



МИР

метрологии

В.Г. Лукашкин,
М.Ф. Булатов

Эталоны и стандартные
образцы в измерениях
неэлектрических
величин

Справочное пособие

ТЕХНОСФЕРА
Москва
2019

*Издано при финансовой поддержке
Федерального агентства по печати и массовым коммуникациям*

УДК 621.37 (075.8)

ББК 30.10я73

Л-38

Рецензент:

Лысенко В.Г. – д.т.н., профессор. Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы (ВНИИМС)

Л-38 Лукашкин В.Г., Булатов М.Ф.

Эталоны и стандартные образцы в измерениях неэлектрических величин.

Справочное пособие

М.: ТЕХНОСФЕРА, 2019. – 672 с. ISBN 978-5-94836-556-5

В справочном пособии рассмотрены современные методы измерений и контроля широкого ряда неэлектрических величин, включая физико-химические преобразователи и аналитические приборы. С учетом переопределения основных величин через фундаментальные физические константы (ФФК) рассматривались только вторичные и рабочие эталоны, для которых приведены метрологические характеристики, расчетные соотношения и методы технической реализации. Даны нормативные документы и порядок разработки стандартных образцов. Проанализированы вопросы автоматизации измерений для систем удаленного сбора информации с интеллектуальных преобразователей с использованием AS-интерфейса и HART-протокола. Представлены автоматизированные поверочные установки и методы расчета погрешностей измерений.

Пособие будет интересно для специалистов, занимающихся вопросами разработки, производства и оценки качества средств измерений, контроля и испытаний, а также для студентов и аспирантов вузов метрологических и приборостроительных специальностей.

УДК 621.37 (075.8)

ББК 30.10я73

© В.Г. Лукашкин, М.Ф. Булатов, 2019

© АО «РИЦ «ТЕХНОСФЕРА», оригинал-макет, оформление, 2019

ISBN 978-5-94836-556-5

Содержание

Содержание	3
Введение	10
Глава 1. Общие вопросы измерений и контроля неэлектрических величин	12
1.1. Классификация неэлектрических величин.....	12
1.2. Особенности измерений неэлектрических величин электрическими методами.....	14
1.2.1. Условные обозначения измерительных преобразователей и стандартизация выходных сигналов.....	14
1.2.2. Нормализация выходных сигналов измерительных преобразователей.....	18
1.3. Физико-химические преобразователи аналитических приборов.....	23
1.3.1. Основные положения и классификация.....	23
1.3.2. Принципы построения измерительных ячеек аналитических приборов.....	26
1.4. Эталонные измерительные преобразователи.....	29
1.5. Автоматизация сбора измерительной информации.....	32
1.5.1. AS-интерфейс.....	32
1.5.2. HART-протокол.....	34
1.5.3. Локальная промышленная сеть PROFIBUS.....	36
Глава 2. Стандартные образцы в измерениях неэлектрических величин	39
2.1. Основные определения и термины.....	39
2.2. Метрологические характеристики стандартных образцов. Аттестация образцов и сопровождающих документов.....	44
2.3. Особенности конструктивного исполнения СО.....	46
2.4. Классификация методов анализа состава и свойств веществ.....	48
2.4.1. Гравиметрические (весовые) методы анализа.....	51
2.4.2. Титриметрические методы анализа.....	53
2.5. Формирование проб стандартных образцов.....	57
2.6. Оценка метрологических характеристик стандартных образцов.....	59
2.7. Порядок разработки стандартных образцов.....	63
Глава 3. Измерение и контроль линейных размеров	66
3.1. Общие сведения.....	66
3.2. Государственные поверочные схемы для средств измерений времени, частоты и длины.....	67
3.2.1. Государственная поверочная схема ГОСТ Р 8.763-2011.....	67
3.2.2. Государственная поверочная схема ГОСТ Р 8.750-2011.....	70
3.3. Измерение размеров в области нано- и микрометрового диапазонов.....	71
3.3.1. Основные нормативно-технические документы.....	71
3.3.2. Измерительные оптические и электронные микроскопы.....	72

3.3.3. Атомно-силовые и туннельные микроскопы.....	78
3.3.4. Эталонная база средств измерений в нано- и микрометровом диапазонах линейных размеров.....	81
3.4. Измерение параметров шероховатости поверхности.....	86
3.4.1. Основные нормативные документы и методы измерений.....	86
3.4.2. Контактные и бесконтактные средства измерений шероховатости.....	89
3.4.3. Стандартные образцы шероховатости поверхности и штриховые меры шероховатости.....	93
3.4.4. Государственная поверочная схема для средств измерений шероховатости.....	95
3.5. Измерение толщины защитных покрытий.....	98
3.5.1. Основные сведения и нормативные документы.....	98
3.5.2. Методы измерений толщины покрытий.....	100
3.5.3. Государственная поверочная схема для средств измерений толщины покрытий.....	109
3.5.4. Меры толщины покрытий и схемы измерений.....	112
3.6. Измерение и контроль линейных размеров в машиностроении.....	115
3.6.1. Измерительные преобразователи и приборы.....	115
3.6.2. Координатные измерительные машины.....	140
3.6.3. Метрологическое обеспечение средств измерений линейных размеров в машиностроении.....	143
3.7. Геодезические и спутниковые дальномерные измерения.....	148
3.7.1. Общие сведения.....	148
3.7.2. Геодезические измерительные приборы.....	151
3.7.3. Спутниковая геодезия.....	159
3.7.4. Метрологическое обеспечение геодезических измерений.....	163
3.7.5. Методика поверки электронных тахеометров.....	168
Глава 4. Измерение и контроль угловых размеров.....	172
4.1. Общие сведения. Методы измерений.....	172
4.2. Измерительные преобразователи и приборы для измерений угловых размеров.....	176
4.2.1. Электромеханические преобразователи угловых перемещений.....	176
4.2.2. Гироскопические угловые преобразователи.....	178
4.2.3. Поворотные шифраторы.....	181
4.2.4. Лазерные гониометрические измерители угловых перемещений.....	186
4.3. Государственная поверочная схема для средств измерений плоского угла и нормативные документы.....	188
Глава 5. Измерение и контроль механических величин.....	194
5.1. Механика и механические физические величины.....	194
5.2. Измерение массы и веса.....	195

5.2.1. Общие сведения и нормативные документы.....	195
5.2.2. Виды весоизмерительных преобразователей.....	199
5.2.3. Классификация и метрологические характеристики весоизмерительных приборов.....	203
5.2.4. Классы и разряды эталонных и рабочих весоизмерителей.....	205
5.2.5. Поверка весоизмерительных приборов.....	210
5.2.6. Классификация и нормы точности измерительных мер массы.....	211
5.2.7. Поверка эталонных и рабочих гирь.....	214
5.3. Измерение силы.....	215
5.3.1. Измерительные преобразователи и приборы.....	215
5.3.2. Динамометрические установки и машины.....	219
5.3.3. Эталонные динамометры.....	221
5.3.4. Методы поверки испытательных машин.....	223
5.4. Измерение крутящих моментов сил.....	224
5.4.1. Общие сведения.....	224
5.4.2. Измерительные преобразователи крутящих моментов.....	226
5.4.3. Нормативные документы и государственная поверочная схема.....	229
5.5. Измерение линейных и угловых скоростей и ускорений.....	231
5.5.1. Общие сведения.....	231
5.5.2. Средства измерений линейных и угловых скоростей и ускорений.....	234
5.6. Измерение и контроль параметров вибраций.....	244
5.6.1. Общие сведения.....	244
5.6.2. Измерительные преобразователи виброперемещений, виброскоростей и виброускорений.....	246
5.6.3. Методы вибрационной диагностики.....	250
5.6.4. Принципы построения портативных приборов вибродиагностики.....	252
5.6.5. Цифровые стендовые комплексы вибродиагностики авиационных двигателей.....	256
5.6.6. Метрологическое обеспечение приборов и систем для измерений параметров вибраций.....	259
5.7. Методы и средства испытаний изделий и материалов на механические воздействия.....	267
5.7.1. Испытание изделий на вибрационные нагрузки.....	267
5.7.2. Средства испытаний материалов на растяжение и сжатие.....	271
5.7.3. Средства испытаний материалов на твердость и упругость.....	276
Глава 6. Измерение и контроль времени.....	287
6.1. Общие сведения и шкалы времени.....	287
6.2. Методы и средства измерений времени.....	289
6.3. Метрологическое обеспечение средств измерений времени и частоты.....	294
6.3.1. Технические средства метрологического обеспечения.....	294

6.3.2. Основные нормативно-технические документы и государственная поверочная схема.....	301
Глава 7. Измерение и контроль оптических величин.....	305
7.1. Общие сведения.....	305
7.2. Средства измерений оптических величин.....	311
7.3. Методы измерений параметров взаимодействия оптического излучения с объектами контроля.....	315
7.4. Метрологическое обеспечение оптических измерений.....	324
7.4.1. Основные нормативно-технические документы.....	324
7.4.2. Технические средства метрологического обеспечения.....	326
7.4.3. Государственная поверочная схема для средств измерений световых величин непрерывного и импульсного излучения.....	332
Глава 8. Измерение температуры и теплофизических величин.....	334
8.1. Основные определения и понятия термометрии.....	334
8.2. Температурные шкалы.....	338
8.3. Нормативно-технические документы.....	341
8.3.1. Государственные стандарты и методические указания.....	341
8.3.2. Государственная поверочная схема для средств измерений температуры.....	342
8.3.3. Государственная поверочная схема для средств измерения теплопроводности твердых тел в диапазоне от 0,02 до 20 Вт/(м·К) при температуре от 90 до 1100 К.....	350
8.4. Методы измерений температуры и теплофизических величин.....	351
8.4.1. Общие сведения.....	351
8.4.2. Нормализация выходных сигналов преобразователей температуры.....	353
8.4.3. Контактные методы измерения температуры.....	355
8.4.4. Датчики температуры с цифровым выходным сигналом и программным управлением.....	361
8.4.5. Цифровые термометры и измерители влажности.....	363
8.4.6. Бесконтактные методы измерения температуры.....	368
8.5. Методы измерений теплопроводности и теплоемкости.....	377
8.6. Теплосчетчики.....	383
8.7. Автоматические регуляторы температуры.....	387
8.8. Технические средства метрологического обеспечения и методы поверки.....	395
8.8.1. Прецизионные средства воспроизведения температуры.....	395
8.8.2. Структурное построение и метрологические характеристики калибраторов температуры.....	401
8.8.3. Поверка и оценка погрешностей калибраторов температуры.....	407
8.8.4. Методы поверки измерительных преобразователей температуры.....	411

8.8.5. Методика поверки теплосчетчиков и оценка погрешностей	414
8.8.6. Градуировка тепломеров по черному или серому телу	421
8.8.7. Методика поверки измерительных тепловизоров	423
8.8.8. Градуировка низкотемпературных термометров в реперных точках шкалы МТШ-90	429
Глава 9. Измерение и контроль давления	434
9.1. Виды измеряемых давлений и единицы измерений	434
9.2. Методы измерений и классификация средств измерений давления	437
9.3. Нормативно-технические документы в области измерений давления и силы	443
9.3.1. Государственные стандарты и методические указания	443
9.3.2. Государственная поверочная схема для средств измерений избыточного давления до 250 МПа	445
9.3.3. Примеры построения локальных поверочных схем	448
9.4. Средства измерений и контроля давления	451
9.4.1. Датчики давления с унифицированными выходными сигналами	451
9.4.2. Интеллектуальные преобразователи давления	457
9.4.3. Автономные измерители давления	459
9.5. Технические средства метрологического обеспечения и методы поверки	462
9.5.1. Устройство и принцип действия датчиков давления и разряджения	462
9.5.2. Эталонные датчики давления серии «Воздух»	464
9.5.3. Контроллеры и портативные калибраторы давления	468
9.5.4. Эталонные грузопоршневые манометры	473
9.5.5. Поверка датчиков давления с унифицированными выходными сигналами	476
9.5.6. Определение основной погрешности и вариации выходного сигнала датчика	480
Глава 10. Измерение и контроль расхода жидкостей и газов	486
10.1. Основные понятия и определения расходомерии	486
10.2. Методы измерений и преобразователи расхода	487
10.2.1. Классификация методов измерений	487
10.2.2. Метод переменного перепада давления	488
10.2.3. Метод постоянного перепада давления	491
10.2.4. Вихревой метод измерения расхода	493
10.2.5. Кориолисовы преобразователи расхода	496
10.2.6. Тахометрические преобразователи расхода	498
10.2.7. Ультразвуковые (акустические) преобразователи расхода	499
10.2.8. Электромагнитные преобразователи расхода	501
10.2.9. Счетчики газа барабанные с жидкостным затвором	503

10.3. Цифровые расходомеры. Технические характеристики.....	504
10.4. Автоматизированная система учета и контроля энергоресурсов «Пульсар».....	508
10.5. Метрологическое обеспечение средств измерений расхода жидкостей и газов.....	509
10.5.1. Нормативно-технические документы.....	509
10.5.2. Государственная поверочная схема для средств измерений объемного и массового расходов воды.....	512
10.5.3. Государственная поверочная схема для средств измерений объемного и массового расходов газа.....	515
10.5.4. Классификация поверочных установок.....	519
10.5.5. Структурное построение проливного эталона единицы массового расхода жидкости.....	520
10.5.6. Определение метрологических характеристик поверочной установки УПСЖ 50/ВМ.....	523
10.5.7. Имитатор расхода «Метран-550ИР».....	528
10.5.8. Поверка вихреакустического преобразователя расхода «Метран-300ПР» имитационным методом.....	530
10.5.9. Методика поверки счетчиков газа.....	535
Глава 11. Измерение уровня жидких и сыпучих материалов.....	539
11.1. Основные методы измерений уровня.....	539
11.2. Нормативно-технические документы. Государственная поверочная схема.....	546
11.3. Контактные уровнемеры промышленной автоматики.....	548
11.4. Бесконтактные интеллектуальные уровнемеры.....	552
11.5. Средства контроля уровня как часть современной АСУ ТП.....	555
11.6. Анализ погрешностей измерения массы нефтепродуктов в резервуарах с использованием измерителей уровня.....	556
Глава 12. Измерение физико-химического состава материалов и веществ.	
Аналитические приборы.....	560
12.1. Общие сведения.....	560
12.2. Термины в области аналитических измерений.....	563
12.3. Измерение водородного показателя рН и концентрации ионов.....	565
12.3.1. Основные определения и шкала рН.....	565
12.3.2. Измерительные электроды рН-метров и иономеров.....	567
12.3.3. Комбинированные измерительные электроды.....	571
12.3.4. Микропроцессорные рН-метры и иономеры.....	575
12.4. Измерение электрической проводимости веществ.....	578
12.4.1. Общие сведения.....	578
12.4.2. Кондуктометрические преобразователи.....	579
12.5. Измерение концентрации растворенного кислорода.....	582



12.6. Универсальные аналитические приборы с электрохимическими датчиками.....	586
12.6.1. Структурные схемы и технические характеристики.....	586
12.6.2. Нормативно-технические документы и государственные поверочные схемы.....	591
12.6.3. Поверочные установки.....	599
12.6.4. Методика поверки и оценка погрешностей.....	604
12.7. Измерение мутности.....	609
12.7.1. Общие сведения.....	609
12.7.2. Методы и средства измерений мутности.....	611
12.7.3. Метрологическое обеспечение средств измерений мутности.....	616
12.8. Измерение и контроль влажности.....	619
12.8.1. Общие сведения.....	619
12.8.2. Методы и средства измерений влажности.....	620
12.8.3. Метрологическое обеспечение средств измерений влажности.....	626
12.9. Измерение и контроль концентрации газов и газовых смесей.....	629
12.9.1. Общие сведения.....	629
12.9.2. Методы и средства измерений концентрации компонентов газовых смесей.....	631
12.9.3. Цифровые многокомпонентные газоанализаторы.....	641
12.9.4. Метрологическое обеспечение газоаналитических приборов.....	645
Заключение.....	647
Приложение 1. Список используемых сокращений.....	650
Приложение 2. Методы поверки средств измерений при передаче размеров единиц величин.....	652
Приложение 3. Особенности построения новых первичных эталонов основных единиц на базе ФФК.....	655
Литература.....	665
Предметный указатель.....	669

Введение

Измерение и контроль широкого набора неэлектрических величин необходимо проводить при решении многих научно-технических, производственных и других народно-хозяйственных задач. В последние годы наряду с традиционными техническими измерениями линейных и угловых размеров, температуры, давления, расхода и уровня особая роль в области измерений неэлектрических величин отводится контролю и анализу физико-химических свойств веществ и материалов. Сейчас такие средства измерений объединены под общим названием «аналитические приборы», эталонной базой которых являются стандартные образцы. Особенно широкое применение современные аналитические приборы находят в нефтегазовой и химической промышленности, в агропромышленном комплексе, в системах экологического мониторинга и медико-биологических исследованиях, средствах неразрушающего контроля и диагностики.

Переход экономики России к рыночным отношениям и ее внедрение в мировое сообщество выдвигает перед метрологическими службами новые задачи, связанные с повышением точности средств измерений неэлектрических величин, достоверности результатов измерений и контроля с учетом зарубежного опыта. Актуальность метрологических задач обусловила необходимость дальнейшего развития как эталонной базы для измерения неэлектрических величин, так и нормативно-технической документации, включая ее гармонизацию. В ближайшие годы намечается *переопределение* основных физических единиц и переход на квантовые первичные эталоны. В соответствии с задачами стратегического развития эталонной базы России до 2025 года основная цель — на достижение единства и требуемой точности измерений для повышения качества контрольно-измерительных процессов и, соответственно, продукции.

Успешное решение данных задач невозможно без внедрения современной эталонной базы и стандартных образцов, цифровых методов обработки сигналов и наукоемкого оборудования в процесс измерения неэлектрических физических величин. Другой важнейшей метрологической задачей является создание оптимальных методик поверки и оценки погрешностей измерения неэлектрических физических величин на основе современной теоретической и экспериментальной базы.

Во второй половине XX века вопросы измерений и контроля неэлектрических величин получили широкое отражение в работах Д. И. Агейкина, Ф. Е. Темникова, В. В. Ключева, А. И. Якушева, А. М. Туричина, П. В. Новицкого, внесших значительный вклад в развитие теории и практики измерений и контроля неэлектрических физических величин. Современный этап развития измерений

и контроля неэлектрических физических величин электрическими методами характеризуется рядом особенностей, к которым можно отнести: применение интеллектуальных преобразователей и контрольно-измерительных средств, использование унифицированных модулей удаленного сбора и обработки информации, внедрение гибкого программного обеспечения и современных сетевых технологий в многоуровневые системы контроля и управления. Стремительное развитие современной радиоэлектроники, цифровой техники и цифровых методов обработки сигналов отражается как на средствах измерений, так и на технических средствах метрологического обеспечения. Созданы новые высокоточные средства измерений неэлектрических величин, эталоны и вспомогательное оборудование. Разработаны стандартные интерфейсы датчиков и помехозащищенные средства передачи данных, существенно упрощающие процессы удаленного сбора измерительной информации и проектирования сложных контрольно-измерительных средств, включая автоматизированные поверочные установки. Появились новые гармонизированные нормативно-технические документы по измерению геометрических величин, физико-химических параметров сред, температуры, давления, расхода и уровня.

Предлагаемая работа составлена с учетом отмеченных выше особенностей развития измерительной техники. Особое внимание уделено задачам метрологического обеспечения, в первую очередь технической реализации вторичных эталонов и стандартных образцов, которые, как правило, недостаточно освещаются в соответствующей литературе.

Представленные материалы составлены с учетом требований государственного образовательного стандарта для студентов вузов метрологических и приборостроительных специальностей и могут быть полезны аспирантам, инженерам и специалистам, занимающимся вопросами разработки, производства и оценки качества средств измерений, контроля и испытаний.

ГЛАВА I

ОБЩИЕ ВОПРОСЫ ИЗМЕРЕНИЙ И КОНТРОЛЯ НЕЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ВЕЛИЧИН

I.1. Классификация неэлектрических величин

В теории измерений понятия величины и измеряемой величины (ИВ) введены для описания и исследования количественных и качественных свойств множества объектов материальных систем. При этом под размером величины понимается *количественная* определенность величины, присущая конкретному материальному объекту или явлению и устанавливаемая измерением размера данной величины в виде числового значения. Свойства материальных величин, которые не имеют размера, устанавливаются измерением *качественных* характеристик по принятым шкалам измерений (шкалы твердости, шкалы цветности, шкалы октановых чисел и т. д.).

Получение количественного значения величины в процессе измерений всегда сопровождается сравнением измеряемой величины с мерой (за исключением первичных референтных методов). В качестве измерительных мер используют эталоны и стандартные образцы с высокоточными метрологическими характеристиками.

В общем случае по принадлежности к физическим процессам также можно выделить две основные группы величин: электрические и неэлектрические. При этом следует отметить, что число подлежащих измерению и контролю различных неэлектрических величин и физико-химических свойств веществ и материалов в науке и технике во много раз больше числа всех возможных электрических и магнитных величин [1]. Поэтому измерение неэлектрических величин и физико-химических свойств веществ и материалов достигло сейчас высокого уровня развития и образует наиболее широкую область измерительной техники,

включая аналитические приборы. Номенклатура данных приборов превышает 1000 наименований, а их действие основано на более 100 физических эффектах. Особенно велика роль высокоточных измерений неэлектрических величин в машиностроении и приборостроении, теплоэнергетике, нефтяной и газовой промышленности, агропромышленном комплексе, экологии, биологии и медицине. Классификацию неэлектрических величин проведем по видам измерений в соответствии с нормативным документом МИ 2314-2006 «Кодификатор групп средств измерений». Данный кодификатор определяет перечень типов средств измерений (СИ) и используется при регистрации приборов, допущенных к практическому применению, в соответствии с Государственным реестром РФ. В принятом документе выделяют следующие виды измерений неэлектрических величин:

- измерения геометрических величин (линейных и угловых размеров);
- измерения механических величин (массы, силы, моментов силы и инерции, скорости, ускорения, работы, энергии, коэффициентов трения и упругости, твердости и др.);
- измерения давления и вакуума;
- измерения параметров потока, расхода и уровня;
- температурные и теплофизические измерения;
- измерения времени и частоты;
- виброакустические измерения;
- оптические и оптико-физические измерения;
- измерение характеристик ионизирующих излучений и ядерных констант;
- измерения медицинского и биологического назначения;
- измерения физико-химического состава и свойств веществ.

Представленная классификация неэлектрических величин (НВ) наиболее полно отражает широту различных видов преобразований измерительной информации, а также существующих групп средств измерений и эталонной базы НВ, каждая из которых по отдельности может являться предметом подробного рассмотрения. Соответственно, в основе построения средств измерений НВ лежит система измерительных преобразователей, которые можно разделить на две большие группы: первичные преобразователи (датчики) и вторичные — для промежуточных, масштабных и оконечных преобразований. Особая роль отводится первичным измерительным преобразователям — датчикам, которые находятся непосредственно на объекте исследования и существенно определяют качество измерительного процесса. По своей сути большинство преобразователей не содержат в своем составе измерительной меры.

1.2. Особенности измерений неэлектрических величин электрическими методами

1.2.1. Условные обозначения измерительных преобразователей и стандартизация выходных сигналов

В настоящее время подавляющее большинство измерительных преобразователей неэлектрических величин имеют на своих выходах сигналы электрического происхождения (аналоговые, дискретные или цифровые). Это обусловлено следующими основными преимуществами электрических сигналов:

- высокая инструментальная точность электрических сигналов, так как измерения проводятся относительно скорости света, измеренной с очень высокой точностью;
- возможность передачи измерительных сигналов на большие расстояния с высокой помехоустойчивостью;
- возможность длительного хранения огромных массивов измерительной информации;
- обеспечение полной автоматизации измерительных процессов;
- получение более простых и надежных конструктивных решений.

Многообразие как неэлектрических, так и электрических преобразований в измерительных процессах НВ и усложнение принципиальных, структурных и функциональных схем, привели к необходимости решения задач условных графических обозначений в схемах и унификации выходных сигналов широкого ряда измерительных преобразователей.

Одна из первых попыток упорядочения условных обозначений элементов электротехнических схем была сделана в 1952 году в виде разработанных междуведомственных нормалей. В последующие годы система графических обозначений элементов электротехнических и радиоэлектронных устройств постоянно совершенствовалась. Так, например, в 1955 году был разработан ГОСТ 7624-55, а затем ГОСТ 7624-62 и ГОСТ 2.702-68. Наконец, в 1971 году была введена Единая система конструкторской документации (ЕСКД), составной частью которой являются государственные стандарты на условные графические обозначения в принципиальных и структурных схемах, соответствующие рекомендациям МЭК. Система ЕСКД обязательна для применения во всех отраслях промышленности. При этом стандарты ЕСКД также непрерывно обновляются, в том числе на радиоэлектронные устройства и приборы. Основопологающая система единых обозначений и определений для составных частей и видов схем,

аналоговых и цифровых радиоэлектронных устройств была дана в стандартах ГОСТ 2.710-81 и ГОСТ 2.701-84.

В соответствии с нормативными документами рекомендуемые условные обозначения первичных измерительных преобразователей (датчиков) показаны на рис. 1.1. В основу обозначения датчиков положен символ в виде квадрата с обозначением направления передачи информации. В квадрате можно указать измеряемый параметр.

Наглядные условные обозначения введены также для вторичных измерительных преобразователей. При этом квадрат разделяют наклонной линией с обозначением преобразуемых величин. Примеры условных обозначений преобразователей приведены на рис. 1.2.

Важнейшей характеристикой любых преобразователей является *функция преобразования*, которая описывает статические свойства преобразователя и представляет зависимость выходного сигнала от входного:

$$y = f(x). \quad (1.1)$$

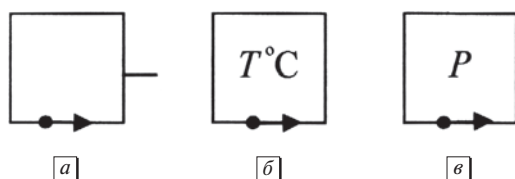


Рис. 1.1. Условные обозначения датчиков неэлектрических величин: *a* — общее обозначение; *b*, *c* — датчики температуры и давления

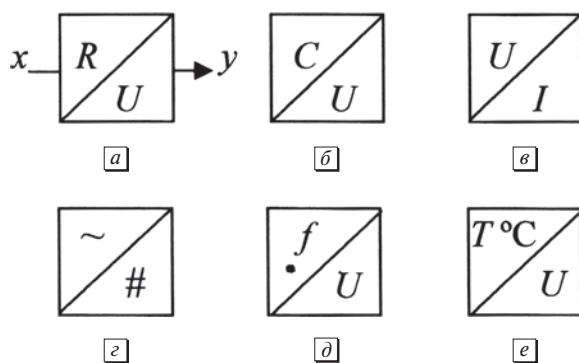


Рис. 1.2. Условные обозначения вторичных измерительных преобразователей: *a* — сопротивление — напряжение; *b* — емкость — напряжение; *c* — напряжение — ток; *d* — аналог — цифра; *e* — частота — напряжение; *f* — температура — напряжение

Общий вид функции преобразования для *аналоговых* преобразователей входных величин показан на рис. 1.3. Погрешность преобразования в данном случае определяется разностью между номинальной (усредненной) характеристикой преобразователя и реальной.

С номинальной функцией преобразования связаны характеристики чувствительности и порога чувствительности. Для линейной функции преобразования, проходящей через начало координат, чувствительность преобразователя определяется отношением $s = y/x = k$, а для нелинейной — как $s_H = \Delta y / \Delta x$.

При дискретном преобразовании входной аналоговой величины в цифровую форму в связи с необходимостью применения операций дискретизации сигнала по времени и квантования по уровню функция преобразования принимает ступенчатый вид [2, 3]. При этом входная аналоговая величина может принимать любые значения $x = X_{\min} \dots X_{\max}$ в пределах диапазона изменения, а значение параметра x отождествляется с одним из квантованных уровней. Варианты функций преобразования при ступенчато-равномерном квантовании сигналов показаны на рис. 1.4. В этом случае используется понятие разрешающей способности, т.е. минимальной разности между двумя соседними отсчетами статической

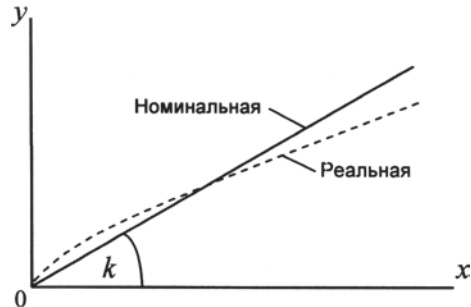


Рис. 1.3. Общий вид статической функции преобразования

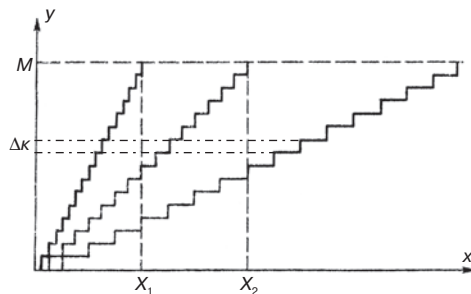


Рис. 1.4. Общий вид функции преобразования при ступенчато-равномерном квантовании аналоговых сигналов

функции преобразования. Для аналого-цифровых (АЦП) и цифроаналоговых преобразователей (ЦАП) разрешающая способность зависит от числа уровней квантования Δ_k и определяется величиной младшего разряда цифрового преобразования [3]. Количество квантованных уровней M для двоичной системы счисления определяется числом разрядов преобразователя n и устанавливается соотношением

$$M \leq 2^n. \quad (1.2)$$

Погрешности цифрового преобразования обуславливаются ограничением разрядной сетки и погрешностями дискретизации и квантования аналоговых сигналов.

Многообразие физических принципов, а также методов преобразования измерительной информации приводит к различным уровням и видам аналоговых выходных сигналов измерительных преобразователей НВ. Поэтому одной из основных задач удаленного сбора данных в многоканальных измерительных системах является стандартизация выходных аналоговых сигналов измерительных преобразователей с использованием методов унификации и агрегатирования [4].

Унификация, как метод стандартизации, обеспечивает нормализацию (единообразие) выходных аналоговых сигналов преобразователей по уровню, току и частоте и существенно упрощает дальнейшее согласование выходных сигналов измерительных преобразователей с АЦП.

По рекомендациям существующих международных стандартов и ГОСТ 26011-80 унифицированными выходными сигналами для систем сбора данных являются постоянные напряжения с уровнями

$$0 \dots 100 \text{ мВ}; 0 \dots 1 \text{ В}; 0 \dots 5 \text{ В}; 0 \dots \pm 5 \text{ В}; 0 \dots \pm 10 \text{ В}$$

и постоянный ток

$$1-3 \text{ мА (Namug — с самозащитой)}; 0-5 \text{ мА}; 0-20 \text{ мА}; 4-20 \text{ мА}.$$

Наибольшее распространение получили унифицированные токовые выходные сигналы и каналы передачи «токовая петля», так как они обладают более высокой помехозащищенностью по сравнению с выходными сигналами по напряжению. Обобщенная структурная схема согласования выходного сигнала первичного измерительного преобразователя (ПИП) с АЦП приведена на рис. 1.5. В схеме нормализующий преобразователь обеспечивает формирование токового унифицированного выходного сигнала 4–20 мА и согласование с входным сопротивлением АЦП.



Рис. 1.5. Структурная схема согласования первичного измерительного преобразователя с АЦП

В качестве нормализующих элементов могут применяться регулируемые делители, усилители, трансформаторы, мостовые схемы, устройства гальванической развязки и др. Нормализующие аналоговые преобразователи используются как при построении аналоговых измерителей НВ, так и при разработке интеллектуальных датчиков со встроенным микропроцессором и собственным программным обеспечением.

1.2.2. Нормализация выходных сигналов измерительных преобразователей

Нормализующие преобразователи (нормализаторы) — это устройства, преобразующие выходные измерительные сигналы с датчиков в однородные сигналы унифицированных уровней, принятых во многих странах и обеспечивающих решение ряда задач по информационной совместимости и помехоустойчивости измерительных каналов при передаче и обработке информации в измерительных системах [3, 4]. Стандартизация типов и уровней сигналов в информационных системах значительно сокращает расходы по замене вышедшего из строя оборудования и, соответственно, простои предприятий и цехов. Как было отмечено, широкое распространение получили унифицированные токовые выходные сигналы, образующие линии связи типа «токовая петля». Такие сигналы меньше подвержены влиянию помех, передаются на значительные расстояния и могут обеспечить одновременную передачу как аналоговых, так и цифровых измерительных сигналов (например, при использовании HART-протокола) [2].

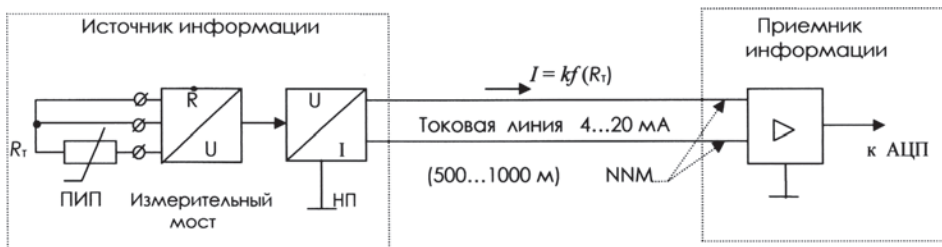


Рис. 1.6. Структурная схема термопреобразователя с токовым выходом

Крупнейшими мировыми производителями датчиков (в том числе интеллектуальных) и нормализующих преобразователей для систем контроля и сбора данных являются фирмы: Siemens, Pepperl+Fuchs, Dataforth, Grayhill, Advantech, Omron и др [4].

Один из вариантов структурной схемы измерительной цепи термометра с использованием нормализующего преобразователя (НП) и выходной линией «токовая петля» приведен на рис. 1.6. Представленная измерительная цепь содержит первичный измерительный преобразователь (ПИП), в качестве которого используется терморезистор R_T с трехпроводным подключением к вторичному преобразователю — мосту постоянного тока. В качестве выходного нормализующего преобразователя (НП) используется преобразователь «напряжение—ток», формирующий на выходе источника информации стандартный токовый сигнал 4—20 мА [6]. При этом производится сугубо аналоговое преобразование в соответствии с формулой (1.1), принимающее вид

$$y_{\text{вых}} = k x_{\text{вх}}, \quad (1.3)$$

где k — безразмерный коэффициент преобразования.

Рассмотрим некоторые примеры измерительных преобразователей с унифицированными выходными сигналами в виде напряжения и тока [4, 5].

На рис. 1.7 показана схема преобразователя сопротивления R_x в напряжение с трехпроводной соединительной линией. Если пренебречь сопротивлением проводов соединительной линии, то выходное напряжение преобразователя с использованием измерительного операционного усилителя (ОУ) в инверсном включении определится из соотношения

$$U_{\text{ВЫХ}} = -U_0 \frac{R_x}{R_0}, \quad (1.4)$$

где U_0 — источник опорного напряжения.

Влияние соединительных проводов в данном преобразователе уменьшается за счет того, что один из этих проводов (r_1) включен последовательно с R_x , второй (r_2) — последовательно с R_0 , а третий (r_3) — последовательно с высоким входным сопротивлением операционного усилителя. При учете этих сопротивлений и выполнении условий $r_1 \ll R_x$, $r_2 \ll R_0$ получим

$$U_{\text{ВЫХ}} = -U_0 \frac{R_x + r_1}{R_0 + r_2} \approx -U_0 \frac{R_x}{R_0} \left(1 + \frac{r_1}{R_x} - \frac{r_2}{R_0} \right). \quad (1.5)$$

Если $r_1/R_x \approx r_2/R_0$, то реальная зависимость (1.5) будет близка к идеальной (1.4).

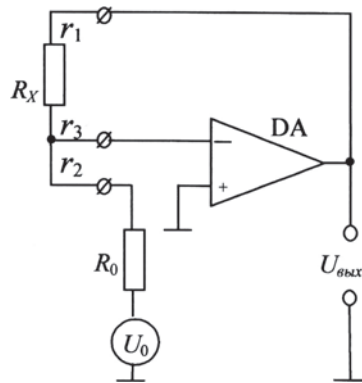


Рис. 1.7. Схема измерительного преобразователя сопротивления в напряжение

На рис. 1.8 показана схема измерительного преобразователя постоянного напряжения в ток (с заземленной нагрузкой). Схема содержит операционный усилитель, прецизионные резисторы $R_0 \dots R_4$ и резистор нагрузки R_H . Номинальная функция преобразования в данном случае будет иметь вид

$$I_H = -U_{вх} R_2 / (R_0 R_1) \quad (1.6)$$

при условии, что $R_4(R_3 + R_4)^{-1} = [1 + R_0(R_3 + R_4)^{-1}]R_1(R_1 + R_2)^{-1}$. Расчетные соотношения для других видов нормирующих преобразователей подробно рассмотрены в [4].

В реальных условиях измерительная цепь, показанная на рис. 1.6, подвержена воздействию как поперечных помех или помех нормального вида (Noise Normal-Mode), так и помех общего вида или продольных помех (Noise Common-Mode). *Поперечные помехи* (NNM) действуют между входными зажимами измерительных преобразователей наряду с поступающим измерительным сигналом.

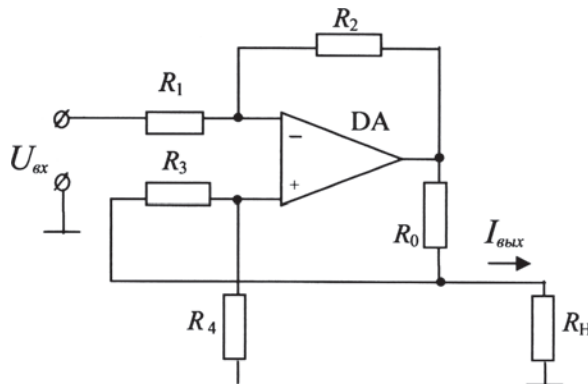


Рис. 1.8. Схема измерительного преобразователя постоянного напряжения в ток

Продольные помехи обусловлены неэквипотенциальным заземлением источника и удаленного приемника информации. В целях повышения помехозащищенности и надежности передачи измерительной информации современные нормализующие преобразователи наряду с формированием унифицированных выходных сигналов выполняют ряд дополнительных функций:

- подавление помехи нормального вида (NMR) с помощью НЧ-фильтров;
- подавление помехи общего вида (CMR) с помощью гальванической развязки между входными и выходными сигналами;
- линеаризацию выходных сигналов;
- многоуровневую изоляцию источников питания;
- обеспечение разветвления (распараллеливания) измерительных сигналов многоканальных информационных систем;
- обеспечение защиты от перенапряжения и высоковольтных пульсаций входного сигнала.

Отмеченные преимущества электрических сигналов позволяют наиболее оптимально решить актуальные задачи *автоматизации измерений и контроля* неэлектрических ФВ и существенно повысить качество и достоверность результатов измерений [3, 4]. Современный этап развития электроники, вычислительной техники и новейших информационных технологий открывает новые возможности использования неэлектрических преобразователей с электрическими выходными сигналами в сложных информационных системах. Применение электрических выходных сигналов обеспечивает:

- преобразование непрерывных сигналов в дискретную и цифровую формы;
- возможность формирования унифицированных (стандартных) выходных уровней непрерывных и цифровых измерительных сигналов с разнородных преобразователей неэлектрических ФВ;
- разработку широкого набора датчиков и исполнительных устройств с унифицированными выходными сигналами;
- создание интеллектуальных датчиков неэлектрических ФВ;
- организацию интерфейсов датчиков и исполнительных устройств;
- использование сетевых технологий при создании сложных контрольно-измерительных средств, работающих в режиме реального времени.

Конструктивное исполнение нормализующих преобразователей для средств сбора информации показано на рис. 1.9.

Крупнейшим мировым производителем нормирующих преобразователей является фирма *Dataforth* (США). Фирма предлагает широкий набор

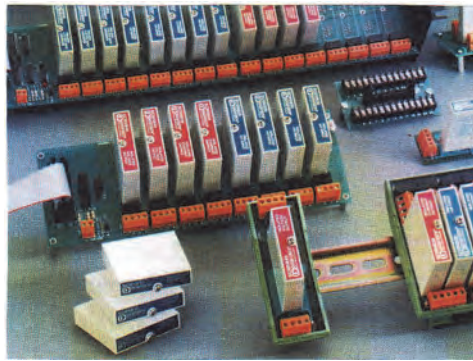


Рис. 1.9. Общий вид модулей нормализации измерительных сигналов

изолированных модулей нормализаторов аналоговых сигналов серий SCM5, SCM7, DSCA, DSCT, DSCL и других для контрольно-измерительных систем промышленной автоматизации. Кроме того, имеются достаточно уникальные преобразователи действующего значения входного сигнала переменного тока в пропорциональный выходной сигнал постоянного тока. Все модули сертифицированы и одобрены для безопасных применений [7].

Важнейшее направление автоматизации измерений неэлектрических величин связано с разработкой *интеллектуальных*, т.е. программно-управляемых, датчиков неэлектрических величин. Такие датчики имеют в своем составе встроенное микропроцессорное устройство, обеспечивающее обработку информации, формирование цифровых и аналоговых выходных сигналов и выполнение интерфейсных функций на полевом уровне распределенных систем контроля. При этом сбор измерительной информации с интеллектуальных датчиков и подключение их к блоку обработки — контроллеру или ЭВМ может производиться с помощью стандартных цифровых интерфейсов промышленной автоматики RS-232, RS 422, RS 449, RS 485, CAN или специальных цифровых интерфейсов датчиков и исполнительных устройств. Использование цифровых интерфейсов также открывает широкие возможности по внедрению *сетевых технологий* в структурную организацию сложных контрольно-измерительных средств и автоматизированных систем управления технологическими процессами (АСУ ТП), работающих в режиме реального времени. Применение локальных измерительно-вычислительных сетей позволяет осуществить переход от систем с централизованным управлением к многоуровневым (многопроцессорным) системам контроля и управления, существенно повышающим метрологическую достоверность, информационную надежность и быстродействие систем, работающих в реальном масштабе времени.

1.3. Физико-химические преобразователи аналитических приборов

1.3.1. Основные положения и классификация

Физико-химические преобразователи для определения состава различных веществ представляют огромную группу средств измерений, базирующихся на методах аналитической химии. Использование химических реакций в измерительных процессах по определению состава и свойств различных веществ обусловило появление нового класса СИ — аналитических приборов.

В современных электронных аналитических приборах наиболее широко используются *электрохимические* методы анализа с преобразованием результата химической реакции в растворах и расплавах в электрический сигнал. Соответственно, в основе таких методов измерений — электродные процессы с формированием электродных потенциалов при протекании химической реакции, величина которых зависит от состава и свойств определяемого вещества.

Электродный потенциал — это разность электрических потенциалов между измерительным электродом и находящимся с ним в контакте электролитом. Возникновение электродного потенциала обуславливается переносом заряженных частиц через границу раздела фаз (металла и жидкости), например, при поглощении (адсорбции) ионов или полярных молекул. При достижении *равновесного состояния* в результате реакции потенциал измерительного электрода будет равен потенциалу раствора. Однако абсолютную разность потенциалов между точками, находящимися в двух разных фазах, нельзя измерить экспериментально. Поэтому при формировании измерительной ячейки для определения величины электродного потенциала необходимо применять дополнительные нейтральные электроды, относительно которых проводятся измерения.

Применяемые электроды разделяют на следующие виды:

- электроды индикаторные (рабочие) — это электроды, потенциал которых зависит от активности (концентрации) определяемого вещества (ионов) в растворе;
- электроды сравнения — это нейтральные электроды, относительно которых измеряется потенциал индикаторных электродов;
- вспомогательные электроды часто используются в электролитических ячейках при электролизе.

В качестве электрода сравнения чаще всего используют нормальный (стандартный) *водородный электрод*, потенциал которого E_0 условно принимается равным нулю.

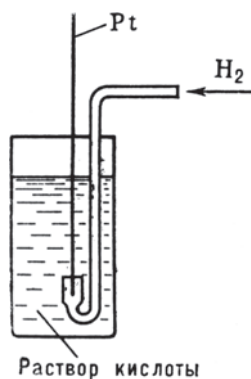


Рис. 1.10. Схема водородного электрода сравнения

Конструктивно водородный электрод состоит из платиновой пластинки, покрытой платиновой чернью и погруженной в раствор кислоты с определенной концентрацией ионов водорода H^+ (рис. 1.10). Пластинка омывается потоком газообразного водорода H_2 . Между водородом, поглощаемым (адсорбированным) платиновой чернью, и ионами водорода в растворе устанавливается равновесие. Для обеспечения стабильного состояния равновесия необходима тщательная очистка водорода от примесей. Потенциал водородного электрода определяется уравнением Нернста.

По принципу действия индикаторные электроды разделяют на два вида:

- металлические — с электронным обменом на границе раздела фаз, т. е. с электронной проводимостью;
- мембранные — с ионной проводимостью (ионоселективные).

Мембранные электроды также разделяют на группы: стеклянные, твердые с гомогенной или гетерогенной мембраной, жидкостные, газовые и электроды для измерения активности биологических веществ.

Общий вид и конструктивное исполнение металлических и мембранных электродов показаны на рис. 1.11.

Таким образом, в основе проектирования электрических измерительных преобразователей и датчиков аналитических приборов лежит измерительная ячейка с системой индикаторных и сравнительных электродов. При этом в качестве эталонной базы используются стандартные образцы в виде водных растворов, газовых смесей, твердых и порошковых материалов, которые рассмотрены в главе 2.

Электрохимические методы анализа делятся на пять основных групп: потенциометрию, вольтамперометрию, кулонометрию, кондуктометрию и диэлектрометрию.

Потенциометрия объединяет методы, основанные на измерении ЭДС обратимых электрохимических цепей. В данных методах потенциал рабочего



Рис. 1.11. Конструктивное исполнение металлических и мембранных электродов

электрода близок к равновесному состоянию, т.е. выравниванию химических потенциалов среды и электрода. Потенциометрия разделяется на несколько разновидностей: оксидиметрию (редоксиметрию), основанную на окислительно-восстановительных реакциях, ионометрию, а также потенциометрическое титрование с использованием специального реактива.

Вольтамперометрия основана на исследовании зависимости тока поляризации от напряжения, прикладываемого к электрохимической ячейке. Электрохимическая поляризация — это *отклонение* электродного потенциала E от стационарного потенциала, который электрод приобретает в отсутствие внешнего тока. В этом случае потенциал рабочего электрода значительно отличается от равновесного значения. Вольтамперометрия широко используется для определения веществ в растворах и расплавах.

Кулонометрия объединяет методы анализа, основанные на измерении количества вещества, выделяющегося на электроде в процессе электрохимической реакции в соответствии с законами Фарадея (законы электролиза). При кулонометрии потенциал рабочего электрода отличается от равновесного значения.

Кондуктометрия базируется на методах, в которых измеряют электропроводность электролитов (водных и неводных растворов, расплавов, коллоидных систем и твердых веществ) в межэлектродном пространстве.

Методы не связаны с потенциалом электродов, которые обычно близки к равновесному значению.

Диэлектрометрия объединяет методы анализа, основанные на измерении диэлектрической проницаемости вещества, обусловленной ориентацией в электрическом поле (молекул, ионов, обладающих дипольным моментом).

Рассмотренные выше электрохимические методы нашли широкое применение при проектировании электрохимических измерительных преобразователей аналитических контрольно-измерительных приборов различного назначения.

1.3.2. Принципы построения измерительных ячеек аналитических приборов

Конструктивно любой электрохимический преобразователь представляет собой измерительную ячейку, заполненную исследуемым раствором (электролитом) или другим материалом, с помещенными в нее двумя или несколькими электродами, служащими для включения преобразователя в измерительную цепь. Как элемент электрической цепи такая ячейка может характеризоваться сопротивлением (проводимостью), развиваемой ЭДС, падением напряжения от проходящего тока, емкостью или индуктивностью. Выделяя зависимость одного из этих параметров (например проводимости) от измеряемой величины, можно создать электрохимические преобразователи для измерения состава и концентрации жидких и газообразных сред, твердых и расплавленных солей и ряда других веществ. В зависимости от выделяемых параметров электрические ячейки (преобразователи) разделяют на несколько групп: электролитические резистивные (кондуктометрические), гальванические, полярографические и специализированные преобразователи для анализа нефтепродуктов.

Электролитические резистивные преобразователи основаны на зависимости сопротивления (проводимости) электролитической ячейки от состава и концентрации раствора. Вариант схемы такого преобразователя показан на рис. 1.12а. В схему преобразователя введен дополнительный электрод (терморезистор, R_T) для автоматической коррекции температурной погрешности. Зависимость

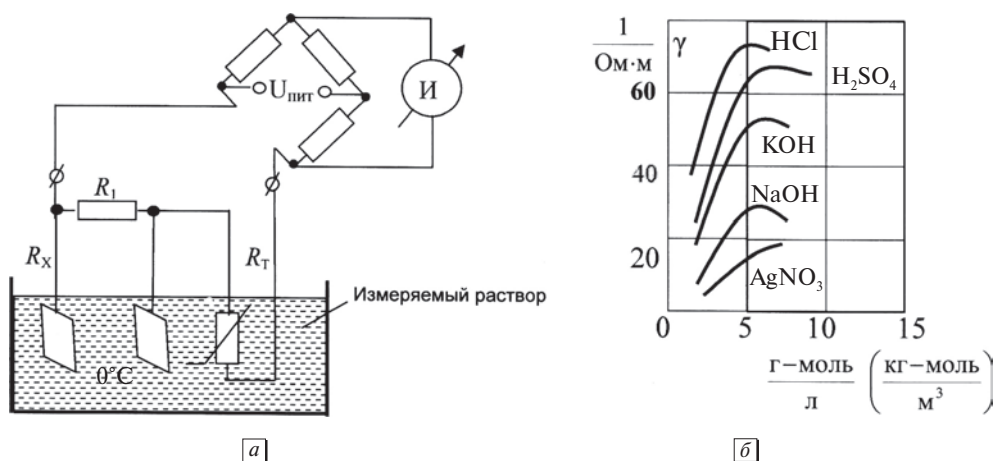


Рис. 1.12. К принципу действия электролитического резистивного преобразователя: а — структурная схема; б — зависимость удельной электропроводности γ от весовой концентрации растворенных веществ

удельной электропроводности γ от концентрации некоторых растворенных веществ приведена на рис. 1.12б. Для тщательно дистиллированной воды электропроводность близка к нулю и возрастает по мере повышения концентрации растворенных в ней веществ.

Приборы, построенные на принципе измерения электропроводности (кондуктометрические измерители), широко применяются для измерения концентрации солей, оснований и кислот в жидких растворах и расплавах, для измерения солености воды, концентрации газов, а также для измерения влажности в твердых, жидких и газообразных средах. Для измерения влажности древесины, кожи, фанеры и т.п. используются игльчатые электроды, вдавливаемые на определенную глубину в исследуемый материал.

Промышленные кондуктометрические преобразователи обеспечивают измерения электропроводности в жидких средах с относительной погрешностью $\pm(1-5)\%$ при температуре $0-150^\circ\text{C}$.

Гальванические измерительные преобразователи основаны на возникновении разности потенциалов E_x между двумя электродами, опущенными в раствор электролита, т.е. электролитическая ячейка в данном случае является источником гальванической ЭДС (рис. 1.13). Это явление обусловлено тем, что металлический электрод частично растворяется в электролите, образуя положительно заряженные ионы металла. Как отмечалось ранее, потенциал электрода относительно раствора (электродный потенциал) измерить невозможно, поэтому гальванический преобразователь всегда состоит из *двух* полуэлементов: измерительного электрода и вспомогательного полуэлемента, электродный потенциал которого должен оставаться *постоянным*. Измерительная схема на рис. 1.13 построена по принципу компенсационного преобразования. На вход измерительного усилителя, охваченного глубокой отрицательной обратной связью,

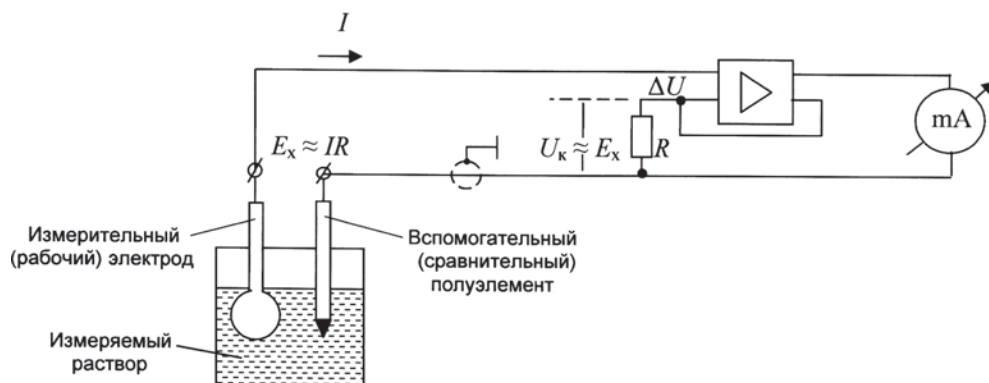


Рис. 1.13. Схема гальванического измерительного преобразователя

подается ЭДС — E_x гальванического преобразователя. При этом $\Delta U = E_x - U_k$, где U_k — компенсирующее напряжение цепи обратной связи усилителя. Если коэффициент усиления достаточно высок, то $E_x \approx U_k$ или $E_x \approx IR$. Основные требования к измерительной цепи — это высокое входное сопротивление усилителя и низкий дрейф нуля [14].

Наиболее распространенными разновидностями гальванических измерительных преобразователей являются преобразователи рН-метров и нормальные элементы. При неизменной концентрации электролита и постоянной температуре ЭДС гальванической ячейки может иметь очень высокую стабильность. Это свойство используется для разработки *нормальных элементов*, применяемых в качестве рабочих и эталонных мер, а также для создания первичного эталона вольта. В зависимости от концентрации электролита нормальные элементы разделяются на насыщенные и ненасыщенные (класс точности только 0,002). Основные параметры нормальных элементов приведены в табл. 1.1.

Максимальный ток потребления для насыщенных элементов составляет не более 1 мкА, а для ненасыщенных — не более 10 мкА.

Полярографические преобразователи применяются для качественного и количественного химического анализа. Принцип действия основан на использовании явления *поляризации* (изменении электродного потенциала) на одном из электродов электролитической ячейки при протекании через нее электрического тока от внешнего источника. Для того что бы поляризация происходила только на одном электроде, площадь рабочего (поляризующего) электрода выбирается в несколько сотен раз меньше площади другого электрода. Потенциал выделения ионов данного вида зависит от их концентрации и характеризуется вольт-амперной характеристикой (полярограммой).

Данные преобразователи часто используются в анализаторах тяжелых металлов в питьевых, сточных и природных водах, продуктах питания и продовольственном сырье. Если в исследуемом растворе содержатся ионы нескольких видов (например Pb^{++} , Cd^{++} , Zn^{++}), то каждый вид ионов имеет свою

Таблица 1.1. Основные параметры нормальных элементов

Класс точности	Действительное значение ЭДС при 20 °С, В	Допускаемое изменение ЭДС, мкВ		Температура применения, °С
		За год	За трое суток	
0,001	1,01859–1,01863	10	5	20±0,5
0,002	2,02856–1,01866	20	10	20±2
0,005	1,01850–1,01870	50	30	10–40
0,02	1,0186–1,0194	200	70	5–55

полярограмму и, соответственно, результирующая полярограмма получается многоступенчатой.

Преобразователи для анализа нефтепродуктов представляют особую группу взрывобезопасных устройств. К ним можно отнести:

- измерительные преобразователи кислотного числа (количества едкого калия — КОН) на основе экзотермической реакции нейтрализации жирных кислот;
- преобразователи цветности нефтепродуктов на основе определения светопоглощения в видимой области спектра в диапазоне 450–700 нм;
- преобразователи для определения фракционного состава;
- анализаторы температуры вспышки.

Эталонной базой аналитических преобразователей являются стандартные образцы состава и свойств материалов и веществ.

1.4. Эталонные измерительные преобразователи

Эталонные преобразователи предназначены для поверки, калибровки и регулировки рабочих средств измерений в лабораторных, промышленных и полевых условиях. Отечественными и зарубежными производителями разработан ряд таких преобразователей, в том числе датчиков с цифровым выходом. Примеры некоторых из них будут рассмотрены ниже.

Эталонные преобразователи давления серии ПДЭ (Россия) предназначены для высокоточного измерения (поверки) и непрерывного преобразования аналоговых сигналов в цифровой код абсолютного, избыточного давления — разряжения жидкостей и газов. Преобразователи изготавливаются в виде единой конструкции. В качестве чувствительного элемента используется пластина поликристаллического кремния с мембраной, на которую нанесены полупроводниковые тензорезисторы. Выходной электрический сигнал напряжения разбаланса моста датчика поступает на электронное устройство для усиления и преобразования в цифровой код. Преобразователь может использоваться совместно с калибраторами давления или ЭВМ с USB-портом.

Преобразователи серии ПДЭ выпускаются в нескольких модификациях: ПДЭ-10, ПДЭ-20 — без цифровой индикации; ПДЭ-10И, ПДЭ-20И — с цифровой индикацией; ПДЭ-010, ПДЭ-020 ЕИ — взрывозащищенные.

Основные пределы измерений:

- абсолютное давление (ДА) — 0–2,5 МПа;
- избыточное давление (ДИ) — 2,5 кПа — 60 МПа;
- давление — разряжение — 100–600 кПа.

Пределы основных допускаемых погрешностей преобразователей давления в соответствии с ГОСТ 8.401:

- 0,02 % — для класса точности А0;
- 0,03 % — для класса точности А;
- 0,05 % — для класса точности В;
- 0,1 % — для класса точности С.

Условия эксплуатации: $-20...+60\text{ }^{\circ}\text{C}$ (IP65).

Эталонные датчики температуры предназначены для передачи единицы измерения температуры рабочим и эталонным средствам измерений методом непосредственного сличения в комплекте с прецизионными цифровыми термометрами. В промышленной автоматике и измерительной технике широко используются два вида преобразователей: эталонные преобразователи сопротивлений и эталонные термоэлектрические преобразователи (термопары). Выбор эталонных датчиков температуры осуществляется в соответствии с ГОСТ 8.558-93.

Эталонные преобразователи сопротивлений платиновые могут работать в диапазоне температур от -200 до $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$. В табл. 1.2 в качестве примера приведены основные метрологические характеристики эталонных терморезисторов серий ЭТС-100 и ПТС-100 (Россия) в реперных точках функции преобразования. Данные терморезисторы внесены в Госреестр РФ.

При подсоединении эталонных терморезисторов к электронному блоку используется 4-проводная схема подключения.

Эталонные термоэлектрические преобразователи (платинородиевые — платиновые) серий ППО и ПРО работают в диапазоне температур $300-1800\text{ }^{\circ}\text{C}$ и используются в качестве средств поверки при аттестации термопар. Основные характеристики эталонных термоэлектрических преобразователей показаны в табл. 1.3.

Значения термо-ЭДС термопреобразователей при температуре рабочего конца $1084,62\text{ }^{\circ}\text{C}$ и при температуре свободных концов $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ для ППО составляют $10,6\text{ мВ}$, для ПРО — порядка $5,7\text{ мВ}$.

Прецизионные АЦП и ЦАП предназначены для высокоточной обработки первичной информации в цифровых информационных системах. В системах

Таблица 1.2. Основные характеристики эталонных терморезисторов

Тип эталонных ТС	Погрешность измерений температуры, $\pm^{\circ}\text{C}$							
	Реперная точка, $^{\circ}\text{C}$	-196	0,01	29,745	231,928	419,527	660,323	1084,62
ЭТС-100 3-го разряда		0,05	0,02	—	0,04	0,07	0,15	—
ПТС-100 3-го разряда		0,05	0,02	—	0,04	0,07	—	—

Таблица 1.3. Основные характеристики эталонных термомпар

Тип эталонных ТП	Погрешность измерений температуры, $\pm^\circ\text{C}$					
	Реперная точка, $^\circ\text{C}$	419,527	660,323	1084,62	1553,5	1768,4
1-го разряда						
ППО		0,3	0,4	0,6	—	—
ПРО		—	0,5	0,7	1,4	2,0
2-го разряда						
ППО		0,5	0,6	0,9	—	—
ПРО		—	0,8	1,4	2,7	4,0
3-го разряда						
ППО		1,0	1,3	1,8	—	—
ПРО		—	1,2	1,9	4,0	6,0

промышленной автоматики и контрольно-измерительных средствах такие преобразователи могут работать как в многоканальном, так и одноканальном режимах функционирования. При этом имеется возможность обеспечения совместимости с современными интерфейсами Ethernet, RS-485, CAN, USB 2.0.

Высокоточные АЦП применяют для преобразования входных аналоговых сигналов в цифровую форму. В настоящее время отечественными и зарубежными фирмами производится очень широкий набор прецизионных модулей АЦП для автоматизации информационных систем различного назначения. Так, научно-производственной группой «Р-Технолоджи» разработаны АЦП для многоканальных контрольно-измерительных средств. В составе данных устройств — ряд высокоскоростных универсальных АЦП серии QMBox. Наиболее высокая точность достигнута в многоразрядных АЦП (до 128 входов) серии QMBox17. При этом преобразователи могут непосредственно подключаться к компьютеру по шине USB 2.0. Программное обеспечение позволяет приступить к работе с АЦП сразу после подключения, без предварительной градуировки.

Основные характеристики прецизионного АЦП типа QMBox17-16 приведены в табл. 1.4.

Данное 18-разрядное АЦП используется в сложных контрольно-измерительных средствах для эффективного решения задач, связанных с обработкой больших потоков входной информации и необходимостью работы в реальном масштабе времени.

Прецизионные ЦАП решают обратную задачу, т.е. преобразование сигнала цифровой информации в аналоговый сигнал, например, для управления

Таблица 1.4. Основные параметры и характеристики АЦП QMBox17-16

Наименование	Параметры
Количество входов	16 дифференциальных входов
Максимальная частота дискретизации на канал	1 МГц
Разрядность АЦП	18 бит
Диапазоны входного сигнала	± 5 В; ± 10 В
Основная погрешность, приведенная к диапазону	0,008 %
Среднеквадратичное напряжение шума для диапазона ± 5 В	0,02 мВ
Подавление синфазной помехи	85 дБ
Габариты	140×190×40 мм

различными исполнительными устройствами. Ряд высокоточных ЦАП был разработан фирмой Analog Devices. К ним можно отнести многоразрядные ЦАП серий AD 7244 (14 разрядов), AD 7846 (16 разрядов), AD 760 (18 разрядов). Интегральная нелинейность преобразования данных АЦП не хуже 1-й единицы младшего разряда.

1.5. Автоматизация сбора измерительной информации

1.5.1. AS-интерфейс

AS-интерфейс (*Actuators/Sensors interface* — интерфейс датчиков и исполнительных устройств) является интеллектуальной открытой сетью нижнего уровня автоматизированных систем измерений и контроля. Интерфейс предназначен для непосредственного подключения интеллектуальных датчиков, преобразователей и исполнительных механизмов к автоматизированной системе в соответствии с требованиями европейских нормативов EN 50259 и международного стандарта IEC 620262.

Состав цифровых сетей в современных системах автоматизации рассмотрен в [7]. AS-интерфейс в данной структуре находится на нижнем (полевом) уровне распределенных систем, т. е. на уровне сети оконечных устройств. К основным особенностям AS-*i* относятся:

- подключение датчиков и механизмов с помощью одного двухпроводного соединительного кабеля специальной формы;
- передача измерительных сигналов и команд одновременно с напряжением питания;

- возможность подключения датчика в любой точке соединительного кабеля методом прокалывания;
- возможность полного исключения аналоговых цепей.

Для обеспечения высокой помехозащищенности при передаче цифровой информации используется кодирование Манчестера. Система модуляции — демодуляции, команды и параметры интерфейса рассмотрены в [5].

Структура локальной вычислительной сети нижнего уровня на базе AS-интерфейса показана на рис. 1.14. Интерфейс включает в свой состав одно ведущее устройство — master, к которому можно подключить до 62 ведомых устройств — slave (датчиков и исполнительных механизмов). Время опроса датчиков не превышает 5 мс. Максимальная длина линии — 300 м. Для увеличения длины линии используются *повторители*.

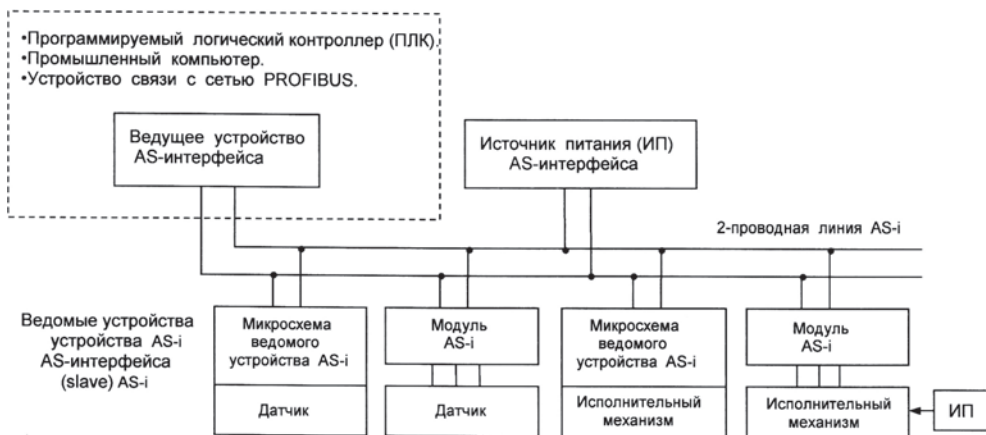


Рис. 1.14. Схема подключения устройств к AS-интерфейсу

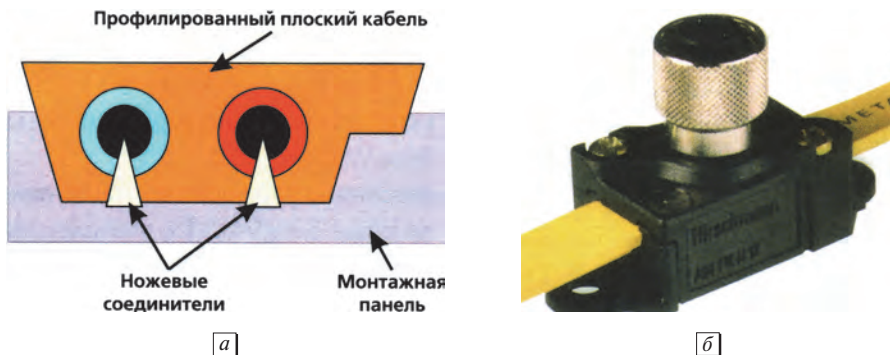


Рис. 1.15. Соединительный кабель AS-интерфейса: *a* — поперечное сечение плоского кабеля; *b* — переходное устройство с плоского кабеля на круглый

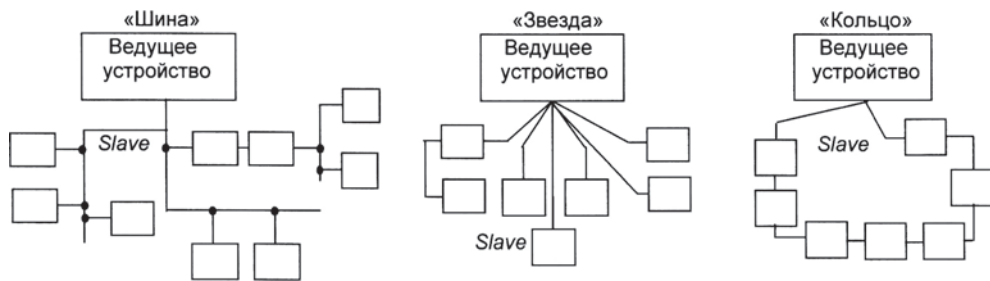


Рис. 1.16. Виды сетевых топологий AS-интерфейса

Соединительная линия представляет собой плоский кабель желтого цвета и имеет строго определенную геометрическую форму сечения в виде трапеции с выступом (рис. 1.15а), который обеспечивает однозначное положение кабеля в соединительных модулях и исключает ошибку переполюсовки питания. Подсоединение к кабелю производится методом прокалывания с помощью зажима. Имеется возможность перехода с плоского кабеля на круглый (рис. 1.15б).

Топология сети AS-интерфейса достаточно проста и позволяет подключать ведомые устройства к схеме управления по различным конфигурациям: «шина», «звезда», «кольцо» или «дерево». На рис. 1.16 приведены примеры геометрического расположения датчиков (топология) и исполнительных устройств в сети.

Степень защиты интерфейса и переходных устройств соответствует стандарту IP-67. Сети на базе AS-интерфейса отличаются экономичностью и очень большим выбором технических средств (шлюзов) для объединения с другими цифровыми промышленными сетями верхнего уровня контроля и управления.

1.5.2. HART-протокол

При проектировании систем реального времени возникла необходимость одновременной передачи по одному каналу аналоговой и цифровой информации. Такая задача может быть решена для измерительных систем, использующих датчики с токовым выходом в каналах связи «токовая петля». Для решения этой задачи американской компанией *Rosemount* был разработан специальный протокол (коммуникационный стандарт) — Highway Addressable Remote Transducer (HART), который в середине 90-х годов стал открытым коммуникационным стандартом. Данный стандарт позволяет провести объединение интеллектуальных датчиков в систему и обеспечивает их дистанционную настройку, калибровку и диагностику на значительном расстоянии от управляющего устройства. Стандарт снабжается специальным программным обеспечением, позволяющим в полной мере использовать возможности современных интеллектуальных датчиков и исполнительных механизмов.

Сущность HART-протокола подробно рассмотрена в [2]. Как видно из рис. 1.17, цифровая составляющая HART-сигнала ($\pm 0,5$ мА) в виде частотно-модулированных радиоимпульсов (логическая «1» — 1200 Гц, логический «0» — 2200 Гц) накладывается на аналоговый токовый сигнал 4–20 мА. Поскольку среднее значение синусоиды за период равно нулю, то HART-сигнал не влияет на измерительный сигнал 4–20 мА. В цикле *A* передается команда с ведущего устройства, а в цикле *B* — отклик интеллектуального датчика. Все HART-сообщения передаются побайтно. Байт содержит стартовый и стоповый импульсы. При организации системы связи с датчиками используют два режима работы, поддерживающие обмен данными по HART-протоколу.

Режим «точка — точка» предназначен для одновременной передачи аналоговых и цифровых сигналов. Один из вариантов подключения датчика для данного режима показан на рис. 1.18. В этом режиме непосредственное соединение устройства низовой автоматики (датчика, преобразователя, исполнительного устройства и т. п.) осуществляется любым двухпроводным кабелем на расстоянии до трех километров. Скорость передачи — 1,2 Кбит/с. В качестве первичного ведущего устройства, как правило, используют ЭВМ с модемом или программируемый логический контроллер (ПЛК).

В качестве вторичного управляющего устройства может использоваться портативный отладочный HART-коммуникатор для удаленной настройки интеллектуальных полевых приборов. При этом данное устройство может подключаться в любой точке линии связи. Так как цифровой сигнал совмещен

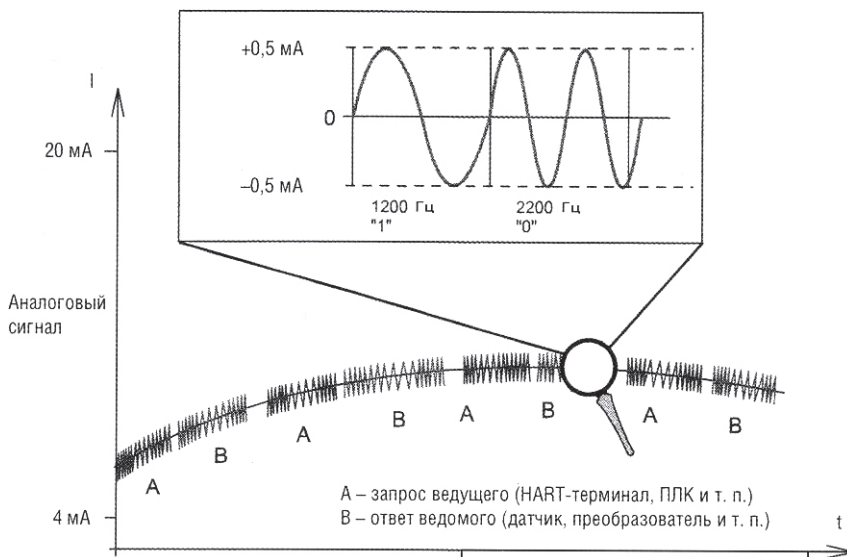


Рис. 1.17. Система кодирования HART-сигнала



Рис. 1.18. Режим передачи цифровой информации одновременно с аналоговым сигналом

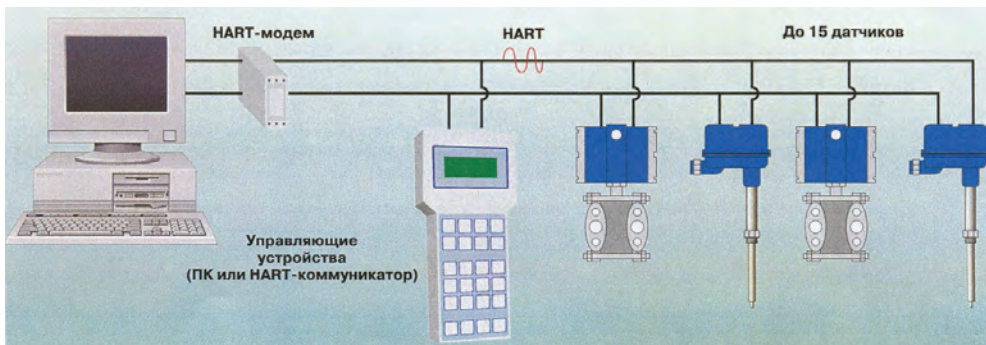


Рис. 1.19. Многоточечный режим работы датчиков

с аналоговым сигналом, процесс передачи аналогового сигнала происходит без прерывания.

В *многоточечном режиме* обмена (рис. 1.19) интеллектуальный датчик передает и получает информацию только в цифровом виде. К одной паре проводов может быть подключено до 15 датчиков. Все датчики в многоточечном режиме имеют свой адрес, а коммуникатор может работать с любым из них. Расширение системы может осуществляться с помощью HART-мультиплексора, имеющего до 32 входных каналов. Каждый канал рассчитан на 15 датчиков, работающих в многоточечном режиме.

1.5.3. Локальная промышленная сеть PROFIBUS

В настоящее время при разработке автоматизированных контрольно-измерительных средств, АСУ ТП, АСУП с использованием цифровых методов

обработки сигналов наблюдается переход от традиционных систем построения с централизованным управлением к распределенным многоуровневым сетевым технологиям. Эта тенденция обусловлена прежде всего повышением требований к надежности, быстродействию и гибкости управления, а также экономическими соображениями [7]. Исследования показали, что количество проводных соединений в централизованной системе как минимум в два раза больше, чем в распределенной цифровой сети. Поэтому в большинстве случаев экономически более целесообразно установить на площади цеха или участка несколько локальных контроллеров или интеллектуальных устройств связи с объектом (УСО), объединенных в единую сеть с открытым доступом и согласованных, например, с сетью верхнего уровня Ethernet.

В промышленной автоматике широкое распространение получило семейство локальных цифровых сетей PROFIBUS, разработанное фирмой *Siemens* в середине 90-х годов (DIN 19245/EN 50170-2). Сеть PROFIBUS поддерживается многими фирмами — производителями аппаратных средств и представляет собой классическую сеть на базе *общей шины* с передачей маркера. Соответственно, все функциональные узлы присоединяются к сети с помощью шины. При этом доступ узлов к шине осуществляется строго детерминированным способом, т. е. только один узел, контроллер или рабочая станция в данный момент может начать передачу сообщения. Право на передачу дается маркером (token) — специальной битовой комбинацией, которая последовательно циркулирует между устройствами.

Взаимодействие устройств в шине определяется моделью master—slave, включающей ведущие и ведомые станции. К шине можно присоединить до 127 активных (ведущих) и пассивных (ведомых) станций. Физическая среда передачи — это экранированная витая пара в соответствии со спецификацией интерфейса RS-485 с максимальной длиной 1200 м (при использовании повторителей до 4800 м). Скорости передачи данных — 9,6; 19,2; 187 и 500 Кбит/с. В новых разработках предусмотрено применение оптоволоконного кабеля.

Сеть PROFIBUS разработана для поддержки на одной шине интеллектуальных датчиков одновременно с более сложными устройствами (компьютерами, ПЛК, регуляторами и др.) и существует в трех основных вариантах:

- PROFIBUS-FMS ориентирован для работы на верхних уровнях управления и организации сети нескольких активных станций ПЛК, ЭВМ;
- PROFIBUS-DP применяется в сетях нижнего уровня и обеспечивает высокоскоростной обмен данными с оконечными устройствами;
- PROFIBUS-PA применяется для построения сети, соединяющей датчики, исполнительные устройства и контроллеры, расположенные

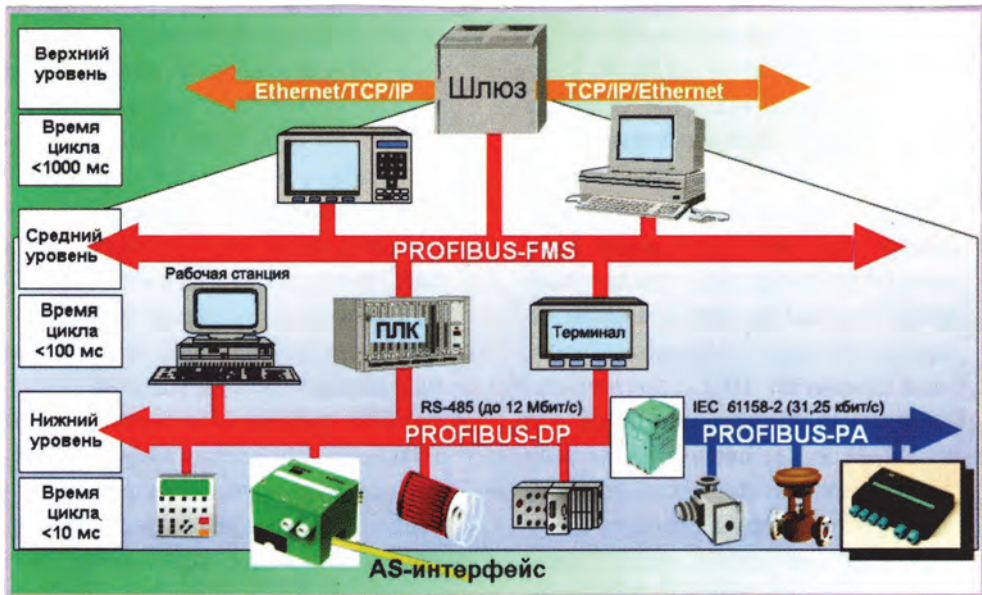


Рис. 1.20. Структурная схема АСУ ТП на основе локальной сети PROFIBUS

непосредственно во взрывоопасной зоне. По многим параметрам стандарт PROFIBUS-PA (IEC 61158-2) схож со стандартом *Foundation Fieldbus* (FF), который был разработан в 1995 году.

На рис. 1.20 показан один из вариантов структурной схемы трехуровневой распределенной АСУ ТП с использованием локальной сети PROFIBUS.

В общем случае для выбора сетевого стандарта при проектировании автоматизированных распределенных контрольно-измерительных систем и АСУ ТП разработчик должен учитывать следующие основные особенности: геометрические размеры сети и число уровней управления, время доставки сообщения и экономическую эффективность.

ГЛАВА 2

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ В ИЗМЕРЕНИЯХ НЕЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ВЕЛИЧИН

2.1. Основные определения и термины

В измерениях и контроле неэлектрических величин особая роль отводится аналогам технических эталонов — стандартным образцам свойств материалов и веществ, предназначенных для обеспечения единства и требуемой точности измерений. Особенно велика эта роль для огромной группы современных средств измерений — аналитических приборов, базирующихся на методах качественного и количественного физико-химического анализа при химико-технологических, медико-биологических, сельскохозяйственных, экологических и других измерениях. По своему назначению стандартные образцы выполняют роль мер (также с присвоением разрядов), однако в отличие от классических технических мер они, как правило, реализуются в виде части или порции однородного вещества (материала). При этом данная часть является носителем воспроизводимой единицы ФВ, а не ее части. Правила работы со стандартными образцами устанавливаются нормативно-техническими документами РФ. Одно из полных определений термина «стандартный образец» с учетом РМГ 29 дано в ГОСТ 8. 315-97.

Стандартный образец (СО) — средство измерений в виде определенного количества вещества или материала, предназначенное для воспроизведения и хранения размеров величин, характеризующих состав или свойство этого вещества (материала), значения которых установлены в результате метрологической аттестации. Утвержденный СО используется для передачи размера ФВ при поверке, калибровке, градуировке СИ, а также аттестации методик выполнения измерений. Различают стандартные образцы свойств веществ и стандартные образцы состава веществ.

СО свойств веществ или материалов характеризуют физические, химические, биологические и другие свойства вещества.

СО состава веществ или материалов характеризуют содержание определенных компонентов в составе веществ, характер структурных соединений, состав химических элементов и т. п.

Проба СО — представительное количество материала, отобранное для определения содержания требуемого вещества (материала).

Проба холостая содержит все компоненты вещества (материала), кроме определяемой. Применяют для учета и устранения мешающего влияния примесей.

Наименьшая проба СО — наименьшее количество вещества или материала, сохраняющее все метрологические характеристики, приписанные образцу.

Навеска — точно взвешиваемая часть пробы.

Аналит — компонент, искомый или определяемый в пробе.

Гомогенность вещества — это однородность состава вещества (материала).

Экземпляр СО — это отдельная упаковка в таре материала, в которую он расфасован.

Комплект СО — совокупность нескольких (более двух) экземпляров, поставляемых и применяемых совместно, имеющих разные аттестованные значения одной и той же величины.

Набор СО — совокупность нескольких экземпляров образцов разных типов, скомплектованных с учетом удобства их применения для выполнения конкретных метрологических работ.

Тип стандартного образца — это совокупность экземпляров (комплектов) СО одного и того же назначения, изготавливаемых из одного и того же *вида* вещества (материала) по одной и той же технической документации, устанавливающей технические требования к образцу. Основные виды стандартных образцов приведены на рис. 2.1.

Методы анализа СО — совокупность приемов и методов аналитических исследований для *определения* как количественных, так и качественных характеристик образцов (в классической метрологии это метод измерений).

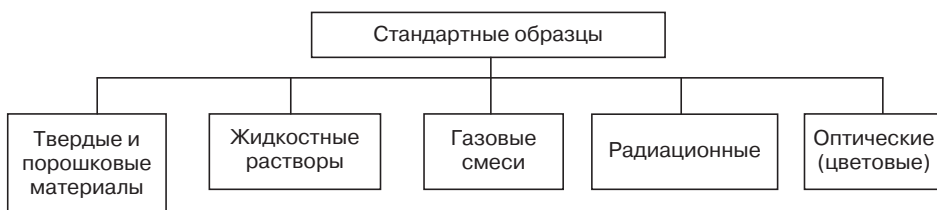


Рис. 2.1. Разновидности стандартных образцов

Так, например, при цветовых измерениях в *калориметрии* определяются качественные (неколичественные) свойства объекта в виде наборов СО цвета (атласы цветов), а при измерениях в медицине используются образцы для определения количественных характеристик состава и свойств веществ. Выделяют химические, физические и физико-химические методы анализа.

Аналитический сигнал — это любое свойство вещества, которое можно использовать для установления качественного и количественного состава объекта, например спектр поглощения или испускания.

Точка эквивалентности — это момент (например, в титриметрии), когда количество раствора известной концентрации эквивалентно количеству определяемого вещества в СО.

Референтная методика (метод) измерений — это методика измерений, принятая для получения результатов измерений (разд. 1.2).

Матрица химического состава СО — это компонент или совокупность компонентов, образующих данное вещество или материал и являющихся его основой. Выделяют простые матрицы, если СО состоит из чистых компонентов, и сложные, если компоненты представлены в частично известной среде.

Первичный стандартный образец — это утвержденный образец с наивысшими метрологическими свойствами, аттестованное значение которого установлено *первичным* методом измерения, т. е. без сравнения с эталоном единицы измерения. В соответствии с ГОСТ 8.694-2010 для стандартных образцов определено несколько методов, потенциально относящихся к *первичным* (безэталонным) методам измерений:

- титриметрия;
- гравиметрия;
- кулонометрия;
- понижение температуры застывания;
- масс-спектрометрия с изотопным разбавлением.

Вторичный стандартный образец — это образец, аттестованное значение которого установлено сравнением с первичным эталоном.

Метрологические характеристики СО — это комплекс характеристик, предназначенный для определения результатов измерений состава и свойств образцов и оценивания погрешностей (неопределенностей) полученных результатов.

Метрологическая аттестация СО — это заключительный этап работ, проводимый в целях определения метрологических характеристик образца с выдачей сопроводительного документа (паспорта) СО. Выделяют первичную (в целях утверждения типа ГОСТ Р 8.753-2011) и повторную аттестации.

Программа аттестации СО — раздел технической документации (ТЗ, ТУ) на разработку образца, устанавливающий объем, виды и последовательность работ по метрологической аттестации образца и сроки их проведения.

Методика аттестации СО — раздел технической документации (ТЗ, ТУ) на разработку образца, устанавливающий перечень определяемых метрологических характеристик, методы, средства и алгоритмы измерений, способы обработки результатов измерений и форму их представления.

Аттестованное значение СО (АСО) — это значение аттестуемой характеристики образца, установленное при его аттестации и приводимое в паспорте с указанием погрешности.

Референтная методика (метод) измерений — это методика измерений, принятая для получения результата измерений.

Прослеживаемость результатов измерений АСО — это прослеживаемая связь аттестованных значений АСО к соответствующим единицам СИ или опорным значениям. Термин «прослеживаемость» также допускается определять как достоверность полученных результатов измерений с установленными неопределенностями при сравнении их с эталонными значениями наивысшего метрологического уровня (ГОСТ 8.763-2011).

Категория СО — признак, определяющий уровень его признания (утверждения) и область применения. Выделяют следующие категории стандартных образцов:

- государственный (ГСО), признанный национальным органом по метрологии, стандартизации и сертификации;
- межгосударственный (МСО), признанный в соответствии с принятыми правилами, установленными Межгосударственным советом по метрологии, стандартизации и сертификации;
- отраслевой (ОСО), утвержденный органом, наделенным полномочиями от государственной системы управления, применяемый на предприятиях или в организациях отрасли;
- стандартный образец предприятия (СОП), утвержденный руководителем предприятия и применяемый в соответствии с нормативными документами.

Срок годности экземпляра СО — интервал времени, исчисляемый с даты выпуска экземпляра образца, в течение которого гарантируется соответствие метрологических характеристик СО, указанным в его паспорте.

Метрологическая аттестация состава и свойств стандартных образцов проводится в соответствии с утвержденными нормативно-техническими докумен-

тами (НТД) России, учитывающими зарубежный опыт. Основные действующие документы РФ по стандартным образцам приведены в табл. 2.1.

По метрологической соподчиненности СО подразделяются на следующие:

- стандартные образцы, входящие в состав поверочных схем в качестве рабочих эталонов соответствующего разряда;
- первичные и вторичные стандартные образцы, обеспечивающие цепочки «прослеживаемости» к единицам Международной системы единиц (SI) или к иным принятым в РФ единицам.

Следует отметить, что для первичных СО аттестованные значения устанавливаются с использованием *первичного метода* измерений, имеющего наивысшие метрологические свойства, определенные без сравнения с эталоном единицы величины того же рода. Для вторичных стандартных образцов аттестованные значения устанавливаются сравнением с первичным СО.

Таблица 2.1. Основные нормативные документы в области СО

Обозначение	Наименование
ГОСТ 8.315-97	Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения
ГОСТ 30764-2002	Стандартные образцы гранулометрического состава загрязнителей жидких технологических сред
ГОСТ 8.532-2002	Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация
ГОСТ Р 8.609-2004	Стандартные образцы системы государственного учета и контроля ядерных материалов
ГОСТ Р 8.52361-2005	Контроль объекта аналитический. Термины и определения
ГОСТ 8.637-2007	Стандартные образцы для метрологического обеспечения средств неразрушающего контроля трубопроводов
ГОСТ Р ИСО 15194-2007	Стандартные образцы. Изделия медицинские для диагностики. Измерение величин в пробах. Описание стандартных образцов
РМГ 93-2009	Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов
ГОСТ Р 8.691-2010 (Рук-во ИСО 31: 2000)	Стандартные образцы материалов (веществ). Содержание паспортов и этикеток
ГОСТ Р 8.694-2011 (Рук-во ИСО 35: 2006).	Стандартные образцы материалов (веществ). Общие статистические принципы определения метрологических характеристик
ГОСТ Р 8.776-2011	Стандартные образцы состава газовых смесей
ГОСТ 8.810-2012	Стандартные образцы. Программа и методика определения метрологических характеристик

Таким образом, для использования АСО в качестве эталона необходимо, чтобы аттестованные значения имели прослеживаемую связь к соответствующим единицам СИ или опорным значениям шкал ФВ.

Метрологический надзор за выпуском и применением АСО в сфере государственного регулирования проводят Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии, а также другие федеральные органы исполнительной власти, уполномоченные правительством РФ осуществлять данный вид надзора в установленной сфере деятельности.

Государственный метрологический надзор может распространяться на деятельность юридических лиц и индивидуальных предпринимателей в случае добровольной аттестации СО.

2.2. Метрологические характеристики стандартных образцов. Аттестация образцов и сопровождающих документов

Значения всех метрологических характеристик (МХ) СО устанавливаются в процессе *аттестации* образца и приводятся в паспорте на него. При этом применение СО должно осуществляться в соответствии с требованиями нормативно-технических документов (НТД) на методы анализа (измерений), испытаний, контроля, поверки и градуировки СИ, а также аттестованных методик выполнения измерений с использованием поверочных схем.

В соответствии с требованиями НТД к основным метрологическим характеристикам (МХ) стандартных образцов, которые нормируются в документации СО, относятся:

- аттестованное значение образца, т.е. значение, воспроизводимое им и установленное при его аттестации с указанием погрешности;
- погрешность (неопределенность) аттестованного значения СО — разность между аттестованным и истинным значением величины, воспроизводимой той частью образца, которая используется при измерении;
- характеристика *однородности* СО — характеристика свойства образца, выражающегося в постоянстве значения величины, воспроизводимой его различными частями, используемыми при измерениях;
- характеристика *стабильности* СО — это характеристика свойства образца, выражающегося в сохранении значений метрологических характеристик в установленных пределах, в течение указанного в паспорте срока годности при соблюдении заданных условий хранения и применения;

- функции влияния СО — это зависимость метрологических характеристик образца от изменения внешних влияющих величин в заданных условиях применения.

В зависимости от применяемого СО возможно использование и других метрологических характеристик.

Рекомендации к работам по проведению аттестации (испытаний) СО в целях определения метрологических характеристик монолитных, жидких, дисперсных (делимых) и газообразных веществ даны в документах: ГОСТ Р 810-2012, ГОСТ Р 8.694-2010, РМГ 93-2009, руководство ИСО — ISO Guide 35: 2006. Ключевым вопросом в установлении метрологических характеристик (МХ) образца при его аттестации является разработка программы и методики определения МХ образца с использованием методов химического и физико-химического анализа [9, 10].

Программа определения МХ при аттестации (испытании) стандартного образца должна содержать вводную часть и следующие разделы:

- общие положения;
- подготовка материала (пробы) СО к работам по определению МХ;
- соисполнители, участвующие в работе по определению МХ;
- методика определения метрологических характеристик СО;
- способ установления метрологической прослеживаемости СО;
- форма представления результатов определения МХ образца;
- сроки проведения работ по определению МХ образца.

Методика определения МХ стандартного образца при аттестации включает в себя вводную часть и следующие разделы:

- методика определения аттестованного значения СО;
- методика определения однородности СО;
- методика определения стабильности СО;
- формы представления результатов измерений при определении однородности и стабильности образца.

В целях правильности определения метрологических характеристик при аттестации стандартных образцов проводится метрологическая экспертиза программы и методики определения МХ образцов. При этом метрологическую экспертизу программы и методики проводят аккредитованные в установленном законодательством РФ порядке специалисты. К ним относятся эксперты-метрологи в области стандартных образцов. При проведении метрологической экспертизы программы и методики оценивают следующее (ГОСТ 8 810-2012):

- правильность употребления метрологических терминов и понятий;

- полноту изложения методики определения однородности и стабильности материала СО;
- соответствие выбранных методик (методов) измерений требованиям стандартов ГОСТ Р 8.563, ГОСТ Р 8.694;
- обоснованность выбора средств измерений СО и испытательного оборудования;
- соответствие алгоритма расчета стандартной неопределенности от неоднородности и нестабильности СО в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.694;
- обоснованность выбора способа установления метрологической прослеживаемости;
- соответствие формы представления определяемых метрологических характеристик СО.

С течением времени значение аттестуемой характеристики АСО может измениться по сравнению с аттестованным значением. Если значение АСО выходит за пределы диапазона, указанного в паспорте, необходимо проведение повторной аттестации АСО/СО или изъятие этого образца.

2.3. Особенности конструктивного исполнения СО

В отличие от классических эталонов метрологии большинство аттестованных ГСО изготавливают в виде экземпляров проб, например упаковок, пробирок, бутылок, баллонов или отдельных образцов твердых тел. Общий вид комплектов стандартных образцов показан на рис. 2.2а–д.

Требования к условиям хранения и материалу упаковок образцов сформулированы в ГОСТ Р 8.810-2012. В состав требований входят:

- определение условий хранения ГСО — температура, влажность, освещенность;
- требования к материалу упаковки, в которой должен находиться СО в течение времени исследования стабильности образца;
- периодичность измерений значения аттестуемой характеристики СО при определении стабильности образца с применением метода исследования стабильности.

Производство и изготовление ГСО относятся к опасным производственным объектам (ГОСТ Р 8.776-2011). Работы по их проектированию, наладке, ремонту регулируются Федеральным законом «О промышленной безопасности опасных производственных объектов».



Рис. 2.2. Виды стандартных образцов: *a* — ГСО 10991-2017 массовой доли натрия и хлора в твердой матрице; *б* — ГСО поверочных газовых смесей; *в, г* — ГСО для химического анализа; *д* — ГСО радиоактивности

Баллоны и оборудование, используемое для изготовления ГСО, их эксплуатация, транспортирование и хранение должны соответствовать правилам и нормам, а также иметь разрешение Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору на применение конкретных типов (видов) технических устройств. Запрещается изготавливать ГСО во взрывоопасных концентрациях.

Содержание этикетки СО (ГОСТ Р 8. 753-2011) должно включать:

- для СО утвержденных типов — знак утверждения типа;
- наименование изготовителя СО;
- наименование стандартного образца;
- регистрационный номер по Государственному реестру СО для утвержденных типов (для ГСО) или номер по реестру организации, корпорации, объединения, ведомства и других юридических лиц (для ОСО, СОП);
- номер партии (экземпляра) СО;

- дата выпуска партии (экземпляра);
- срок годности СО;
- предупреждение о вреде для здоровья и опасности.

2.4. Классификация методов анализа состава и свойств веществ

Определение качественных и количественных характеристик СО базируется на фундаментальных методах *аналитической* химии [9]. При этом *качественный* анализ заключается в определении отдельных элементов (или ионов), из которых состоит анализируемое вещество — *аналит*. Конечной целью *количественного* анализа является определение (измерение) содержания химических элементов, соединений в исследуемом анализе. При этом содержание определяемого компонента устанавливается *аналитическим сигналом*. Связь между аналитическим сигналом и содержанием компонента называют *градуировочной* характеристикой, которая может быть представлена в виде графиков, таблиц или формул. Значение 1-й производной градуировочной функции определяет *чувствительность* метода. Порог чувствительности характеризуется величиной обнаруживаемого минимума вещества.

Следует отметить, что анализ является достаточно сложным процессом и представляет собой совокупность взаимосвязанных операций, включая пробоподготовку, очистку, растворение, концентрирование, сушку, проведение испытаний, обработку и оценку полученных результатов испытаний (измерений). Каждый аналитический метод имеет свою область применения и характеризуется:

- временем, необходимым для проведения анализа;
- порогом чувствительности;
- точностью и воспроизводимостью результатов;
- правильностью результатов.

Принцип определения химического состава вещества любым методом сводится к тому, что состав вещества определяется по его свойствам.

Свойства веществ разделяют на две группы:

- интенсивные — не зависящие от количества вещества (длина волны, показатель преломления, частота линии в спектре и т. д.), они используются для целей качественного анализа;
- экстенсивные — зависят от количества вещества и обладают свойством аддитивности (суммирования), используются для количественного анализа.

Свойства веществ фиксируются аналитическими сигналами.

Многообразие анализируемых веществ и широкий диапазон их свойств обусловили разнообразие методов анализа. Поэтому в современной литературе методы химического анализа классифицируются по различным признакам. Наиболее часто используется классификация по принципу получения аналитического сигнала (АС). Соответственно, все методы аналитической химии основаны на получении и измерении аналитического сигнала. Основные методы аналитической химии показаны на рис. 2.3. В зависимости от принципа получения АС все методы разделяют на три основные группы [13, 14].

Химические методы анализа (в том числе и электрохимические) основаны на использовании химических реакций различных типов (например окислительно-восстановительных или кислотно-основных). При этом проводят реакцию, а затем наблюдают аналитический эффект или измеряют АС. К основным направлениям данного метода относят гравиметрию (весовой анализ) и титриметрию.

В биохимических исследованиях микроорганизмов (например, при определении количества молочной кислоты) используют как весовые, так и титриметрические методы анализа.

Физические методы анализа основаны на измерении физических свойств веществ, зависящих от химического состава. В этом случае химические реакции либо совсем не используются, либо играют вспомогательную роль. При этом наблюдение аналитического эффекта обеспечивается непосредственно анализом и основной упор делается на измерение АС.

Физико-химические методы анализа основаны на измерении физических свойств веществ, которые появляются или изменяются в результате химических реакций. При этом сначала проводят реакцию, а затем измеряют АС физического свойства продукта реакции или используют измерение физического свойства в ходе реакции до установления конечной точки титрования.

Химические методы анализа часто называют *классическими*, а физические и физико-химические методы анализа — *инструментальными*, т. е. с использованием измерительной аппаратуры.

Наибольшее значение среди химических методов количественного анализа имеют гравиметрические и титриметрические методы определения состава и свойств СО. В общем случае эти методы являются стандартными для оценки правильности определения. Основная область их применения — прецизионное определение больших и средних количеств веществ.

Классические методы анализа наиболее часто используются на предприятиях химической промышленности для контроля хода различных технологических

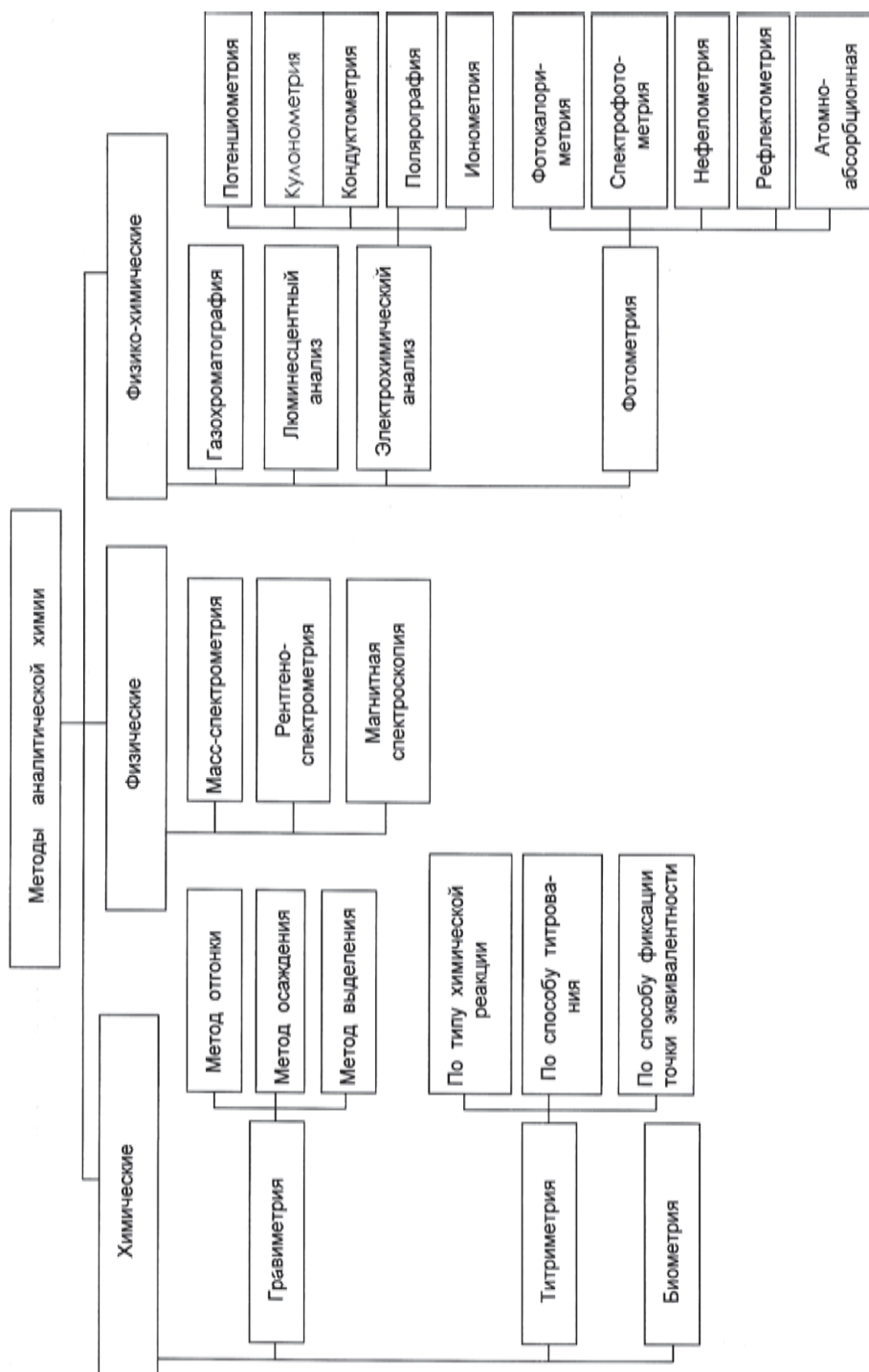


Рис. 2.3. Основные методы аналитической химии

процессов, качества сырья и готовой продукции. На основе этих методов осуществляется и *фармацевтический* анализ при определении качества лекарств и лекарственных средств.

2.4.1. Гравиметрические (весовые) методы анализа

Гравиметрия — это химический метод количественного анализа вещества, основанный на точном измерении *массы* аналита (например выпавшей в осадок) после ее фильтрации и просушки или составных частей аналита, выделенных в виде соединения точно известного состава. Гравиметрический метод химического анализа относится к наиболее точным классическим методам. Средняя точность определения (измерения) компонента составляет порядка 0,1–0,2%. Достижимая погрешность может достигать 0,05%. При этом любой химический анализ базируется на химической реакции



где P — продукт химической реакции, R — вещество (реагент), принимающее участие в химической реакции.

В зависимости от вида (типа) вещества (твердое, жидкое, газообразное) при определении количества вещества можно использовать разные методы получения результата данной реакции [8, 9]. Широко используют также *электрогравиметрические* методы определения состава вещества. В общем случае по способам *отделения* определяемого компонента различают три гравиметрических метода анализа: выделения, осаждения и отгонки.

Метод выделения заключается в том, что определяемый компонент (аналит) выделяют из пробы в свободном состоянии, т. е. сразу в виде элемента. Затем его точно взвешивают. Например, при определении катионов металлов их восстанавливают до свободного металла, который взвешивают.

Метод отгонки базируется на том, что определяемый компонент при нагревании формируется в виде летучего соединения. При этом содержание аналита определяют по изменению массы исходной пробы в процессе отгонки летучего соединения. Метод отгонки используется в количественном анализе органических лекарственных препаратов.

Метод осаждения заключается в получении осаждаемой формы (ОФ) определяемого компонента в виде *малорастворимого* соединения, которое фильтруют, высушивают или прокаливают. По полученному продукту рассчитывают массу аналита. Высушивание проводят в сушильных шкафах, а прокаливание — в электропечи. Метод осаждения является самым распространенным

в гравиметрическом анализе. Чаще всего его используют для определения ионов, дающих малорастворимые соединения. На основе методов осаждения разработаны гравиметрические способы и методики определения большинства катионов металлов, анионов, а также ряда органических веществ с использованием как неорганических, так и органических *осадителей*. Основные операции гравиметрического метода осаждения показаны на рис. 2.4.

Расчет величины навески пробы делают по уравнению реакции на аналитических весах. При фильтровании отделяют осадок от раствора. В качестве фильтров используют бумажные беззольные фильтры, фарфоровые или стеклянные фильтрующие тигли, которые подбирают в зависимости от способа дальнейшей термообработки. Промывание используют для удаления из осадка ионов, которые не могут улетучиться при дальнейшем прокаливании.

Гравиметрические методы определения состава веществ имеют ряд *достоинств* перед другими методами анализа. Выделяют надежность и точность метода. В данном случае предел определения ограничивается растворимостью осадка и чувствительностью аналитических весов. Общий вид высокоточных аналитических весов AF 225 DR фирмы SHINCO (Япония) показан на рис. 2.5. Максимальный измеряемый вес — до 150 г. Точность измерений — 0,0001 мг.

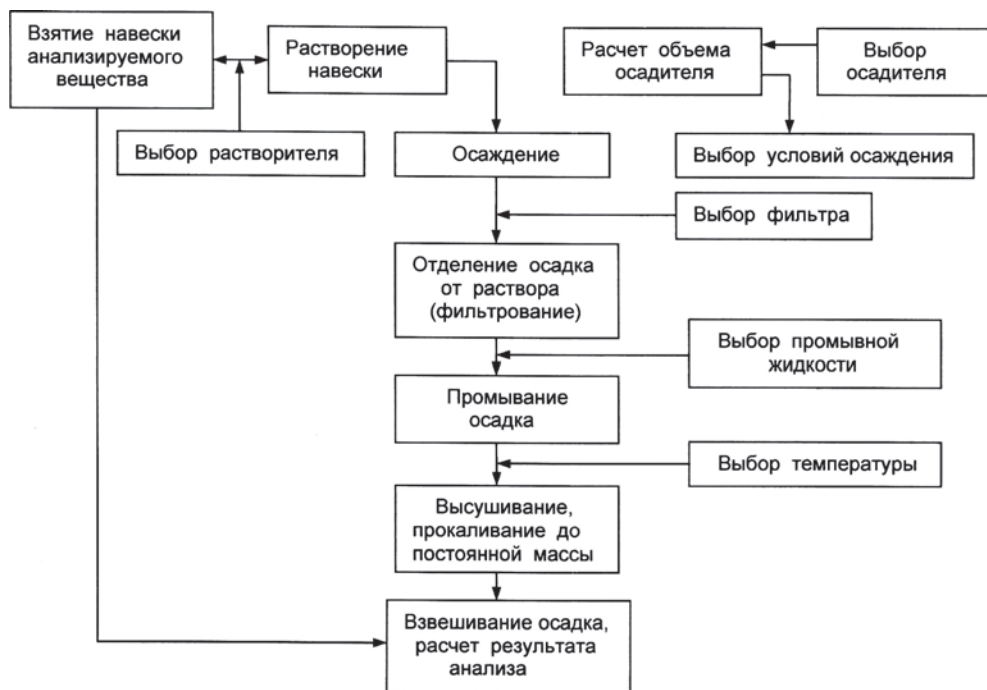


Рис. 2.4. Основные операции метода осаждения

Точность определения может достигать 0,05 %. Так, для весов с точностью взвешивания 0,0001 г систематическая ошибка измерений определяется соотношением

$$\frac{S_x}{x} = \sqrt{\left(\frac{0,0001}{a}\right)^2 + \frac{1}{n}\left(\frac{0,0001}{m}\right)^2}, \quad (2.2)$$

где a — навеска; n — число прокаливаний; m — гравиметрическая масса.

Тогда при $a = 0,2598$ г, $n = 3$ и $m = 0,1754$ г определенная по (2.2) систематическая ошибка будет равна $0,0005 = 0,05\%$

Благодаря этим достоинствам гравиметрический метод широко используется при проведении аттестации эталонных образцов, при определении концентрации стандартных растворов различных веществ, а также при арбитражных анализах.

К основным недостаткам гравиметрического метода относят длительность проведения анализа. На анализ обычно затрачивается несколько часов. Поэтому данный метод не применяют для контроля хода технологических процессов, а используют для контроля качества сырья и готовой продукции. К другим недостаткам относят трудоемкость и малую чувствительность.

2.4.2. Титриметрические методы анализа

Титриметрический анализ — это метод количественного химического и электрохимического анализа, основанный на точном измерении *объема* израсходованного (вводимого) раствора *реагента R* с точно известной концентрацией. Ранее такой метод назывался *объемным*. Сейчас под *объемным анализом* понимают совокупность методов, основанных на измерении объема жидкой, газовой или твердой фаз. Данный метод основан на процессе титрования, который был предложен Ж. Гей-Люссаком.

Титрование — это процесс определения состава вещества, при котором в пробу X постепенно с помощью высокоточной измерительной *бюретки* прибавляют небольшие порции реагирующего с ним другого вещества (реагента) до того момента, пока все определяемое вещество в пробе не вступит с ним в реакцию. Реагент для титрования называют *титрантом*.

Реакция должна протекать по строго определенному стехиометрическому уравнению, побочные реакции должны быть исключены. Титрант реагента с точно известной концентрацией часто называют *стандартным* или *рабочим*.



Рис. 2.5. Аналитические весы серии AF 225 DR

Момент титрования, при котором количество прибавленного титранта становится химически эквивалентным количеству определяемого вещества, называют *точкой эквивалентности*.

Обычно титрант добавляют к анализируемому веществу в виде раствора с точно известной концентрацией растворенного вещества. При этом количество титранта, вступившего в реакцию, определяется по объему затраченного раствора [10]. В настоящее время титрант можно добавлять не только в виде раствора, но и в виде порошка, таблеток или пропитанной бумаги. К *стандартным* (исходным) растворам предъявляют строгие требования. Ими могут быть только химически чистые (примеси меньше 0,01 %), устойчивые и хорошо растворимые вещества.

Титриметрические методы анализа являются одним из основных методов химического и электрохимического анализа с достижимой погрешностью определения не хуже 0,5 %. Широта данных методов определения состава обусловила различные виды их классификации.

Так, по типу *химических реакций* с реагентом выделяют следующие виды титрования:

- окислительно-восстановительное (редоксиметрия);
- кислотнo-основное (метод нейтрализации);
- комплексометрическое (с использованием комплексных соединений);
- осадительное (седиметрия).

По типу *применяемого титранта* выделяют:

- титрование щелочью (алкалиметрия);
- титрование кислотами (ацидиметрия);
- комплексометрия и др.

По *приемам титрования* выделяют:

- прямое (непосредственная реакция с титрантом);
- обратное (метод титрования по остатку);
- заместительное (косвенное титрование).

При прямом титровании пробу анализируемого вещества титруют стандартным раствором до точки эквивалентности. Конец титрования, когда количество стандартного реактива эквивалентно количеству определяемого в растворе вещества, устанавливают визуально по изменению окраски при реакции или инструментально на основе физико-химических методов анализа (потенциометрического или амперометрического). Чем точнее определена точка эквивалентности, тем меньше ошибка анализа.

Обратное титрование, или по остатку, применяют, когда определяемое вещество не реагирует со стандартным раствором или реагирует недостаточно

быстро. В этом случае к пробе анализируемого вещества прибавляют заведомый избыток стандартного раствора и остаток его после реакции с определяемым веществом титруют другим стандартным раствором.

Титрование по замещению применяют, когда непосредственное определение данного вещества затруднительно. В этом случае анализируемое вещество посредством реакции переводят в другое соединение, которое титруют стандартным раствором.

К объемному методу относят также многие методы *газового* анализа, когда при выполнении измерений определяют объем какого-либо поглотившегося или выделившегося газа.

По *аналитическому сигналу* точки эквивалентности процесса титрования выделяют:

- титрование с изменением цвета реагента или пробы при химической реакции;
- титрование с резким измерением электрических параметров процесса титрования (напряжения, тока, проводимости и др.) при электрохимических методах анализа (инструментальное титрование).

Наиболее точных результатов определения состава веществ можно достичь при автоматизации процесса титрования и использовании электрохимических методов анализа. Электрохимические методы анализа базируются на электродных процессах и возникающих электродных потенциалах, которые формируются на границе электрод — электролит в измерительных ячейках. Электродный потенциал (глава 1) — это разность электрических потенциалов между электродом и находящимся с ним в контакте электролитом. При этом измеряют разность потенциалов между индикаторным электродом и выбранным электродом сравнения с известным потенциалом, условно принятым за нуль (рис. 1.10).

На практике наиболее широкое применение получили автоматические кулонометрические и потенциометрические титраторы, основанные на окислительно-восстановительных реакциях.

Общий вид автоматических титраторов для измерения состава материалов и веществ показан на рис. 2.6.

В качестве индикаторных (рабочих) электродов в потенциометрических титраторах применяют индифферентные металлы Pt, Au, Ag и др. Иногда используют и ионоселективные мембранные электроды. Для определения конечной точки титрования (точки эквивалентности) в виде резкого скачка потенциала измерительной цепи применяют графические и расчетные методы. При этом строят графики зависимости величины потенциала от количества добавляемого



Рис. 2.6. Общий вид автоматических титраторов

реагента (титранта), т. е. $E = f(R_{\text{титранта}})$. Примеры некоторых кривых потенциометрического титрования с максимальной крутизной в точке эквивалентности показаны на рис. 2.7.

Для более точного определения точки эквивалентности лучше использовать метод первой производной $\Delta E/\Delta R$ от интегральной кривой с точкой перегиба. Метод потенциометрического титрования особенно часто применяют при анализе растворов, содержащих несколько ионов без их предварительного разделения.

В общем случае использование электрохимических методов анализа позволяет добиться высокой точности и воспроизводимости определения состава и обеспечить полную автоматизации измерений.

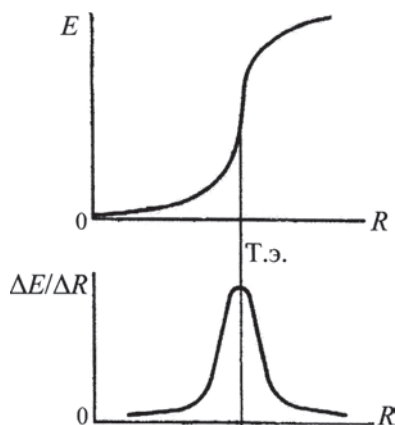


Рис. 2.7. Формы кривых потенциометрического титрования

2.5. Формирование проб стандартных образцов

Проведение химического анализа начинают с отбора и подготовки пробы СО. Если они проведены неправильно, то тщательно измеренный аналитический сигнал не дает правильной информации о содержании определяемого компонента. Погрешность при пробоотборе делает бессмысленным использование высокоточных методов измерений. Приемы и порядок отбора проб установлены ГОСТ Р 8.694-2010.

Первоочередная задача разработки и аттестации СО заключается в установлении необходимого количества исходного материала, из которого будет изготовлен образец с требуемыми свойствами. Следует учитывать, что некоторые комбинации «материал — свойство» очень редкие, что требует поиска компромиссных решений. В некоторых случаях может быть использован метод смешивания или добавок.

Количество необходимого материала определяется следующими факторами:

- числом экземпляров разрабатываемого СО;
- числом проб, необходимых для исследования однородности;
- числом проб, необходимых для исследования стабильности;
- числом проб, необходимых для исследования возможности выполнения программ и определения метрологических характеристик СО;
- количеством материала, необходимого для одного измерения.

В связи с тем, что срок годности СО зависит от стабильности материала, этот параметр также влияет на количество исходного материала. Выбор методик определения однородности и стабильности экземпляров материала СО подробно рассмотрен в ГОСТ Р 8.694-2010. При отборе различают генеральную, лабораторную и анализируемую пробы.

Генеральная проба отбирается непосредственно из объекта. Она может быть в пределах от 1 до 50 кг, а для некоторых объектов (например руды) — от одной до пяти тонн.

Лабораторная проба с массой материала от 25 г до 1 кг формируется путем сокращения генеральной пробы. При этом ее разделяют на три части. Одну часть применяют для предварительных исследований, другую — для арбитражных анализов, третью используют в качестве анализируемой пробы.

Содержание определяемого компонента в анализируемой пробе должно отражать среднее содержание этого компонента в исследуемом объекте.

При отборе пробы необходимо учитывать:

- агрегатное состояние объекта (газ, жидкость, твердое вещество);

- неоднородность материала и размер частиц неоднородности;
- возможность изменения объекта во времени;
- способ измерения аналитического сигнала;
- требуемую точность определения состава и свойств.

Следует отметить, что все стадии анализа при отборе и исследовании партии проб и внутриэкземплярной неоднородности связаны между собой и погрешность однородности и стабильности при отборе пробы определяет общую точность определения компонента.

Обобщенный пример этапов измерительной цепи и демонстрации *прослеживаемости* результата измерений начиная с исследования пробы приведен на схеме, показанной на рис. 2.8. В представленной схеме матричные аттестованные СО (АСО) могут быть использованы для демонстрации точности результатов измерений. Матричные образцы при аттестации СО показывают определенную степень контроля качества (КК) измерений. Чистые матричные материалы, чистые экстракты и т. п. могут быть использованы в целях проверки



Рис. 2.8. Пример измерительной цепи для определения характеристик СО

методики (метода) измерений или для установления поправочного коэффициента (ГОСТ 8.694-2010).

Градуировку, поверку, калибровку средств измерений необходимо проводить по эталонам или АСО, имеющим прослеживаемость к соответствующим национальным или международным эталонам, а в случае отсутствия последних — к принятым опорным значениям.

При этом градуировка, поверка, калибровка СИ должны обеспечивать точные измерения, чтобы не вносить дополнительной неопределенности. Опорным значением может быть единица СИ, воспроизводимая эталоном, или условная шкала, хранимая национальным метрологическим институтом.

Добавки, холостые пробы-добавки и т.д. могут быть использованы для исследования каких-либо участков измерительной цепи или при установлении значений аттестуемой характеристики материала СО. Для установления и демонстрации прослеживаемости результатов измерений необходимо контролировать:

- взвешивание пробы;
- чистоту реактивов, растворителей, «чистых материалов»;
- градуировку, поверку, калибровку СИ, а также калибровку мерной посуды;
- помехи в измерительном сигнале;
- обоснованные статистические методы для проведения расчетов;
- загрязнения, потери в измерительном процессе.

Все эти факторы могут быть подвергнуты требуемому контролю путем подтверждения правильности методики (метода) измерений. При этом правильность любой методики измерений должна быть надлежащим образом продемонстрирована и, соответственно, подтверждена установленными требованиями. Оценка согласованности результатов измерений, полученных при межлабораторном эксперименте, может быть частью подтверждения правильности методики измерений и отбора проб.

2.6. Оценка метрологических характеристик стандартных образцов

Состав метрологических характеристик СО, оценку которых необходимо производить и аттестовать, был рассмотрен в разд. 2.2. В основе аттестации СО — разработка *программы* определения метрологических характеристик (МХ) и *методики* определения МХ стандартного образца, входящих в состав

технологической документации на образец. Программу и методику разрабатывает организация, осуществляющая планирование и выполнение работ по определению МХ образца. При этом необходимо установить правильность, воспроизводимость и достоверность аналитической методики, обеспечивающей требуемую точность измерений. Кроме того, методика должна обеспечивать метрологическую *прослеживаемость* к единицам величин, воспроизводимым государственным первичным эталоном или национальным эталонам зарубежных государств.

В общем случае оценка МХ образцов является довольно сложной метрологической задачей. Это обусловлено огромным количеством исследуемых однокомпонентных или многокомпонентных твердых, жидких и газообразных веществ. Анализ нормативных документов России по оценке неопределенностей (погрешностей) МХ образцов показал, что оценка может проводиться по различным направлениям:

- по результатам, полученным в нескольких лабораториях одним или несколькими методами;
- по результатам исследований, полученным в одной лаборатории несколькими методами;
- с применением эталонов;
- с использованием аттестованных МВИ;
- по результатам косвенных измерений (по процедуре приготовления) и оценке влияющих величин.

Полная оценка МХ для отдельных экземпляров и наборов СО с использованием *межлабораторных* исследований при отборе проб и установлении неопределенности аттестованного значения образца (АСО) рассмотрена в ГОСТ 8.694-2010 и ГОСТ Р 8.810-2012 (разработка программы). При этом учитываются все основные факторы, влияющие на неопределенность результата измерений АСО, к которым относят:

- неоднородность материала СО;
- нестабильность значений аттестуемой характеристики образца;
- способ определения АСО.

С учетом данных источников суммарную стандартную неопределенность АСО можно определить из уравнения (ГОСТ Р 8.694-2010)

$$u_c^2 = u_{chair}^2 + u_{bb}^2 + u_{lis}^2 + u_{sts}^2, \quad (2.3)$$

где u_c^2 — суммарная стандартная неопределенность; u_{chair}^2 — стандартная неопределенность, обусловленная способом определения АСО; u_{bb}^2 — стандартная

неопределенность, обусловленная неоднородностью вещества; u_{ls}^2 — стандартная неопределенность, обусловленная долговременной нестабильностью; u_{sts}^2 — стандартная неопределенность, обусловленная кратковременной нестабильностью

Срок службы АСО определяют с учетом влияющих факторов на нестабильность образца. Методику с использованием уравнения (2.3), как правило, используют при разработке первичных СО, находящихся в сфере государственного регулирования.

Другое направление оценки МХ (РМГ 93-2009) базируется на основе уже аттестованных эталонов (ГСО) или методик МВИ с использованием результатов исследований, проведенных в *одной лаборатории*. Наиболее часто данное направление применяется при оценке метрологических характеристик вторичных образцов категорий ОСО, МСО, СОП.

Уравнение для оценки суммарной неопределенности АСО в данном случае аналогично (2.3):

$$u_c^2 = u_{chair}^2 + u_h^2 + u_{stab}^2, \quad (2.4)$$

где u_h^2 — стандартная неопределенность от неоднородности; u_{stab}^2 — стандартная неопределенность от нестабильности.

Для примера рассмотрим один из методов определения погрешности аттестованного значения СО, проведенного в одной лаборатории на базе сличения с уже аттестованными эталонами и с учетом формулы (2.4).

Порядок расчета неопределенности АСО с применением *эталона* начинают с выбора и обоснования эталонной базы. Эталоны должны иметь действующие сертификаты о калибровке, содержащие значение расширенной неопределенности $u(\theta)$ с указанием коэффициента охвата k и стандартного отклонения, полученных результатов измерений в условиях повторяемости σ_r . Стандартное отклонение *промежуточной* прецизионности $\sigma_{I(T)}$ эталона при оценивании нестабильности СО должно удовлетворять условию (ГОСТ Р ИСО 5725-3-2002)

$$\frac{\sigma_{I(T)}}{u_{доп}} \leq 2, \quad (2.5)$$

где $u_{доп}$ — допускаемое значение расширенной неопределенности аттестуемого значения образца в соответствии с ТЗ на разработку.

При выборе конкретных эталонов (ГСО) для определения аттестованных значений образцов руководствуются следующими соотношениями:

$$u(\theta) \leq u_{доп}; \sigma_r \leq 1,2 u_{доп}, \quad (2.6)$$

где $u(\theta)$ — значение расширенной неопределенности применяемого эталона с указанием коэффициента охвата; σ_r — стандартное отклонение результатов измерений в условиях повторяемости.

Измерения при определении АСО проводят согласно правилам выполнения измерений на эталоне с поверочной установкой или МВИ, рекомендуемой разработчиком образца. Для СО монолитных и дисперсных (делимых) материалов необходимо предварительно оценить стандартную неопределенность от неоднородности u_h^2 в соответствии с требованиями РМГ 93-2009. При поэкземплярной аттестации образца стандартную неопределенность от неоднородности не учитывают ($u_h^2 = 0$).

При многократных наблюдениях общее число измерений j , необходимых для оценки аттестованного значения СО, определяют по допускаемому стандартному отклонению $s_{\text{доп}}$ среднего значения результатов в условиях повторяемости по соотношению

$$s_{\text{доп}} = \sqrt{\frac{u_{\text{доп}}^2}{4} - \frac{u^2(\theta)}{k^2} - u_h^2}, \quad (2.7)$$

где k — коэффициент охвата.

Далее находят значения величин ξ и η по формулам (РМГ 93-2009)

$$\xi = \frac{u(\theta)}{2s_{\text{доп}}}, \quad \eta = \frac{\sigma_r}{2s_{\text{доп}}}. \quad (2.8)$$

По полученным значениям, используя табл. 2.2, определяют число наблюдений j .

Оценка стандартной неопределенности от способа определения u_{char} образца проводится в условиях повторяемости результатов n измерений x_1, x_2, \dots, x_n , где $n \geq j$. При этом вычисляют среднее значение результатов измерений и их стандартное отклонение s по формулам

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i, \quad s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}. \quad (2.9)$$

Используя стандартное отклонение повторяемости по критерию хи-квадрат, проводят сравнение полученного значения s по неравенству

$$\frac{s}{\sigma_r} \leq \frac{\chi_{0,95}^2(v)}{v}. \quad (2.10)$$

где $v = n - 1$ — число степеней свободы, $\chi_{0,95}^2(v)$ — квантиль распределения с v степенями свободы, значения которых приведены в табл. 2.3.

Таблица 2.2. Определение числа наблюдений j

η	ξ							
	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1,0
0,2	3	3	3	3	3	3	3	4
0,3	3	3	3	3	3	4	4	4
0,4	3	4	4	4	4	4	5	9
0,5	3	4	4	4	4	5	6	12
0,6	4	4	4	4	4	6	8	15
0,7	4	5	5	6	6	7	9	20
0,8	4	5	5	6	6	9	11	26
0,9	5	5	6	7	8	10	14	33
1,0	6	7	8	9	10	11	15	41
1,10	8	8	9	9	10	13	17	49
1,20	9	9	9	10	12	15	20	58

Таблица 2.3. Квантили χ^2 распределения $\chi_{0,95}^2(\nu)$

ν	$\chi_{0,95}^2(\nu)$	ν	$\chi_{0,95}^2(\nu)$	ν	$\chi_{0,95}^2(\nu)$
1	3,841	11	19,675	22	33,924
2	5,991	12	21,026	24	36,415
3	7,815	13	22,362	26	38,885
4	9,488	14	23,685	28	41,337
5	11,070	15	24,996	30	43,773
6	12,592	16	26,296	32	46,194
7	14,067	17	27,587	34	48,602
8	15,507	18	28,869	36	50,998
9	16,919	19	30,144	38	53,384
10	18,307	20	31,410	40	55,758

Если неравенство (2.10) выполняется, то аттестованное значение СО вычисляют с учетом среднего значения всех результатов измерений по стандартной неопределенности от способа определения аттестованного значения, соотношением

$$u_{chair} = \sqrt{\frac{s^2}{n-1} + \frac{u^2(\theta)}{k^2}}. \quad (2.11)$$

Если неравенство (2.10) не выполняется, то полученные результаты измерений бракуют и повторяют процедуру оценки заново.

2.7. Порядок разработки стандартных образцов

Создание СО в общем случае включает в себя следующие основные этапы (ГОСТ 8.315-97):

- разработка технического задания на СО, в состав которого входят проект программы (последовательность работ по аттестации) и (или) методики проведения аттестации образца по перечню определяемых метрологических характеристик, включая способы обработки результатов измерений;
- проведение исследований и экспериментальных работ по изготовлению экземпляров СО;

- определение метрологических характеристик СО в соответствии с программой и методикой аттестации;
- разработка технической и нормативной документации на СО и оформление отчета о разработке;
- проверка технической документации на тип СО;
- утверждение типа СО и его регистрация.

Техническое задание на разработку стандартного образца составляет и утверждает организация-разработчик с учетом требований ГОСТ 15001.

Таблица 2.4. Государственные стандартные образцы

Номер в Госреестре СО	Наименование СО	Производитель	Номер свидетельства	Срок действия, г.
ГСО 11020-2018	СО фракционного состава нефти и нефтепродуктов	Российская Федерация, ООО «ИНТЕГРСО»	5377	13.02. 2023
ГСО 11018-2018	СО сталей типов: У12А, 60С2, 38Х2 МЮА, 10ХСНД	Российская Федерация, ЗАО «ИСО»	5375	13.02.2023
ГСО 11017-2017	СО чугунов типов: АСЧ-2, ПФ2, ПФ3, П1, ПВК3, ЧХ	Российская Федерация, ЗАО «ИСО»	5301	01.10. 2047
ГСО 11015-2017	СО состава природного газа магистрального (ПМГ-8)	Российская Федерация, ООО «Газпром-транс»	5299	27.12.2022
ГСО 11005-2017	СО состава циркония на содержание водорода	Российская Федерация, АО «Чепецкий механич. завод»	5302	01.07.2027
ГСО 11004-2017	СО удельного объема нанопористого углерода	Российская Федерация, ФГУП «УНИИМ»	5295	14.12.2022
ГСО 10983-2017	СО состава алюминия (набор VSA-5)	Российская Федерация, АО «Виктори-Стандарт»	5281	04.12. 2037
ГСО 10981-2017	СО массовой доли воды (AQUASTAR™ WATER STANDARD)	Германия, Merck KGaA	5279	13.12.2022
ГСО 10943-2017	СО состава раствора меди (набор Си)	Российская Федерация, ФГУП «УНИИМ»	5266	13.12.2022

Для установления аттестованных значений вторичных СО используют методики аттестации с применением эталонных СИ и утвержденных МВИ.

Утвержденные типы СО всех категорий подлежат внесению в реестры, которые ведут органы, осуществляющие утверждение.

Общие требования к программам и методикам аттестации рассмотрены в рекомендациях МИ 2838-2003 и ГОСТ 8.694-20010. Перед началом проведения работ с производством и определением метрологических характеристик СО необходимо составить план эксперимента. Основная часть планирования эксперимента заключается в установлении количества исходного материала, а также в выборе методик (методов) измерений, используемых при определении однородности, стабильности, значений аттестуемой характеристики материала СО. Особенно важен при планировании работ выбор числа отбираемых проб материала, зависящих от различных факторов.

При подготовке программы разработки необходимо указать, какой именно вид СО и какую конкретную матрицу (материал) предполагается разрабатывать. В разрабатываемой программе должно быть подробно изложено определение метрологических характеристик СО и нормирование неопределенности аттестованного значения. основополагающим условием при разработке программы определения метрологических характеристик СО является правильный выбор опорных значений с установкой прослеживаемой связи аттестованных значений. Решение о признании (утверждении) СО принимают:

- межгосударственный совет — по признанию межгосударственных СО;
- национальный орган по метрологии — по утверждению государственных СО;
- компетентный орган, наделенный соответствующими полномочиями от государственного органа управления или объединения юридических лиц, — по утверждению отраслевых СО;
- руководитель предприятия или его заместитель — по утверждению СО предприятия.

В состав разрабатываемых технических документов на тип СО входят также проекты описания типа, паспорт СО и этикетки. В качестве примера в табл. 2.4 приведены некоторые утвержденные за последние годы государственные стандартные образцы (ГСО).

Как уже отмечалось, СО, находящиеся в сфере государственного регулирования, должны проходить обязательную процедуру утверждения типа и заноситься в Госреестр СО России.

ГЛАВА 3

ИЗМЕРЕНИЕ И КОНТРОЛЬ ЛИНЕЙНЫХ РАЗМЕРОВ

3.1. Общие сведения

В науке и технике измерение линейных размеров требуется выполнять в очень широком диапазоне значений — от долей нанометров, соизмеримых с размерами атомов и атомных решеток, до сотен и тысяч километров при решении геодезических, навигационных или астрономических задач. Соответственно, в зависимости от участка этого огромного диапазона эталонная база, методы и средства измерений линейных размеров могут отличаться друг от друга. При этом эффективность метрологического обеспечения (МО) измерений в широком диапазоне размеров существенно упрощается при создании единого эталона длины, времени и частоты [1].

Так как установить жесткие границы поддиапазонов линейных размеров не представляется возможным, то для разграничения огромного парка существующих средств измерений и контроля необходимо условно выделить несколько поддиапазонов линейных размеров и характерных для них перекрывающихся по диапазонам групп приборов.

Для измерений линейных размеров *в нано- и микрометровом диапазонах* (0–2000 мкм) используются приборы, основанные на различных физических принципах. Наибольшей разрешающей способностью (до 0,1 нм) обладают электронные и атомно-силовые измерительные микроскопы. Для измерений с разрешающей способностью до 10 нм используют оптические микроскопы. При измерениях и контроле микрометровых объектов с разрешающей способностью до 0,1 мкм широкое применение нашли оптиметры, компараторы, микроинтерферометры, оптикаторы (оптические рычаги), микрокаторы, механотроны, микрометрические пары, микронивелиры.

В машиностроении диапазон измерений линейных размеров, как правило, лежит в пределах 1–10000 мм. Особенностью этого диапазона размеров является то, что при измерениях наряду с оптическими, электрическими и электронными СИ используются широкий набор механических приборов, концевых мер, приспособлений и инструментов (штангенциркулей, глубиномеров, нутромеров, микрометров и др.). Выбор инструмента обуславливается предельными размерами объекта и погрешностью измерений.

Диапазон измерений при *геодезических, дальномерных и координатных* работах охватывает размеры от десятков метров до 100 км. В качестве измерительных инструментов в данном случае используются оптические и лазерные приборы. К ним относятся теодолиты, лазерные линейки и дальномеры, тахеометры, оптические нивелиры, геодезические GPS- и ГЛОНАСС-приемники.

Диапазон *дальних и сверхдальних измерений* линейных размеров (расстояний, высот) лежит в пределах от одного до многих сотен и тысяч километров. В качестве измерителей используют сложные радиотехнические и лазерные спутниковые системы ориентации и навигации. Широкое распространение получили наземные и планетарные (астрономические) локационные системы.

Огромный диапазон линейных размеров обусловил большой набор нормативно-технических документов, поверочных установок, рабочих эталонов и средств измерений. В общем случае широкий диапазон линейных размеров перекрывается двумя государственными поверочными схемами для СИ времени, частоты и длины — ГОСТ Р 8.763-2011 (МИ 2060-90) в диапазоне длин от $1 \cdot 10^{-9}$ до 50 м и ГОСТ Р 8.750-2011, охватывающий диапазон рабочих СИ длин от 20 м до 40000 км, включая спутниковые дальномеры и навигационные системы. Краткое описание данных поверочных схем рассмотрено ниже.

3.2. Государственные поверочные схемы для средств измерений времени, частоты и длины

3.2.1. Государственная поверочная схема ГОСТ Р 8.763-2011

Государственная поверочная схема для средств измерений длины в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до 50 м и длин волн в диапазоне от 0,2 до 50 мкм устанавливает порядок передачи единицы длины от государственного первичного эталона длины — метра рабочим средствам измерений с использованием вторичных и рабочих эталонов. При этом следует учитывать, что государственный первичный эталон единицы длины — «оптический метр» (ГЭТ 2-2010), может быть представлен второй половиной единого эталона времени, частоты и длины в виде сложного