Mechanism of a polymeric valinomycin-based potassium specific electrode, *J. Membrane Sci.* 1, 223–235.
36. Vesely J., Weiss D. and Stulik K. (1977) *Analysis with Ion-Selective Electrodes*. John Wiley, New York.
37. Freiser H. (1978) *Ion-Selective Electrodes in Analytical Chemistry*, Vols. 1 and 2. Plenum Press, New York.
38. Diamond D. (1998) *Principles of Chemical and Biological Sensors*. Wiley-Interscience, New York.
39. Harsanyi G. (2000) *Sensors in Biomedical Applications*. CRC Press, Boca Raton, FL.
40. Stefan R.I. and Van Stead J.F. (2001) *Electrochemical Sensors in Bioanalysis*. Marcel Dekker, New York.
41. Fry C. and Langley S.E.M. (2001) *Ion-Selective Electrodes for Biological Systems*. Taylor & Francis, Amsterdam.
42. V. K. Gupta L. P. Singh. *Electrochemical Sensors for Liquid Environments*. In *Chemical Sensors: Comprehensive Sensors Technologies*. Volume 5: Electrochemical and Optical Sensors Copyright © Momentum Press®, LLC, 2011. 

Отримано / received: 28.07.2015.

Стаття рекомендована до публікації д.т.н., проф. В.А. Кельманом (Україна).

Prof. V.A. Kelman, D. Sc. (Techn.), Ukraine, recommended this article to be published.





**О. Зайцева**, кандидат технічних наук, заступник начальника відділу,  
**О. Ісхакова**, провідний інженер, відповідальний секретар Оргкомітету конференції,  
 ДП «Укрметртестстандарт», м. Київ

**Д**осягнення у сфері обліку теплоти та води, виявлення проблем у цій сфері, встановлення шляхів їх розв'язання — така тематика IX Міжнародної науково-практичної конференції «Проблеми обліку теплоти та води», проведеної Мінекономрозвитку України спільно з ДП «Укрметртестстандарт» у Києві з 8 до 11 червня 2015 року.

У її роботі взяли участь фахівці міністерства, державних підприємств, що належать до сфери його управління, Національної академії наук (НАН) України, житлово-комунальних господарств (ЖКГ), підприємств-виробників засобів обліку, тепло- і водопостачальних організацій України та Молдови. Заслухано й обговорено 17 доповідей.

Інтерес учасників викликала інформація щодо прийняття нової редакції Закону України «Про метрологію та метрологічну діяльність» (Закону), висвітлена в доповідях заступника начальника управління метрології департаменту технічного регулювання Мінекономрозвитку — начальника відділу законодавчої метрології Л.М. Краснох та заступника генерального директора ДП «Укрметртестстандарт» Ю.В. Кузьменка.

Нова редакція Закону гармонізує положення національного Закону з положеннями законодавства Європейського Союзу в сфері метрології і викладена відповідно до вимог директиви Міжнародної організації законодавчої метрології OIML D1 «Розгляд Закону про метрологію». Передбачається звуження сфери нормативного регулювання метрологічної діяльності, розмежування регуляторних, наглядових та господарських функцій у сфері метрології, розмежування адміністративних та господарських послуг, спрощення доступу засобів вимірювальної техніки (ЗВТ) на світовий та український ринки шляхом запровадження процедури оцінки відповідності останніх на відповідність технічним регламентам.

У доповідях розглянуто питання простежуваності та калібрування, методики вимірювань у сфері за-

конодавчо регульованої метрології та повноважень центральних органів виконавчої влади (ЦОВВ), інших державних органів щодо уповноваження підприємств та організацій, їхніх відокремлених підрозділів та фізичних осіб — підприємців на проведення певних вимірювань, не пов'язаних з оцінкою відповідності продукції, процесів та послуг, у сфері законодавчо регульованої метрології. Розглянуто також процедуру оцінки відповідності ЗВТ, у тому числі первинної повірки та затвердження їх типу, визнання результатів метрологічних робіт, проведених в інших державах.

Основним принципам і підходам у формуванні переліку категорій законодавчо регульованих ЗВТ присвятив свою доповідь М.С. Жалдак — заступник директора Інституту метрологічної служби України ДП «Укрметртестстандарт». Основою формування переліку є сфери законодавчо регульованої метрології, встановлені у Законі. Перелік категорій законодавчо регульованих ЗВТ, що підлягають періодичній повірці, встановлюється Кабінетом Міністрів України і включає 80 категорій ЗВТ. За формування переліку проаналізовано аналогічні переліки у країнах-членах ЄС. Так, наприклад, в Австрії — 38 категорій, Данії — 11, Чехії — 37, Франції — 37, Німеччині — 43, Литві — 15, Румунії — 33, Словаччині — 49, Швеції — 9, Великій Британії — 34.

Міжповірочні інтервали законодавчо регульованих ЗВТ затверджуються ЦОВВ, що формує державну політику у сфері метрології. Міжповірочні інтервали окремих категорій такі:

- лічильники води — 4 роки;
- лічильники газу — 2 роки (кл. 1,0) і 4 роки (кл. 1,5);
- теплотічильники — 4 роки;
- лічильники електричної енергії — від 4 до 16 років.

Проблеми і перспективи економії паливно-енергетичних ресурсів у ЖКГ, оснащення житлового фонду засобами обліку води і теплової енергії

висвітлив голова Асоціації підприємств будівництва та ЖКГ України Г.В. Горбачов. Діяльність Асоціації спрямована на підвищення ефективності енергозощадження шляхом упровадження приладів обліку холодної та гарячої води і теплової енергії, сучасних технологій будівництва, а також розвитку нормативної та законодавчої бази у зазначеному напрямку.

Визначенню та аналізу показників ефективності централізованої системи тепlopостачання та будівель, основними з яких є енергоефективність, якість та надійність тепlopостачання, присвятив свою доповідь провідний науковий співробітник Інституту газу НАН України Є.Є. Нікітін. Зацікавленість викликала запропонована методика визначення теплових втрат у теплових мережах за показаннями приладів обліку теплової енергії, встановлених на джерелі тепла та у споживачів.

Начальник відділу ДП «Укрметртестстандарт» С.В. Ціпоренко представив основні положення Закону України «Про технічні регламенти та оцінку відповідності», який встановлює на основі положень Угоди про технічні бар'єри у торгівлі єдині правові та організаційні засади діяльності у сфері технічного регулювання шляхом консолідації в окремому законодавчому акті норм Законів України «Про підтвердження відповідності», «Про стандарти, технічні регламенти та процедури оцінки відповідності» та Декрету Кабінету Міністрів України від 10.05.1993 № 46-93 «Про стандартизацію і сертифікацію». Прийнятий Закон передбачає встановлення єдиних правових та організаційних засад розроблення, прийняття та застосування технічних регламентів і процедур оцінки відповідності, а також здійснення оцінки відповідності.

Старший науковий співробітник Інституту технічної теплофізики НАН України С.І. Ковтун ознайомила учасників конференції із завданнями енергозощадження у житлово-комунальній та будівельній галузях. Зменшенню теплових втрат через огорожувальні конструкції будівель та споруд сприяє впровадження заходів, які можна застосовувати на основі фактичних значень теплофізичних характеристик огорожувальних конструкцій, установлених під час теплотехнічних обстежень. Підвищення точності вимірювань у процесі обстеження дозволить отримати достовірну інформацію стосовно стану теплозахисту будівлі та реальних теплових втрат через огорожувальну конструкцію.

Велику зацікавленість викликали доповіді вітчизняних виробників приладів обліку.

Представник ТОВ «СЕА Електротехніка», м. Київ, В.М. Чорний розповів про роботи підприємства

в частині розроблення методів і засобів формування інтегрального балансу перетоків води у міських мережах водопостачання. Створена на підприємстві автоматизована система обліку води дозволяє здійснювати оперативний контроль споживання води та автоматичне формування балансу води за районами та водним господарством в цілому.

Питанням метрологічного забезпечення засобів вимірювання витрати води присвятив доповідь директор ПрАТ «Енергооблік», м. Харків, А.А. Стеценко. Створену на підприємстві автоматизовану повірочну установку можна застосовувати як робочий еталон 1-го розряду для проведення повірки та калібрування витратомірів і лічильників води.

Директор ТОВ «НВП «Техприлад», м. Київ, П.Г. Головачев представив учасникам конференції автоматизовану систему комерційного обліку енергоресурсів. Централізований комплексний облік води та теплоти на вводах до будинків сприяє раціональному використанню води.

Достовірність результатів вимірювання об'єму холодної та гарячої води, а також теплоти на опалювання підтверджується періодичною повіркою засобів обліку. Досвідом організації та проведення повірки лічильників холодної та гарячої води на місці експлуатації в Києві поділився директор ТОВ «НВП «Центр енергообліку» В.С. Лабунський.


Щодо стану метрологічного забезпечення обліку теплоти і води в Україні та нового підходу до калібрування ЗВТ, а також повірки теплолічильників і лічильників води, зокрема, єдиних теплолічильників та ЗВТ служби заправлення повітряних суден йшлося у доповідях фахівців ДП «Укрметртестстандарт».

За результатами роботи конференції прийнято такі рішення:

- \* забезпечити виконання положень нової редакції Закону України «Про метрологію та метрологічну діяльність», врахувавши наявну метрологічну та промислово-виробничу базу національної економіки України;

- \* проводити моніторинг щодо теплозабезпечення будівельних конструкцій, визначення втрат теплоти з використанням сучасних ЗВТ та розроблених у встановленому порядку методик виконання вимірювань;

- \* продовжити роботи із забезпечення єдності вимірювань у сфері обліку теплоти та води щодо вдосконалення еталонної, нормативної та методичної баз;

- \* провести у 2017 році чергову науково-практичну конференцію з проблем метрологічного забезпечення обліку теплоти та води. 

## VI МІЖНАРОДНИЙ КОНКУРС «КРАЩИЙ МОЛОДИЙ МЕТРОЛОГ КООМЕТ-2015»



**17—18** червня 2015 року в ДП «Укрметртестстандарт» відбувся VI Міжнародний конкурс «Кращий молодий метролог КООМЕТ-2015» Євро-Азійського співробітництва державних метрологічних установ (КООМЕТ) — однієї з п'яти регіональних метрологічних організацій світу.

Претенденти на участь у конкурсі — фахівці у віці до 35 років, які виконують роботи у сфері наукової й прикладної метрологічної діяльності в національних метрологічних інститутах або інших метрологічних установах, незалежно від ученого ступеня й посади в організації.

У конкурсі взяли участь 13 молодих метрологів з 7 країн: Республіки Білорусь, Республіки Казахстан, Киргизької Республіки, Республіки Молдова, Грузії, Узбекистану, України. Подані наукові праці конкурсантів охоплювали сфери як науково-дослідної, так і прикладної метрології.

Україну на конкурс представили молоді фахівці ННЦ «Інститут метрології» (м. Харків) та ДП «Укрметртестстандарт» (м. Київ).

До складу журі конкурсу входили провідні метрологи з Інституту метрології (Словаччина), РТВ (Німеччина), Білоруського державного інституту метрології (Республіка Білорусь), ННЦ «Інститут метрології» та ДП «Укрметртестстандарт» (Україна).



Переможцем Конкурсу став і отримав Диплом I ступеня **Дмитро Скумс**, інженер I категорії Республіканського унітарного підприємства «Білоруський державний інститут метрології» (Республіка Білорусь), якому присвоєно звання «Кращий молодий метролог КООМЕТ-2015».

Друге почесне місце із врученням Диплomu II ступеня посіла **Ірина Маринушкина**, лаборант-дослідник Федеральної державної автономної освітньої установи вищої освіти «Національний дослідницький Томський політехнічний університет», громадянка Республіки Казахстан.

Третє почесне місце виборів і отримав Диплом III ступеня **Станіслав Карпенко**, начальник науково-дослідної лабораторії державних еталонів одиниць електричних величин ДП «Укрметртестстандарт», — уперше серед учасників від України. Так високо журі конкурсу оцінило його роботу «Дистанційне калібрування прецизійних робочих еталонів електричної потужності на промислових частотах».

Дипломом за Кращу доповідь англійською мовою відзначено **Вікторію Казієву**, менеджера з якості Інституту метрології Національного агентства зі стандартів і метрології (Грузія), а додатковим призом «За волю до перемоги» — **Тамару Савіну**, головного фахівця лабораторії температури Управління національних еталонів Центру зі стандартизації й метрології при Міністерстві економіки (Киргизька Республіка).

Журі конкурсу відзначило високий рівень робіт молодих метрологів.

Учасники конкурсу й члени журі відвідали метрологічні лабораторії ДП «Укрметртестстандарт» і ознайомилися з основними напрямками й результатами метрологічної діяльності Центру.

(За матеріалами ДП «Укрметртестстандарт»)



## 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. Ліцензія МОН України серія № 636067 від 10.03.2015 р. Після успішного закінчення курсу слухачі отримують посвідчення чи посвідчення з сертифікатом ДП «УкрНДНЦ».

## План набору слухачів на II півріччя 2015 року

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	07.12 — 18.12
1.1.1	спеціалізованих засобів вимірювань геометричних величин на залізничному транспорті	07.12 — 11.12
1.1.2	колієвимірювальних шаблонів	07.12 — 11.12
1.1.3	шаблонів вагонного господарства	07.12 — 11.12
1.2	механічних величин	07.12 — 18.12
1.2.1	маси	07.12 — 11.12
1.3	параметрів потоку, витрат, рівня та об'єму речовин	у міру комплектування, 2 тижні
1.3.1	маси, об'єму, місткості та витрати	у міру комплектування, 2 тижні
1.3.2	маси, об'єму, місткості	у міру комплектування, 2 тижні
1.3.3	об'єму, місткості	у міру комплектування, 2 тижні
1.4	температури, тиску, витрати	09.11 — 20.11
1.4.1	температури, тиску	09.11 — 20.11
1.4.2	тиску	09.11 — 13.11
1.5	електричних величин	21.09 — 02.10
1.5.1	електричних величин на залізничному транспорті	21.09 — 25.09
1.6	радіотехнічних величин	21.09 — 02.10
1.6.1	радіотехнічних величин на залізничному транспорті	21.09 — 25.09
	2. Підвищення кваліфікації фахівців за курсами:	
2.1	Забезпечення єдності вимірювань на підприємстві	12.10 — 23.10; 19.10 — 30.10
2.1	Забезпечення єдності вимірювань на підприємстві (з д/р)	12.10 — 16.10; 19.10 — 23.10
2.2	Метрологічна експертиза технічної документації	12.10 — 23.10; 19.10 — 30.10
2.3	Забезпечення єдності вимірювань в закладах охорони здоров'я	12.10 — 16.10; 19.10 — 23.10
2.4	Забезпечення єдності вимірювань ВК ВІС та АСК ТП. Метрологічний контроль ВК	12.10 — 23.10; 19.10 — 30.10
2.5	Забезпечення єдності вимірювань в калібрувальних та вимірювальних лабораторіях	12.10 — 16.10; 19.10 — 23.10; 07.12 — 11.12
2.5.1	Забезпечення відповідності калібрувальних та вимірювальних лабораторій критеріям атестації в ДМС, підготовка до атестації	12.10 — 16.10; 19.10 — 23.10; 07.12 — 11.12
2.6	Забезпечення єдності вимірювань при проведенні контролю колісних транспортних засобів	06.07 — 10.07
2.6.1	Забезпечення єдності вимірювання димності відпрацьованих газів двигунів автомобілів згідно з ДСТУ 4276:2004	06.07 — 10.07;
2.7	Забезпечення єдності вимірювання та обліку витрат енергоносіїв	30.11 — 04.12;
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	30.11 — 04.12;
2.7.3	Основні методи та засоби вимірювання витрати та кількості газу на підприємствах постачання газу споживачам. Калібрування та повірка ЗВТ	30.11 — 04.12;
2.8	Розробка та атестація методик виконання вимірювань. Оцінка похибки та невизначеності вимірювань	09.11 — 13.11
2.9	Технічне регулювання в Україні	14.09 — 18.09
2.10	Розробка і впровадження систем управління якістю	26.10 — 30.10
2.10.1	Забезпечення функціонування систем управління якістю та проведення внутрішнього аудиту	26.10 — 30.10
2.11	Стандартизація, розробка та впровадження нормативних документів	14.09 — 18.09
2.12	Тепловізійні вимірювання. Тепловізійні методи контролю і діагностики	23.11 — 27.11; 07.12 — 11.12
2.13	Проведення вимірювань та випробувань електротехнічними лабораторіями	21.09 — 25.09; 07.12 — 11.12
2.14	Внутрішній аудит в лабораторіях за ДСТУ ISO/IEC 17025:2006	17.08 — 21.08; 02.11 — 06.11 та в міру комплектування, 1 тиждень
2.15	Вимоги до калібрувальних та випробувальних лабораторій відповідно до ДСТУ ISO/IEC 17025:2006. Внутрішній аудит в лабораторіях	17.08 — 21.08; 02.11 — 06.11 та в міру комплектування, 1 тиждень
2.15.1	Вимоги до калібрувальних лабораторій відповідно до ДСТУ ISO/IEC 17025:2006. Оцінювання невизначеності вимірювань.	02.11 — 06.11 та в міру комплектування, 1 тиждень
2.15.2	Вимоги до випробувальних лабораторій відповідно до ДСТУ ISO/IEC 17025:2006. Оцінювання невизначеності вимірювань.	02.11 — 06.11 та в міру комплектування, 1 тиждень
	3. Тематичні семінари:	
3.1	Особливості забезпечення єдності вимірювань в сучасних умовах. Нова редакція Закону України «Про метрологію та метрологічну діяльність».	13.10 — 14.10; 21.10 — 22.10
3.2	Стандартизація. Актуальні питання сьогодення. Вимоги Закону України «Про стандартизацію».	15.09 — 16.09
	4. Підготовка кандидатів в аудитори:	
4.1	Підготовка кандидатів в аудитори з оцінки відповідності продукції за технічними регламентами (1-й модуль)	14.09 — 19.09
4.2	Підготовка кандидатів в аудитори з оцінки відповідності продукції за технічними регламентами (2-й модуль)	у міру комплектування, 4 дні

Заявки на навчання надсилати 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