

УДК 537.86.029

А. В. Гусинский,  
Д. А. Кондрашов,  
Ю. В. Шевалдина,  
А. В. Сайков,  
М. М. Касперович,  
Т. К. Толочко

## МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ ОЦЕНКА СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ ОСЛАБЛЕНИЯ МИЛЛИМЕТРОВОГО ДИАПАЗОНА ДЛИН ВОЛН

В статье приведены структурная схема, принцип действия и работа нового национального эталона единицы ослабления электромагнитных колебаний в диапазоне частот от 37,5 до 178,4 ГГц, разрабатываемого в Центре 1.9 Белорусского государственного университета информатики и радиоэлектроники в рамках действующей подпрограммы «Эталоны Беларуси». Рассмотрены составляющие погрешности измерений ослабления, характеризующего уровень потерь электромагнитной энергии на высоких и сверхвысоких частотах. Указаны требования к метрологическим характеристикам эталона, необходимого для проведения метрологической оценки средств измерений ослабления.

The article presents the structural diagram, operating principle and operation of the new national standard of the unit of attenuation of electromagnetic oscillations in the frequency range from 37.5 up to 178.4 GHz is developing at the Center 1.9 of the Belorussian State University of Informatics and Radioelectronics within the framework of the current subprogram «Belorussian Standards». The components of the measurement error of attenuation, which characterizes the level of electromagnetic energy loss at high and ultrahigh frequencies, are considered. The requirements for the metrological characteristics of the standard that is required for conducting metrological evaluation of attenuation measuring instruments are specified.

На высоких и сверхвысоких частотах уровень потерь электромагнитной энергии, передаваемой через пассивные радиотехнические устройства (линии передачи, фильтры, соединители и т.д.) характеризуется ослаблением. В качестве меры ослабления используются аттенюаторы, которые широко применяются не только как самостоятельные измерительные средства, но и как встроенные средства в генераторах сигналов, анализаторах спектра и других приборах.

Парк средств измерений ослабления постоянно совершенствуется и обновляется, при этом увеличивается точность и расширяется диапазон измеряемых ослаблений. Научно-производственно-образовательным инновационным центром сверхвысокочастотных технологий и их метрологического обеспечения (далее – Центр 1.9) БГУИР разработан и производится комплекс средств измерений, включающий скалярные и векторные анализаторы цепей [1], измерительные аттенюаторы. Также для метрологического обеспечения средств измерений ослабления ведутся работы по созданию национального эталона единицы ослабления электромагнитных колебаний в диапазоне частот от 37,5 до 178,4 ГГц (далее – эталон). Работы осуществляются в рамках реализации подпрограммы «Эталоны Беларуси» государственной научно-технической программы «Национальные эталоны и высокотехнологичное исследовательское оборудование», 2021–2025 годы.

Эталон разрабатывается:

- для воспроизведения, хранения и передачи размера единицы ослабления электромагнитных колебаний рабочим средствам измерений с целью обеспечения единства измерений в Республике Беларусь;

- поверки, калибровки метрологической экспертизы и испытаний в целях утверждения типа средств измерений – скалярных и векторных анализаторов цепей и измерительных аттенюаторов диапазона миллиметровых длин волн.

Эталон реализован в волноводном измерительном тракте на 4 поддиапазонах [2]:

- поддиапазон 1 – диапазон частот от 37,5 до 53,6 ГГц (сечение волноводного тракта размерами 5,2 Ч 2,6 мм);

- поддиапазон 2 – диапазон частот от 53,6 до 78,3 ГГц (сечение 3,6 Ч 1,8 мм);

- поддиапазон 3 – диапазон частот от 78,3 до 118,1 ГГц (сечение 2,4 Ч 1,2 мм);

- поддиапазон 4 – диапазон частот от 118,1 до 178,4 ГГц (сечение 1,6 Ч 0,8 мм).

На рисунке 1 представлена обобщенная структурная схема эталона.

В состав эталона входят генератор сверхвысоких частот (далее – СВЧ), СВЧ измерительный тракт, гетеродин, индикаторная часть, персональный компьютер (далее – ПЭВМ), комплекты соединительных коаксиальных и интерфейсных кабелей.

СВЧ измерительный тракт состоит из двух бло-

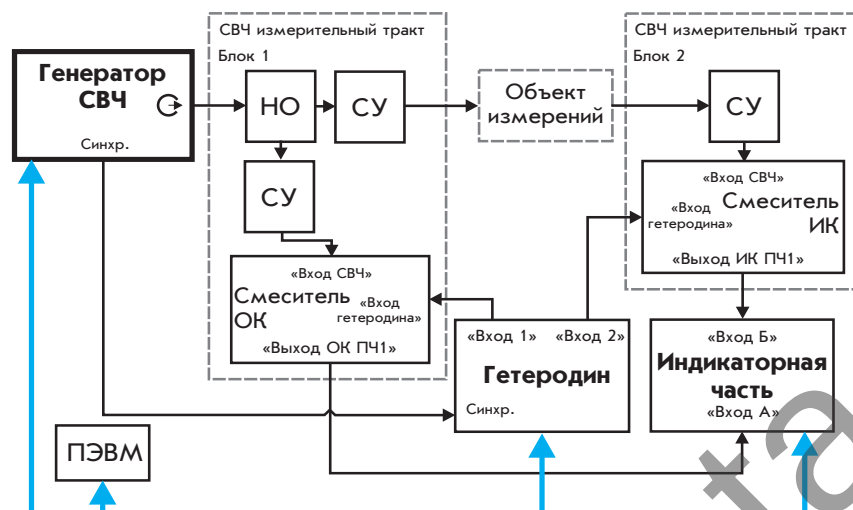


Рис. 1. Обобщенная структурная схема разрабатываемого национального эталона единицы ослабления электромагнитных колебаний в диапазоне частот от 37,5 до 178,4 ГГц

СУ — согласующее устройство; НО — направленный ответвитель;  
ОК — опорный канал; ИК — измерительный канал.

ков: блок 1 содержит направленный ответвитель, согласующие устройства, смеситель опорного канала (далее — ОК), блок 2 содержит согласующее устройство, смеситель измерительного канала (далее — ИК).

Принцип действия эталона основан на преобразовании частоты в ОК и ИК на постоянную промежуточную частоту (далее — ПЧ) 20 кГц. Преобразование частоты осуществляется в три этапа.

Гармонический сигнал от генератора СВЧ с помощью направленного ответвителя (далее — НО) делится на два канала: ИК и ОК. СВЧ-сигнал ИК проходит в блок 1 СВЧ измерительного тракта, через объект измерений (далее — ОИ) — в исследуемый четырехполюсник, после чего сигнал, амплитуда которого пропорциональна величине ослабления ОИ, попадает на высокочастотный вход смесителя ИК, входящего в состав блока 2 СВЧ измерительного тракта. В ОК сигнал поступает на высокочастотный вход смесителя ОК, входящего в состав блока 1 СВЧ измерительного тракта. На гетеродинные входы смесителей поступают сигналы от гетеродина. Смесители ИК и ОК обеспечивают первый этап преобразования частоты. На выходе смесителей формируются гармонические сигналы промежуточной частоты  $f_{ПЧ1}$  в соответствии с формулой

$$f_{ПЧ1} = f_{СВЧ} \pm N \cdot f_{гет}, \quad (1)$$

где  $f_{СВЧ}$  — частота сигнала, поступающего на вход смесителя;

$N$  — номер рабочей гармоники смесителя;

$f_{гет}$  — частота сигнала гетеродина.

Сигнал с выхода смесителя ИК поступает на вход канала Б индикаторной части, в качестве ко-

торой используется прибор для измерения ослабления ДК1-28 [3]. Сигнал с выхода смесителя ОК поступает на вход канала А индикаторной части. В индикаторной части осуществляются второй и третий этап преобразования частоты: на частоты 20 МГц и 20 кГц соответственно.

Сигналы генератора СВЧ и гетеродина синхронизированы.

Согласующие устройства (далее — СУ) являются элементами СВЧ измерительного тракта и предназначены для обеспечения согласования входных и выходных сопротивлений измерительного оборудования из состава эталона и ОИ. СУ также обеспечивают развязку между ИК и ОК.

В индикаторной части осуществляется измерение отношений уровней сигналов в каналах А и Б.

Измерение ослабления осуществляется в два этапа.

На первом этапе значение ослабления исследуемого аттенюатора устанавливается равным 0дБ (для переменных аттенюаторов), фиксированный аттенюатор в измерительную схему не включается. На выходе гетеродина устанавливается сигнал частотой  $f_{гет}$ , меньшей в  $N$  раз частоты ( $f_{СВЧ} \pm f_{ПЧ1}$ ) в соответствии с формулой (1) и уровнем мощности, необходимым для рабочего режима смесителей, входящих в состав блока 1 и блока 2 СВЧ измерительного тракта. На выходе генератора СВЧ устанавливается сигнал необходимой частоты измерений  $f_{СВЧ}$ . Уровень мощности сигнала устанавливается в соответствии с динамическим диапазоном смесителей ОК и ИК. При этом сигналы на выходах смесителей, входящих в состав блока 1 и блока 2 СВЧ измерительного

тракта, должны соответствовать динамическому диапазону индикаторной части на ПЧ1. Проводится измерение начального ослабления измерительного тракта, показания индикаторной части обнуляются.

На втором этапе устанавливается измеряемое значение ослабления исследуемого аттенюатора (для переменных аттенюаторов) или включается объект измерений в измерительную схему (для фиксированных аттенюаторов), производится отсчет измеряемого разностного ослабления.

Управление работой прибора и блоков, входящих в состав эталона, обработка и документирование результатов измерений осуществляется с помощью ПЭВМ через интерфейсы USB.

В качестве эталонных мер в диапазоне миллиметровых длин волн планируется применение поляризационных аттенюаторов, которые представляют собой отрезок волновода круглого сечения с помещенной внутри поглощающей пластиной. Идеальный поляризационный аттенюатор является частотно-независимым устройством, и градуировка его шкалы может быть проведена расчетным путем, поскольку изменение угла поворота пластины относительно направления поляризации сигнала [4] приводит к изменению воспроизводимого ослабления в соответствии с формулой

$$A = -40 \lg (\cos \theta) + C, \quad (2)$$

где  $A$  – ослабление, воспроизводимое поляризационным аттенюатором, дБ;

$\theta$  – угол поворота пластины, градусов;

$C$  – начальное ослабление при угле поворота пластины, равном 0 градусов, дБ.

Метрологические характеристики эталона на произвольных частотах определяются поэлементным методом по отдельным составляющим, таким как:

- случайная составляющая погрешности;
- погрешность измерения ослабления на ПЧ;
- нелинейность входных цепей;
- конечная развязка (недостаточная «изоляция») измерительных каналов;
- рассогласование между элементами измерительного тракта.

Случайная составляющая погрешности обусловлена тем, что детектируемые сигналы имеют некоторые колебания амплитуд в процессе измерения, вызванные шумами. Помимо тепловых шумов системы, при переносе СВЧ сигнала вверх и вниз по частоте флуктуации значительно увеличиваются из-за влияния фазовых шумов гетеродинов. Влияние погрешности тем выше, чем больше значение измеряемого ослабления. Поэтому определение случайной составляющей погрешности необходимо проводить экспериментальным способом с учетом вводимого ослабления: на промежуточной частоте с помощью эталонного прибора для

поверки аттенюаторов Д1-25; в диапазоне частот от 37,5 ГГц до 178,4 ГГц с помощью прецизионных поляризационных аттенюаторов.

В программном обеспечении эталона предусмотрена возможность снижения случайной погрешности измерения путем усреднения.

Поскольку по принципу действия эталон производит перенос значения измеряемой величины на ПЧ и осуществляет сравнение его значения с низкочастотным эталонным значением (ослабление на ПЧ), которое имеет свою погрешность, эта составляющая погрешности также должна быть оценена.

Погрешность измерения ослабления на ПЧ определяется на частоте 20 кГц с помощью эталонного прибора для поверки аттенюаторов Д1-25, обеспечивающего воспроизведение значений ослабления с погрешностью не более 0,002 дБ на 10 дБ.

Составляющая погрешности из-за нелинейности входных цепей возникает из-за нелинейности узлов, входящих в состав эталона, при этом основной вклад вносится нелинейностью смесителей ИК и ОК и предварительных усилителей из состава индикаторной части.

Для снижения влияния составляющей погрешности из-за нелинейности входных цепей измерения должны проводиться на малых уровнях сигнала, чтобы обеспечить работу смесителей в своей линейной области, уровень сигналов на СВЧ-входах смесителей должен поддерживаться как минимум на 30 дБ ниже уровня сигналов гетеродина.

Исследование нелинейности входных цепей осуществляется путем проведения многократных измерений фиксированного значения поляризационного аттенюатора при разных уровнях мощности на входе.

Влияние недостаточной изоляции проявляется в виде присутствия на входе детектора измерительного канала паразитного сигнала с постоянной (или медленно дрейфующей) амплитудой и фазой. Пока полезный сигнал остается много больше этого паразитного сигнала, влияние последнего пренебрежимо мало. Но при уменьшении амплитуды входного измерительного сигнала с ростом измеряемого ослабления паразитный сигнал искажает результат измерения, векторно (с учетом амплитуд и фаз) складываясь с полезным сигналом. Физически этот паразитный сигнал может возникать в различных узлах эталона, как результат недостаточной изоляции кабелей и разъемных соединений измерительного и опорного каналов, наводок опорных сигналов в каналы ПЧ, модуляции сигналом гетеродина и др. Одним из наиболее значимых источников такого паразитного сигнала является наводка сигнала опорного канала в измерительный канал. По этой причине

изоляция или развязкой каналов принято называть просачивание мощности из опорного в измерительный канал и выражать ее в децибелах.

Определение погрешности из-за конечной развязки (недостаточной «изоляции») измерительного канала осуществляется с помощью поляризационных аттенюаторов. На первом этапе устанавливается ослабление аттенюаторов, обеспечивающее рабочий режим индикаторной части. В режиме проведения измерений значение ослабления плавно увеличивается до момента, когда показания в измерительном канале не будут изменяться при увеличении ослабления аттенюаторов. В данном случае показания в измерительном канале относительно опорного канала индикаторной части будут соответствовать развязке между каналами.

Погрешность рассогласования возникает из-за недостаточной согласованности измеряемого аттенюатора и элементов измерительного тракта. Так как погрешность рассогласования зависит не только от характеристик эталона, но и от характеристик объекта измерений, она рассчитывается для конкретной измерительной задачи по результатам измерения коэффициентов отражения и передачи измеряемого аттенюатора и элементов измерительного тракта.

Составляющая погрешности из-за рассогласования определяется видом аттенюатора:

- при измерении ослабления переменных аттенюаторов вычисляется по формуле

$$\Delta_{PAC} = 8,686 \sqrt{\frac{|G_r|^2 + (|s_{11a}|^2) + |G_c|^2 (|s_{22a}|^2 + |s_{22b}|^2) + |G_r|^2 \cdot |G_c|^2 (|s_{21a}|^4 + |s_{21b}|^4)}{1}}, \quad (3)$$

где  $|G_r|$ ,  $|G_c|$  – значение модулей коэффициентов отражения элементов, стоящих на входе и выходе аттенюатора, отн. ед.;

$|s_{11a}|$ ,  $|s_{22a}|$ ,  $|s_{11b}|$ ,  $|s_{22b}|$  – значение модулей коэффициентов отражения входа и выхода аттенюатора при установке начального и конечного ослаблений, отн. ед.;

$|s_{21a}|$ ,  $|s_{21b}|$  – значение модулей коэффициентов передачи при установке начального и конечного ослаблений, отн. ед.;

- при измерении ослабления фиксированных аттенюаторов вычисляется по формуле

$$\Delta_{PAC} = 8,686 \sqrt{\frac{|G_r|^2 \cdot |s_{11}|^2 + |G_c|^2 \cdot |s_{22}|^2 + |G_r|^2 \cdot |G_c|^2 (|s_{21}|^4 + 1)}{1}}, \quad (4)$$

где  $|s_{11}|$ ,  $|s_{22}|$  – значение модулей коэффициентов отражения входа и выхода аттенюатора, отн. ед.;

$|s_{21}|$  – значение модуля коэффициента передачи аттенюатора, отн. ед.

В настоящее время проводятся работы по исследованию метрологических характеристик эта-

лона, которые должны соответствовать следующим требованиям:

- диапазон частот – от 37,5 до 178,4 ГГц;
- диапазон воспроизводимых значений ослабления в диапазоне частот от 37,5 до 78,33 ГГц: (0 – 80) дБ;
- в диапазоне частот от 78,33 до 178,4 ГГц: (0 – 70) дБ;
- оценка случайной погрешности воспроизведения в диапазоне частот от 37,5 до 78,33 ГГц при ослаблении 80 дБ – не более  $\pm 0,10$  дБ; в диапазоне частот от 78,33 до 178,4 ГГц при ослаблении 70 дБ – не более  $\pm 0,15$  дБ;
- оценка неисключенной систематической погрешности в диапазоне частот от 37,5 до 78,33 ГГц при ослаблении 80 дБ – не более  $\pm 0,10$  дБ; в диапазоне частот от 37,5 до 78,33 ГГц при ослаблении 80 дБ – не более  $\pm 0,15$  дБ; в диапазоне частот от 78,33 до 178,4 ГГц при ослаблении 70 дБ – не более  $\pm 0,20$  дБ.

#### Список использованной литературы

1. Векторные анализаторы цепей сантиметрового и миллиметрового диапазонов длин волн / В. А. Богуш [и др.]. – Москва : Горячая линия – Телеком, 2019. – 328 с.
2. Разработка эталона единицы ослабления электромагнитных колебаний в диапазоне частот от 37,5 до 178,4 ГГц / А. В. Гусинский [и др.] // Инженерное образование в цифровом обществе : материалы международной научно-методической конференции, 14 марта 2024 года, г. Минск : часть 1. — С. 302–303.
3. Прибор для измерения ослабления ДК1-28 : руководство по эксплуатации ТНСК.411224.001 РЭ.
4. Шаров, В. А. Волноводные устройства сантиметровых и миллиметровых волн / В. А. Шаров. – Москва : Горячая линия – Телеком, 2016. – 640 с.

**Александр Владимирович ГУСИНСКИЙ,**

главный научный сотрудник Центра 1.9 БГУИР, д. т. н., доцент;

**Денис Александрович КОНДРАШОВ,**

начальник Центра 1.9 БГУИР;

**Юлия Валерьевна ШЕВАЛДИНА,**

консультант Управления метрологии Госстандарта;

**Алексей Викторович САЙКОВ,**

научный сотрудник Центра 1.9 БГУИР;

**Марина Михайловна КАСПЕРОВИЧ,**

научный сотрудник Центра 1.9 БГУИР;

**Татьяна Константиновна ТОЛОЧКО,**

старший научный сотрудник Центра 1.9 БГУИР, к. т. н.

Дата поступления 10.12.2024

Ю. С. Турук

## О РЕЗУЛЬТАТАХ ИССЛЕДОВАНИЙ ПРИРОДНЫХ УФ-ФИЛЬТРОВ

В данной статье рассмотрены основные свойства ультрафиолетового излучения и его воздействие на организм человека, способы защиты человека от вредного воздействия ультрафиолета, в том числе с использованием косметических средств, отражены основные проблемы, возникающие при использовании в парфюмерно-косметической продукции синтетических ультрафиолетовых фильтров, приведены результаты практической части исследования в отношении поглощающей способности ультрафиолетового излучения некоторыми растительными соединениями, обосновано использование халкона в качестве ультрафиолетового фильтра растительного происхождения при изготовлении косметической солнцезащитной продукции.

*This article discusses the main properties of ultraviolet radiation and its impact on the human body, ways to protect humans from the harmful effects of ultraviolet radiation, including using cosmetics, reflects the main problems that arise when using synthetic ultraviolet filters in perfumery and cosmetic products, presents the results of the practical part of the study regarding the absorption capacity of ultraviolet radiation by some plant compounds, and substantiates the use of chalcone as an ultraviolet filter of plant origin in the manufacture of cosmetic sunscreen products.*

Ультрафиолетовое излучение (далее – УФ-излучение) – это электромагнитное излучение, занимающее спектральный диапазон между рентгеновским и видимым излучениями, с длиной волны больше, чем у рентгеновских лучей, но меньше, чем у видимого света, лежит в интервале от 10 до 400 нм (от  $7,5 \cdot 10^{14}$  до  $3 \cdot 10^{16}$  Гц), обычно невидимо для большинства людей. В естественной форме его источником является Солнце, к искусственным генераторам УФ-излучения относятся лампы, излучающие в диапазоне от 100 до 400 нм. Свойства УФ-излучения широко используются в различных областях жизнедеятельности человека, таких как медицина, наука и промышленность, индустрия красоты. Люминесцентные свойства ультрафиолета используются в таких сферах, как диагностика, стоматология, полиграфия, реставрация и минералогия. Наибольшую значимость ультрафиолет приобретает благодаря своему биологическому действию на живой организм. Высокий уровень освещенности солнечным светом способствует улучшению настроения, ввиду способности УФ-лучей к стимулированию производства серотонина – гормона счастья. Благодаря УФ-излучению вырабатывается витамин D в коже, который играет важную роль в обеспечении здоровья костно-мышечной, иммунной и нервной систем организма. Антимикробное и бактерицидное действие ультрафиолета используется для уничтожения бактерий, вирусов и грибов, позволяет осуществлять эффективную дезинфекцию поверхностей и воды, воздуха в помещениях. УФ-излучение используют для лечения хронических кожных заболеваний, ран и язв разного про-

исхождения. Свойство УФ-излучения улучшать состояние кожи нашло применение в косметологии. Целый ряд лечебных и омолаживающих процедур проходит посредством УФ-лучей.

Однако избыток ультрафиолета или его неправильное использование может приводить к негативным последствиям для здоровья: разрушению коллагена и эластина, преждевременному старению кожи, сетчатки и хрусталика глаза, болезням глаз, повреждению ДНК кожных клеток, появлению солнечных ожогов (эритем), пигментных пятен, фотоаллергических реакций и угнетению иммунной системы. Снижение эффективности иммунитета обуславливает риск онкологических заболеваний и может также приводить к реактивации вирусов.

Для защиты от переизбытка УФ-излучения ВОЗ рекомендует: не пользоваться оборудованием для искусственного загара, меньше находиться на солнце в полуденные часы; надевать солнцезащитную одежду, носить головной убор с широкими полями для защиты глаз, лица, ушей и шеи; носить солнечные очки; наносить на участки кожи, которые нельзя прикрыть одеждой, солнцезащитный крем широкого спектра действия.

Отсутствие знаний о вредном воздействии УФ-излучения на кожу человека, непонимание важности защиты от его избыточного воздействия чаще всего и является основной причиной кожных заболеваний.

По проникающей способности УФ-излучение делится на три диапазона длин волн [1]:

УФ-А – длинноволновое излучение А-спектра (от 315 до 400 нм) – это мягкий ультрафиолет,

представляет основную часть солнечной радиации (95 %), преимущественно доходит до поверхности Земли, практически не поглощается атмосферой, лучи хорошо проникают в кожу, проходят даже через дерму, могут доходить и до подкожной клетчатки, вызывают пигментацию тепловым воздействием, но не вызывают ожогов, покраснений (эритем);

УФ-В – средневолновое В-спектра (от 280 до 315 нм) – ультрафиолет средней жесткости, преимущественно поглощается атмосферой, но частично доходит к поверхности Земли, лучи проникают до эпидермиса и вызывают эритему. Излучение, обладает высокой биологической активностью и запускает различные фотохимические процессы, способствует синтезу витамина D, образованию новых клеток меланоцитов в эпидермисе;

УФ-С – коротковолновое С-спектра (от 100 до 280 нм) – это жесткий ультрафиолет, задерживается озоновым слоем атмосферы, почти не достигает поверхности Земли и не проникает глубже рогового слоя кожи, поглощается урокановой кислотой, которая содержится в поту, но может вызывать замедленный загар. УФ-С позволяет останавливать деление бактериальных клеток посредством подавления синтеза нуклеиновых кислот и белков, разрушает витамин D.

Граница между УФ-А и УФ-В основана на том, что излучение короче 320 нм вызывает гораздо более сильную эритему, чем свет в диапазоне 320–400 нм [2]. Граница между УФ-В и УФ-С выбрана из тех соображений, что свет с длиной волны менее 290 нм не достигает поверхности Земли, так как земная атмосфера, благодаря кислороду и озону, выполняет роль эффективного природного светофильтра. Таким образом, УФ-индуцированные биологические эффекты зависят от длин волн излучения, правильное определение которых необходимо для оценки опасности самого излучения.

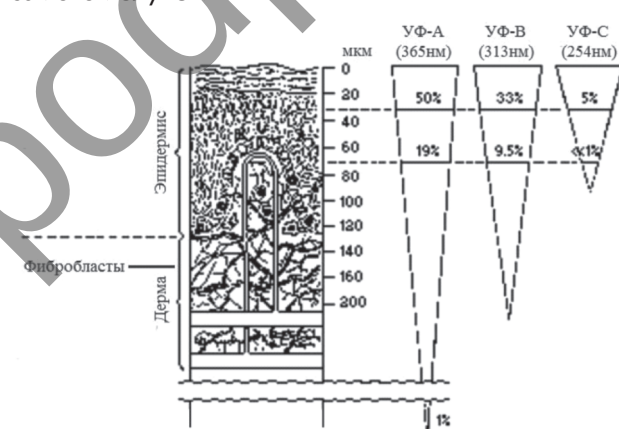


Рис. 1. Схема проникновения в различные слои кожи человека ультрафиолетовой радиации разных диапазонов длин волн [1]

Глубина проникновения УФ-излучения в кожу прямо пропорциональна длине волны, что продемонстрировано на рисунке 1.

УФ-излучение инициирует фотохимические реакции в покрывающих кожу поверхностных липидах или кожном сале, затем воздействует на верхний слой эпидермиса, состоящий из отмерших кератиноцитов, и на межклеточные липиды рогового слоя. Посредством фотохимических интермедиатов (радикалы, ион-радикалы, возбужденные состояния координационных соединений), воздействует на кератиноциты, меланоциты, фибробласты и др. клетки эпидермиса и дермы [3]. Теоретические исследования привели к выводу, что следует искать такие УФ-фильтры или их комплексы, которые способны не только защищать кожу от фотостарения, но и препятствовать развитию неадекватного клеточного ответа на избыточное воздействие ультрафиолета.

Для защиты от вредного воздействия УФ-излучения используются различные косметические средства, в состав которых входит УФ-фильтр с определенным солнцезащитным фактором (SPF). SPF учитывает эритемную реакцию кожи при воздействии на нее УФ-излучения. Иными словами — это коэффициент, рассчитываемый исходя из энергии, требуемой для вызывания минимальной эритемной реакции с использованием и без использования солнцезащитной продукции на коже, указывающий, во сколько раз дольше можно находиться под УФ-излучением без образования эритемы, если использовать солнцезащитное средство. Максимальное значение SPF-50, принятое в соответствии с международной классификацией солнцезащитной продукции, обусловлено не только надежностью УФ-фильтров, но и вероятностью вредного влияния их компонентов на кожу.

В составе косметических средств в основном применяют химические (синтетические) фильтры. Синтетические УФ-фильтры не разрушаются под влиянием природных факторов и микроорганизмов, а накапливаются в окружающей среде, тканях и органах человека, что в долгосрочной перспективе может вызывать аллергические реакции, приводить к разрушению эндокринной системы, образованию опухолей и др.

Уже в начале 90-х годов XX века стали появляться сведения о нахождении следов SPF в тканях рыб в озерах Европы, а также об их обнаружении в материнском молоке. По результатам исследований, проведенных швейцарским Институтом фармакологии и токсикологии (г. Цюрих), были опубликованы данные о негативном влиянии компонентов водостойких солнцезащитных средств (ОМС (октилметоксициннамат) и 4-МВС (4-метилбензилиденкамфора)) на эндокринную систему, процессы

формирования плода, развитие новорожденных, своевременность полового созревания [4].

В проекте новой редакции Регламента (ЕС) № 1223/2009 о косметических продуктах от 2023 года 4-МБС запрещен к использованию в составе косметических средств с IV квартала 2025 г. В соответствии с требованиями ТР ТС 009/2011 «О безопасности парфюмерно-косметической продукции», максимально допустимая концентрация 4-МБС ограничена 4 %.

До недавнего времени наиболее используемым компонентом в солнцезащитных средствах была парааминобензойная кислота (РАВА). Актуальные данные свидетельствуют, что её производные вызывают аллергические реакции [5].

В 2015 году были опубликованы данные исследований группы девочек, подтвердивших, что бензофенон-3 (установлен в высоких концентрациях в крови у девочек, которые входили в репрезентативную выборку), используемый в качестве синтетического УФ-фильтра, приводит к замедлению развития молочных желез. На основании этого исследования комиссией ЕС в 2017 году было принято решение о снижении концентрации данного УФ-фильтра в косметической продукции и полном его исключении из состава косметики для детей [6]. В соответствии с требованиями ТР ТС 009/2011 максимально допустимая концентрация бензофенона-3 ограничена 6 %.

Группой исследователей [7] показано разрушительное влияние на эстроген такого УФ-фильтра, как бензофенон-4, который широко распространен в солнцезащитных составах для волос. Результаты этих исследований учтены в требованиях ТР ТС 009/2011, максимально допустимая концентрация бензофенона-4 ограничена 5 %.

В июле 2022 года в ЕС пополнился список небезопасных УФ-фильтров, начались наблюдения за поверхностными водами в отношении концентраций авобензона, октокрилена. Определена их опасность для морских микроорганизмов, беспозвоночных и рыб. В соответствии с требованиями ТР ТС 009/2011 максимально допустимая концентрация авобензона ограничена 5 %, октокрилена – 10 %.

В ноябре 2022 года внесены правки в Регламент (ЕС) № 1223/2009 в части ограничения использования гомосалата и НАА299 в качестве УФ-фильтров в косметических продуктах.

В ТР ТС 009/2011 максимально допустимая концентрация гомосалата ограничена 10 %, НАА299 в перечне разрешенных к использованию УФ-фильтров не значится.

Если в нашей стране такие глобальные исследования в медицине не проводятся, то, по меньшей мере, осуществляется своевременное реагирование на выявленные и оцененные риски для здо-

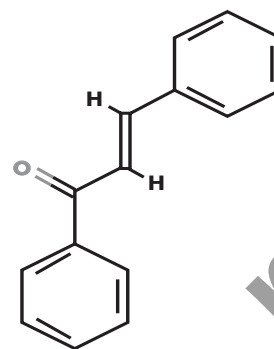


Рис. 2. Структурная формула халкона

ровья потребителей парфюмерно-косметической продукции.

Актуальной задачей является поиск эффективных и безопасных УФ-фильтров натурального происхождения, которые обладают не только фотопротекторными свойствами, но и способны воздействовать на редокс- и свободно-радикальный баланс, а также на метаболический и иммунный ответ кожи при избыточном воздействии УФ-излучения. Использование растительных соединений в качестве УФ-фильтров является перспективным [8–9], поскольку они разлагаются и не накапливаются в организме. Так, например, большим потенциалом для косметической промышленности обладает хлорофилл. Его растворы демонстрируют высокую поглощающую способность для УФ (А+В)-излучения. Хлорофилл обуславливает тонизирующее действие, усиливает кровообращение, стимулирует грануляцию и эпителизацию пораженных тканей [10], что показывает его преимущество перед синтетическими источниками.

В косметической промышленности в качестве синтетических УФ-фильтров часто используют ароматические полифенольные соединения. Их молекулярная структура состоит из конденсированных ароматических 5- и 6-углеродных колец с несколькими ОН-группами, благодаря чему они могут эффективно поглощать УФ (А+В) излучение, переходя в возбужденное (реакционноспособное) состояние. Растительные полифенолы способны ингибировать (подавлять, замедлять) в кератиноцитах человека путь распознавания сигнала, его проведение, включающее активацию AhR-белка УФ-облучением, тем самым предотвращая развитие токсических реакций [3]. Наиболее сильными ингибиторами оказались фенилпропаноид вербаскозид и флавоноид кверцетин. Эти соединения способны замедлить или даже предотвратить в кератиноцитах биотрансформацию проканцерогенов в основные канцерогены.

В ходе исследовательской работы, проведенной автором данной статьи, была проанализирована актуальная научная литература, исследована перспектива использования халкона в качестве такого УФ-фильтра природного происхождения, представляющего собой соединение класса флавоноидов с незамкнутым пирановым кольцом. Структурная формула халкона представлена на рисунке 2.

Халконовые соединения (производные халкона) встречаются в 9 семействах растений, в различных органах, в виде агликонов и гликозидов, входят в состав хромофорных комплексов, обуславливающих окраску цветков, содержатся в корнях солодки голой, в траве череды трехраздельной, в цветках бессмертника песчаного, в коре ивы остролистной, в почках тополя черного и в других растениях.

Халконы обладают антибактериальной, противовоспалительной, антимикробной, эстрогенной, антиоксидантной, ферментативной и фитохимической активностью [11].

Для проведения эксперимента был приобретен препарат халкон ( $C_{15}H_{12}O$ ,  $M_r = 208,27$  г/моль) производства компании Extrasynthese, Франция.

Также в ходе эксперимента использовалась супероксиддисмутаза (далее – СОД) как фермент антиоксидантной системы, катализирующий реакцию дисмутации супероксидных анион-радикалов с образованием пероксида водорода и триплетного кислорода. Этот фермент является ключевым в обеспечении обрыва цепей кислородзависимых свободнорадикальных реакций, протекающих в клетках аэробов [12–13], вырабатывается клетками в ответ на образование активных форм кислорода (далее – АФК). Концентрация СОД находится в прямо пропорциональной зависимости от количества АФК. Снижение его удельной активности свидетельствует о снижении количества АФК.

СОД играет важную роль при воспалительных процессах. Известно, что свободные радикалы, образующиеся в воспаленных тканях, могут вызывать повреждение клеток и ДНК, что также может способствовать развитию опухоли. Воспаленные клетки высвобождают супероксид-анион и другие АФК при окислительном взрыве. Важная роль СОД была показана не только теоретически, но и экспериментально. Установлено, что в выборках мышей, у которых с рождения отсутствовала митохондриальная СОД, не выжила ни одна особь. Как результат такой патологии – сильнейший окислительный стресс, который испытывает организм [13].

Тот факт, что нарушение нормальной работы этого фермента может привести к непоправимым последствиям и даже летальному исходу живого организма, делает СОД основным маркером ок-

сидантного стресса, что представляло особый интерес в рамках исследований, проводимых автором статьи.

Практический эксперимент был направлен на исследование протекторных свойств халкона, проводился на основе анализа уровня маркеров окислительного стресса в культивируемых клетках человека. Конечной целью являлось определение удельной активности СОД.

При постановке эксперимента использовалась культура клеток фибробластов человека (лизат), разделенная на три опытные группы:

Группа 1. Контрольная интактная линия. Контрольные образцы, которые не были подвержены УФ-облучению, экранировались фольгой.

Группа 2. Группа, которая подвергалась облучению (УФ-А + УФ-В) в соотношении 2 к 1, интенсивность 4 Дж/см<sup>2</sup> и 2 Дж/см<sup>2</sup>, соответственно. Облучение клеток ультрафиолетом проводилось на протяжении 30 мин на расстоянии 5 см от планшета.

Группа 3. Группа, которая обрабатывалась халконом и подвергалась облучению аналогично группе 2 в течение 30 мин.

В ходе анализа обеспечили рост клеток в определенной среде.

Для исследования активности СОД использовали непрямой спектрофотометрический метод, основанный на реакции супероксидзависимого окисления кверцетина, протекающей в щелочной среде, в присутствии тетраметилэтилендиамина (ТМЭДА), сопровождающейся обесцвечиванием исследуемого раствора в области пропускания с максимумом при 406 нм. При этом СОД перехватывает образующиеся в этих условиях супероксид радикалы и ингибирует окисление кверцетина, степень ингибирования строго количественно зависит от концентрации СОД в диапазоне от 2 до 10 U/l (U – условная единица активности фермента).

Измерения оптической плотности проводили на спектрофотометре Cary-50 (Varian, Австралия) в кюветах с длиной оптического пути 1 см.

Измерения оптической плотности в опытной пробе (3 мл составного буферного раствора, 0,1 л лизата клеток и 0,1 мл раствора кверцетина) проводили относительно контрольной пробы (3,1 мл составного буферного раствора и 0,1 мл раствора кверцетина).

Первое определение оптической плотности при длине волны 406 нм проводили в кюветах с пробой немедленно после добавления кверцетина ( $D_0$ , ед. оп. плотности), повторное определение оптической плотности проводили при 406 нм после инкубации пробы в течение 20 мин ( $D_{20}$ , ед. оп. плотности).

На основании экспериментальных данных рассчитывали изменение оптической плотности рас-

творе кверцетина при длине волны 406 нм за период инкубации (20 мин) в контрольной ( $\Delta D'$ ) и в опытных ( $\Delta D$ ) пробах по формулам

$$\Delta D = D_0 - D_{20'}$$

$$\Delta D' = D_0 - D_{20}$$

На основании полученных результатов рассчитывали процент ингибирования реакции аутоокисления кверцетина в опытных пробах по формуле

$$\% \text{ ингибирования} = \frac{\Delta D' - \Delta D}{\Delta D'} \cdot 100,$$

где 100 – коэффициент пересчета в проценты.

Примечание: % ингибирования требуется для расчета содержания СОД в реакционной смеси, что в дальнейшем используется в расчете удельной активности фермента.

С помощью следующего уравнения, полученного на основании градуировочного графика, построенного с использованием эталонной СОД (Sigma-ALDRICH Co, USA) [14], определяли количество СОД,  $\mu\text{U}/\text{мл}$ , в реакционной смеси:

$$y = 0,0029 \cdot x^2 + 0,1422 \cdot x,$$

где  $y$  – содержание СОД в реакционной смеси;

$x$  – процент ингибирования реакции аутоокисления кверцетина в опытных пробах.

Для расчета удельной активности СОД, как целевого маркера оксидантного стресса, определяли содержание белка в лизате клеток фибробластов методом Лоури.

Градуировочный график, построенный на основании измеренных значений оптической плотности растворов с определенной концентрацией бычьего сывороточного альбумина (белка), представлен на рисунке 3.

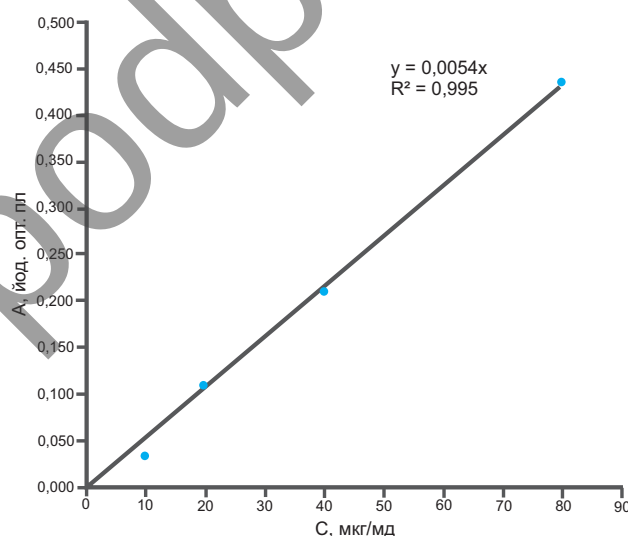


Рис. 3. Градуировочный график для определения концентрации белка методом Лоури

С помощью полученного графика рассчитывали содержание белка в пробах. Результаты вычислений представлены в таблице 1.

Таблица 1  
Содержание белка в лизате клеток фибробластов

| Проба              | Концентрация белка, мкг/мл |
|--------------------|----------------------------|
| Контрольная линия  | 889,38 ± 48                |
| УФ 30 мин          | 638,64 ± 24                |
| УФ 30 мин + халкон | 781,85 ± 46                |

Результаты измерений и вычислений активности СОД в культивируемых клетках представлены в таблице 2.

Средняя удельная активность СОД в фибробластах, не подвергшихся УФ-облучению, составляет  $14,4504 \pm 3,2856 \text{ mU}/\text{мг}$ .

Средняя удельная активность СОД в фибробластах, подвергшихся УФ-облучению в течение 30 минут, составила  $16,7188 \pm 1,6772 \text{ mU}/\text{мг}$ , при  $p = 0,40$  (фактическое значение относительно интактных клеток, доверительный интервал  $p > 0,05$ ).

Средняя удельная активность СОД в фибробластах, подвергшихся УФ-облучению в течение 30 минут и обработанных халконом, составила  $13,9194 \pm 1,9866 \text{ mU}/\text{мг}$ , при  $p = 0,84$  (фактическое значение относительно интактных клеток, доверительный интервал  $p > 0,05$ ).

Результаты проведенного эксперимента позволили сделать следующие выводы:

После инкубации культивируемых клеток фибробластов человека с полифенольным препаратом халконом и последующим УФ-облучением в дозе 6 Дж/см<sup>2</sup> через 24 ч наблюдается некоторое снижение удельной активности супероксиддисмутазы в сравнении с контрольными клетками, как результат уменьшения образования активных форм кислорода, что демонстрирует уменьшение вредного воздействия УФ-облучения.

Снижение активности СОД в группе, обработанной халконом, относительно необработанной группы, может свидетельствовать о способности данного вещества снижать пагубное влияние УФ-излучения и определяет возможность его использования в качестве компонента косметических солнцезащитных средств.

Поиск природных УФ-фильтров является перспективным, но трудозатратным направлением, поскольку требуется всесторонняя оценка для каждого вещества, потенциально являющегося протектором.

Таблица 2

Результаты измерений и вычислений активности фермента СОД в фибробластах человека

| Проба                    | $D_{0'}$<br>ед. опт. пл. | $D_{20'}$<br>ед. опт. пл. | $\Delta D$ ,<br>ед. опт. пл. | % ингиби-<br>рования | Активность<br>СОД, mU | Удельная<br>активность<br>СОД, mU/<br>мг белка-<br>мин | $\bar{x}$ ср<br>$\pm S\bar{x}$                  | $\sigma$ |
|--------------------------|--------------------------|---------------------------|------------------------------|----------------------|-----------------------|--------------------------------------------------------|-------------------------------------------------|----------|
| контроль 1               | 0,3512                   | 0,2094                    | 0,1418                       |                      |                       |                                                        |                                                 |          |
| контроль 2               | 0,3546                   | 0,2156                    | 0,1390                       |                      |                       |                                                        |                                                 |          |
| контроль 3               | 0,3499                   | 0,2096                    | 0,1403                       |                      |                       |                                                        |                                                 |          |
| контроль $\bar{x}$ ср    |                          |                           | 0,1404                       |                      |                       |                                                        |                                                 |          |
| проба 1 чистая<br>линия  | 0,3620                   | 0,2627                    | 0,0993                       | 29,26                | 6,6426                | 7,4687                                                 | 14,4504<br>$\pm 3,2856$                         | 5,6909   |
| проба 2 чистая<br>линия  | 0,3534                   | 0,2657                    | 0,0877                       | 37,52                | 9,4181                | 10,5895                                                |                                                 |          |
| проба 3 чистая<br>линия  | 0,3593                   | 0,2698                    | 0,0895                       | 36,24                | 8,9615                | 10,0760                                                |                                                 |          |
| проба 4 чистая<br>линия  | 0,3516                   | 0,2879                    | 0,0637                       | 54,62                | 16,4181               | 18,4601                                                |                                                 |          |
| проба 5 чистая<br>линия  | 0,3559                   | 0,2974                    | 0,0585                       | 58,32                | 18,1583               | 20,4167                                                |                                                 |          |
| проба 6 чистая<br>линия  | 0,3572                   | 0,2968                    | 0,0604                       | 56,97                | 17,5132               | 19,6915                                                |                                                 |          |
| проба 1 УФ 30            | 0,3557                   | 0,2633                    | 0,0924                       | 34,17                | 8,2458                | 12,9115                                                | 16,7188<br>$\pm 1,6772$<br>(при<br>$p = 0,40$ ) | 2,9050   |
| проба 2 УФ 30            | 0,3552                   | 0,2748                    | 0,0804                       | 42,72                | 11,3678               | 17,8000                                                |                                                 |          |
| проба 3 УФ 30            | 0,3540                   | 0,2731                    | 0,0809                       | 42,37                | 11,2293               | 17,5831                                                |                                                 |          |
| проба 4 УФ 30            | 0,3494                   | 0,2602                    | 0,0892                       | 36,45                | 9,0369                | 14,1502                                                |                                                 |          |
| проба 5 УФ 30            | 0,3555                   | 0,2727                    | 0,0828                       | 41,01                | 10,7095               | 16,7692                                                |                                                 |          |
| проба 6 УФ 30            | 0,3556                   | 0,2825                    | 0,0731                       | 47,92                | 13,4745               | 21,0986                                                |                                                 |          |
| проба 1 УФ30 +<br>халкон | 0,3479                   | 0,2498                    | 0,0981                       | 30,11                | 6,9113                | 8,8397                                                 | 13,9194<br>$\pm 1,9866$<br>(при<br>$p = 0,84$ ) | 3,4410   |
| проба 2 УФ30 +<br>халкон | 0,3452                   | 0,2610                    | 0,0842                       | 40,01                | 10,3333               | 13,2165                                                |                                                 |          |
| проба 3 УФ30 +<br>халкон | 0,3538                   | 0,2656                    | 0,0882                       | 37,16                | 9,2903                | 11,8824                                                |                                                 |          |
| проба 4 УФ30 +<br>халкон | 0,3574                   | 0,2766                    | 0,0808                       | 42,44                | 11,2569               | 14,3978                                                |                                                 |          |
| проба 5 УФ30 +<br>халкон | 0,3470                   | 0,2725                    | 0,0745                       | 46,92                | 13,0583               | 16,7017                                                |                                                 |          |
| проба 6 УФ30 +<br>халкон | 0,3452                   | 0,2753                    | 0,0699                       | 50,20                | 14,4474               | 18,4784                                                |                                                 |          |

## Список использованной литературы

1. Ultraviolet radiation [Electronic resource] // International program on chemical safety. – Mode of access: <http://www.inchem.org/documents/ehc/ehc/ehc160.htm#SectionNumber:1.1>. – Date of access: 22.07.2024.
2. Левончук, Е. А. Риск и польза ультрафиолетового облучения / Е. А. Левончук // Дерматология без границ : материалы Второй белорусско-польской конференции. – Гродно : ГрГМУ, 2015. – С. 139–143.
3. Костюк, В. А. Фотозащитные механизмы кожи и возможности их коррекции вторичными метаболитами растений / В. А. Костюк // Международный научно-исследовательский журнал. – 2022. – № 3–1 (117). – С. 186–197.
4. Сайгина, Е. В. Разработка косметического спрея с фотозащитными свойствами на основе зеленого чая / Е. В. Сайгина, И. А. Карастелева, М. Б. Мойсеяк // Бюллетень науки и практики. – 2023. – Т. 9. – № 5. – С. 378–383.
5. Основы косметической химии : уч. пос. : в 2-х т. / Под ред. Т. В. Пучковой. – 3-е изд. – М. : Шк. косметич. химиков, 2017. – Т. 2 : Функциональные ингредиенты и биологически активные вещества. – 336 с.
6. Environmental phenols and pubertal development in girls. Breast cancer and environment research program / M. S. Wolff, S. L. Teitelbaum, K. McGovern, S. M. Pinney // Environ Int. – 2015. – № 84. – P. 174–180.
7. Klimova, Z. Skin absorption and human exposure estimation of three widely discussed UV filters in sunscreens. In vitro study mimicking real-life consumer habits / Z. Klimova, J. Hojerova, M. Berankova // Food Chem Toxicol. – 2015. – № 83.
8. Pallela, R. Anti-photoaging and photoprotective compounds derived from marine organisms / R. Pallela, Y. Young-Na, S. K. Kim // Mar. Drugs. – 2010. – Vol. 8. – P. 40.
9. Korkina, L. Meristem plant cells as a sustainable source of redox actives for skin rejuvenation / L. Korkina, W. Mayer, C. De Luca // Biomolecules. – 2017. – Vol. 7. – P. 40.
10. Новые природные УФ-фильтры в солнцезащитной косметике / О. В. Кожевникова, В. А. Яковенцева, Т. В. Пелипенко, В. Е. Тарасов // Известия высших учебных заведений. Пищевая технология. – 2008. – № 1 (302). – С. 63–64.
11. Chalcone [Electronic resource] // PubChem. Open chemistry database. – Mode of access: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Chalcone#section=Top>. – Date of access: 22.07.2024.
12. Рязанцева, Л. Т. Ферменты-антиоксиданты: структурно-функциональные свойства и роль в регулировании метаболических процессов / Л. Т. Рязанцева // Вестн. Воронежск. гос. техн. ун-та. – 2011. – Т. 7. – № 2.
13. Involvement of mitochondrial reactive oxygen species in gastric carcinogenesis / M. Tamura, M. Mutoh, G. Fujii, H. Matsui // Journal of gastrointestinal and digestive system. – 2013. – Vol. 3. – № 2. – P. 1–5.
14. Костюк, В. А. Простой и чувствительный метод определения активности супероксиддисмутазы, основанный на реакции окисления кверцетина / В. А. Костюк, А. И. Потапович, Ж. В. Ковалева // Вопросы медицинской химии. – 1990. – Т. 36. – № 2. – С. 88–91.

**Юлия Сергеевна ТУРУК,**

инженер-микробиолог 1 категории отдела испытаний пищевой и сельскохозяйственной продукции БелГИМ.

Дата поступления 10.12.2024



**БелГИМ**

Белорусский государственный институт метрологии

**Новости белорусской метрологии**

читайте в Интернете



[www.belgim.by](https://www.belgim.by)



[t.me/belgimby](https://t.me/belgimby)



[facebook.com/belgimby](https://facebook.com/belgimby)



[twitter.com/belgimby](https://twitter.com/belgimby)

Н. Н. Червяковская

# О ВВЕДЕНИИ В ДЕЙСТВИЕ ПРАВИЛ ПО МЕЖГОСУДАРСТВЕННОЙ СТАНДАРТИЗАЦИИ ПМГ 06-2024 «ПОРЯДОК ПРИЗНАНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ И УТВЕРЖДЕНИЯ ТИПА, ПЕРВИЧНОЙ ПОВЕРКИ, МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ» В КАЧЕСТВЕ ГОСУДАРСТВЕННОГО СТАНДАРТА РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

В статье приведена информация о введении в действие правил по межгосударственной стандартизации ПМГ 06-2024 «Порядок признания результатов испытаний и утверждения типа, первичной поверки, метрологической аттестации средств измерений» в качестве государственного стандарта Республики Беларусь.

The article provides information on the enactment of Rules for interstate standardization RIS 06-2024 «Procedure for recognition of test results and type approval, initial verification, metrological certification of measuring instruments» as governmental standard of the Republic of Belarus.

Постановлением Государственного комитета по стандартизации Республики Беларусь от 5 сентября 2024 г. № 95 «О введении в действие и отмене технических нормативных правовых актов» с 16 сентября 2024 г. правила по межгосударственной стандартизации ПМГ 06-2024 «Порядок признания результатов испытаний и утверждения типа, первичной поверки, метрологической аттестации средств измерений» (далее – ПМГ 06-2024) введены в действие в качестве государственного стандарта Республики Беларусь.

ПМГ 06-2024 введены взамен ПМГ 06-2019 «Порядок признания результатов испытаний и утверждения типа, первичной поверки, метрологической аттестации средств измерений».

ПМГ 06-2024 разработаны в развитие Соглашения о взаимном признании результатов испытаний с целью утверждения типа, метрологической аттестации, поверки и калибровки средств измерений (далее – Соглашения), которое было подписано национальными органами по метрологии государств – участников Соглашения 29 мая 2015 г. в поселке Бурabay, Республика Казахстан.

За принятие данного документа проголосовали национальные органы по метрологии следующих стран: Республика Армения, Республика Беларусь, Кыргызская Республика, Российская Феде-

рация, Республика Таджикистан и Республика Узбекистан, подписавшие Соглашение.

ПМГ 06-2024 являются документом в области межгосударственной стандартизации, устанавливающим порядок проведения работ по признанию результатов испытаний и утверждения типа средств измерений, первичной поверки, продлению срока действия утверждения типа средств измерений и первичной поверки средств измерений, внесению изменений в описание типа средств измерений, внесению изменений в методику поверки, признанию результатов метрологической аттестации средств измерений, внесению изменений в значение интервала времени между поверками, изменению наименования изготовителя или его формы собственности, в соответствии с которым должны проводиться данные процедуры национальными органами по метрологии государств – участников Соглашения при реализации положений Соглашения.

Согласно пункту 2.2 ПМГ 06-2024 признание результатов метрологической аттестации средств измерений осуществляется национальными органами по метрологии в том случае, если законодательством в области обеспечения единства измерений государства – участника Соглашения предусмотрена данная метрологическая процедура.

В новой версии документа дополнен перечень документов, представляемых для признания результатов испытаний и утверждения типа средств измерений: при подаче заявки необходимо также представлять копию акта испытаний, копию программы испытаний, включая документы, на которые приведены ссылки в разделе «Методы испытаний», сведения об организации, осуществляющей сервисное/гарантийное обслуживание или ремонт средств измерений на территории государства – участника Соглашения, осуществляющего признание (при наличии).

Внедрение ПМГ 06-2024 способствует процессу упрощения взаимного признания результатов испытаний и утверждения типа, первичной поверки, снижению затрат изготовителей средств измерений на повторные испытания с целью утверждения типа, ускорению взаимного товарообмена средствами измерений между государствами – участниками Соглашения, поскольку процедура, изложенная в данном документе, предусматривает проведение только метрологической экспертизы представленного комплекта документов без проведения повторных испытаний.

В соответствии с процедурой признания результатов испытаний и утверждения типа средств измерений ежегодно в Республике Беларусь утверждается более 100 новых типов средств измерений, произведенных в государствах – участниках Соглашения.

Так, в 2023 году были приняты решения о признании утверждения типа и первичной поверки средств измерений по государствам – участникам Соглашения:

Российская Федерация:

- первичное признание результатов испытаний и утверждения типа – 106 шт.;
- продление признания утверждения типа – 226 шт.;
- внесение изменений в описание типа – 28 шт.;
- признание результатов первичной поверки – 141 шт.

Республика Казахстан:

- первичное признание результатов испытаний и утверждения типа – 1 шт.

Практика реализации ПМГ 06-2019 «Порядок признания результатов испытаний и утверждения типа, первичной поверки, метрологической аттестации средств измерений» в Республике Беларусь показала, что в ходе проведения метрологической экспертизы представленных документов устанавливаются несоответствия требованиям национального законодательства в области обеспечения единства измерений и имеются отрицательные экспертные заключения. Так, в 2023 году изготовителям Российской Федерации было выдано 81 отрицательное экспертное заключение,

2 отрицательных экспертных заключения изготовителям Республики Казахстан, что составляет 17,36 % от общего количества выданных экспертных заключений за 2023 год.

Основные существенные (типовые) недостатки, выявляемые при проведении метрологической экспертизы представляемых документов:

- несоответствие метрологических и технических требований заявленных типов средств измерений требованиям национального законодательства в области обеспечения единства измерений (ТНПА и НПА, устанавливающим метрологические и технические требования к средствам измерений и методам их испытаний);
- несоответствие метрологических и технических требований заявленных типов средств измерений в описании типа, методике поверки и эксплуатационных документах;
- отсутствие в методиках поверки операций проверки метрологических характеристик, указанных в описании типа, и рассматриваемых как обязательные метрологические требования в соответствии с Законом Республики Беларусь «Об обеспечении единства измерений»;
- проведение поверки заявленных типов средств измерений в неполном диапазоне измерений, проведение поверки отдельных измерительных каналов и др.

Недостатки, выявленные в ходе метрологической экспертизы, также обусловлены различиями в законодательствах в области единства измерений государств – участников Соглашения, в части действия нормативных документов, устанавливающих различные метрологические и технические требования по ряду категорий средств измерений, применяемых в сфере законодательной метрологии (например, счетчики воды, теплосчетчики и др.). Выявление подобных недостатков в ходе метрологической экспертизы исключает возможность допуска на рынок Республики Беларусь средств измерений, не соответствующих требованиям национального законодательства Республики Беларусь в области обеспечения единства измерений.

В соответствии с ПМГ 06-2024 изготовители средств измерений Республики Беларусь вносят в национальные реестры средств измерений других государств – участников Соглашения средства измерений белорусского производства, что также способствует снижению затрат изготовителей средств измерений Республики Беларусь при утверждении их типа в государствах – участниках Соглашения.

Таким образом, реализация процедур межгосударственной стандартизации по признанию результатов испытаний и утверждения типа средств измерений, произведенных в государствах –

участниках Соглашения, повышает эффективность взаимодействия национальных органов по метрологии государств – участников Соглашения в области обеспечения единства измерений и способствует эффективной реализации положений Соглашения о взаимном признании результатов испытаний с целью утверждения типа, метрологической аттестации, поверки и калибровки средств

измерений в рамках мероприятий Стратегии экономического развития СНГ.

**Наталья Николаевна ЧЕРВЯКОВСКАЯ**,  
начальник сектора  
научно-исследовательского отдела  
законодательной и теоретической метрологии,  
НТП БелГИМ.

Дата поступления 10.12.2024

## БелГИМ использует климатическую камеру с имитацией солнечной радиации



Климатическая камера с солнечной радиацией предназначена для испытаний на стойкость образцов (изделий) к воздействию интенсивного солнечного излучения.

### Область применения камеры солнечной радиации:

- промышленное автомобилестроение;
- солнечная энергетика;
- электроника;
- лакокрасочное производство;
- оптическое производство.

### Камера солнечной радиации способна реализовать следующие задачи:

- как поведет себя исследуемый объект при экстремальных температурах;
- изменятся ли его свойства под воздействием ультрафиолета;
- повлияют ли данные условия на срок эксплуатации изделия;
- как быстро произойдет его «старение»;
- к каким негативным последствиям приведет долговременное воздействие ультрафиолета;
- при каких условиях сохраняется работоспособные характеристики, а при каких изделие перестает выполнять свои функции.

### Возможны испытания в следующих условиях:

- температура: от минус 70 °C до плюс 180 °C ( $\pm 2$  °C);
- влажность: от 10 % до 98 % ( $\pm 3$  %) при температуре от 5 °C до 60 °C;
- суммарная интенсивность излучения:  $1\ 120\ \text{Вт/м}^2 \pm 140\ \text{Вт/м}^2$ ;
- ультрафиолетовое излучение: от 280 нм до 315 нм:  $5\ \text{Вт/м}^2 \pm 35\ %$ ;  
от 315 нм до 400 нм:  $63\ \text{Вт/м}^2 \pm 25\ %$ .

УДК 621.317.785(476)

Т. Г. Сосновская,  
М. А. Ярмолович

## СЧЕТЧИКИ ЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ЭНЕРГИИ: ИХ ТИПЫ, РОЛЬ В ОРГАНИЗАЦИИ УЧЕТА ЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ЭНЕРГИИ В РЕСПУБЛИКЕ БЕЛАРУСЬ

В данной статье рассмотрены основные типы счетчиков электрической энергии, применяемых на территории Республики Беларусь.

*This article examines the main types of electricity meters used in the Republic of Belarus.*

Электрическая энергия является особым видом товара, характеризующимся одновременностью его производства и потребления и требующим постоянного и непрерывного поддержания его параметров. Учет электрической энергии – это, в свою очередь, процесс непрерывного измерения количества производимой, передаваемой, распределяемой, отпускаемой или потребляемой электрической энергии (мощности) с применением средств расчетного учета электрической энергии (мощности). При этом к средствам расчетного учета электрической энергии (мощности) (далее – средство расчетного учета) относят не только счетчик электрической энергии (мощности), но и счетчик электрической энергии (мощности) с расщепленной архитектурой, или счетчик электрической энергии (мощности) с измерительными трансформаторами тока (напряжения), или автоматизированную систему учета электрической энергии (далее – АСКУЭ).

Кроме измерения количества электрической энергии (мощности), в настоящее время возрастает необходимость измерения параметров качества электрической энергии, а также сбора, хранения, накопления, обработки, регистрации, отображения и распространения (распределения) полученной информации.

Счетчик электрической энергии (далее – счетчик) – интегрирующий по времени измерительный прибор, предназначенный для измерения количества активной и (или) реактивной электрической энергии.

Основной задачей счетчиков является учет электрической энергии, используемой для бытовых, коммерческих или промышленных нужд. Это позволяет контролировать расход электроэнергии; определять объемы потребления для выставления счетов; анализировать эффективность энергопотребления; выявлять случаи несанкционированного подключения. Счетчики являются важной

частью электрической инфраструктуры, обеспечивая прозрачность расчетов между потребителями и энергоснабжающими организациями.

По принципу работы счетчики подразделяют на электромеханические (индукционные) и статические (электронные). В электромеханическом (индукционном) счетчике токи, протекающие в неподвижных катушках, взаимодействуют с токами, индуцируемыми в подвижном элементе (диске), что приводит его в движение, при котором число оборотов пропорционально количеству измеряемой электрической энергии.

В статическом (электронном) счетчике напряжение и сила переменного тока воздействуют на твердотельные (электронные) элементы для создания (преобразования) на выходе импульсов, количество (частота) которых пропорциональны количеству измеряемой электрической энергии.

Электромеханические (индукционные) счетчики, один из которых показан на рисунке 1, широко использовались во времена СССР. В настоящее время им на смену приходят статические (электронные) счетчики, которые являются наиболее



Рис. 1. Индукционный однофазный счетчик CO-И446М

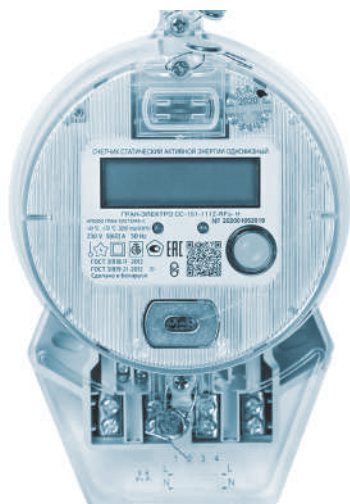


Рис. 2. Статический (электронный) счетчик активной электрической энергии однофазный «Гран-Электро СС-101Z-RF-H-M»

точными и современными (см. рисунок 2). Важно отметить, что развитие функциональных возможностей статического (электронного) счетчика, его комплектация различными интерфейсами связи позволяет удаленно считывать информацию о потребленной электрической энергии.

Счетчики можно классифицировать по способу подключения к сетям переменного тока, по количеству измерительных элементов и счетных механизмов, по виду измеряемой электрической энергии, по особенностям тарификации, по типу конструкции и т.д.

По способу подключения к сетям переменного тока счетчики подразделяют на однофазные и трехфазные. Однофазные счетчики применяются в сетях переменного тока частотой 50 Гц с номинальным напряжением 230 В. Как правило, они используются для организации учета электрической энергии для бытового потребления в жилом фонде. Трехфазные счетчики применяются в трехфазных трех- и четырехпроводных сетях переменного тока частотой 50 Гц с номинальным напряжением 400 В. Чаще всего они используются для организации учета электрической энергии на крупных промышленных объектах, в организациях. Следует отметить, что все современные статические (электронные) счетчики осуществляют в том числе однофазный учет и могут применяться для учета потребленной энергии как в однофазных, так и в трехфазных сетях.

Кроме того, по способу подключения к сетям переменного тока счетчики подразделяют на счетчики прямого включения и счетчики для включения через измерительные трансформаторы.

Счетчик, предназначенный для включения через измерительные трансформаторы напряже-



Рис. 3. Счетчик активной электрической энергии однофазный многофункциональный электронный ЭЭ8017, осуществляющий учет электрической энергии по одному, двум, трем или четырем тарифам

ния и тока с заранее заданными коэффициентами трансформации, называется трансформаторным счетчиком. Его показания соответствуют значению электрической энергии, прошедшей через первичную цепь измерительных трансформаторов напряжения и тока.

Счетчик, предназначенный для включения через измерительные трансформаторы, имеющие любые коэффициенты трансформации, называют трансформаторным универсальным счетчиком. Для определения количества электрической энергии, прошедшей через первичную цепь измерительных трансформаторов, необходимо показания такого счетчика умножить на произведение коэффициентов трансформации напряжения и тока.

По особенностям тарификации счетчики подразделяют на однотарифные и многотарифные. Следует отметить, что тарифы представляют собой определенные ставки либо их систему в денежном выражении на единицу коммунального ресурса, в данном случае – кВт·ч электрической энергии. Методики расчета тарифов утверждаются на уровне государства. Однотарифные счетчики производят учет электрической энергии в одном тарифе. Многотарифный счетчик – счетчик электроэнергии, снабженный набором счетных механизмов, каждый из которых работает в установленные интервалы времени, соответствующие различным тарифам. Использование многотарифного счетчика (см. рисунок 3) позволяет более эффективно вести учет электроэнергии в зависимости от времени суток, а также от выходных и праздничных дней.



Рис. 4. Счетчик активной и реактивной электрической энергии трехфазный CE318BY R32



Рис. 5. Счетчик электрической энергии однофазный multifunctional CE208BY C1

Многофункциональный счетчик имеет другие функции – он измеряет не только количество потребленной электрической энергии, но и параметры сети (напряжение, силу тока, частоту и т.д.), а также параметры качества, осуществляет мониторинг внешних событий с помощью дискретных входов, а также взаимодействует со внешним оборудованием. На рисунке 4 представлен счетчик активной и реактивной электрической энергии трехфазный CE318BY R32, который является примером многофункционального счетчика. К функциональным возможностям данного счетчика, в зависимости от исполнения, относятся: многотарифный учет электроэнергии; три варианта управления тарификацией – по событиям, внешнее и повременное; возможность одновременного использования вариантов управления тарификацией; ведение ретроспективы (фиксация значений накопителей энергии на начало до 128 суток, 40 расчетных периодов (месяцев), 10 лет); ведение ретроспективы по событиям (до 20 событий); ведение интервальных профилей четырех каналов энергии: активной и реактивной, прямого и обратного направления; ведение интервальных профилей с гибкой расширенной настройкой типа сохраняемых параметров и параметров ведения; измерение параметров сети, включая частоту сети, силу тока по фазам, фазные и линейные напряжения, углы между током и напряжением по фазам, углы между фазными напряжениями, коэффициент мощности по фазам, активную, реактивную, полную мощность по фазам и суммарно, длительность и глубину провалов напряжения, длительность и максимальное значение перенапряжения, прерывание напряжения, контроль по-

требляемой активной мощности на интервале интегрирования.

Стоит отметить появление счетчиков с расщепленной архитектурой – сплит-счетчиков, представляющих собой электронное интеллектуальное устройство, которое конструктивно делится на две части:

- измерительная часть (измерительный блок), устанавливаемый в верхней части опоры линии электропередачи;
- устройство отображения для дистанционного считывания измерений.

Сплит-счетчик решает один из немаловажных вопросов – доступ к нему без привлечения потребителя электрической энергии.

Учитывая развитие организации дистанционного учета электрической энергии, в том числе с использованием АСКУЭ, все современные счетчики оснащены интерфейсами связи:

- RS-232 интерфейс;
- RS-485 интерфейс;
- интерфейс M-Bus;
- PLC модем;
- Ethernet;
- Wi-Fi технологии;
- радиомодемы, радиоинтерфейсы.

В некоторых счетчиках имеется литиевая батарея для питания энергонезависимой памяти при отсутствии основного питания, для корректной работы часов реального времени, а в некоторых счетчиках обеспечивает функционал при отсутствии основного питания, например, фиксацию факта вскрытия крышки счетчика и т.д.

Кроме того, для обеспечения правильной работы счетчика в течение межповерочного интервала и

прохождения периодической государственной поверки с положительным результатом владельцу счетчика нужно проводить необходимое техническое обслуживание, указанное изготовителем в эксплуатационной документации на соответствующий счетчик. Обязательным в данном случае является своевременная замена литиевой батареи для некоторых типов счетчиков. Стоит обратить внимание, что замена литиевой батареи связана со вскрытием счетчика и должна выполняться квалифицированными специалистами (как правило, изготовителя или ремонтных организаций), прошедшими обучение у изготовителя.

На территории Республики Беларусь широко применяют счетчики отечественных изготовителей, например, Общества с ограниченной ответственностью «Фанипольский завод измерительных приборов «Энергомера»; НПО «ГРАН-СИСТЕМА-С», Открытого акционерного общества «Витебский завод электроизмерительных приборов», ОАО «Брестский электромеханический завод», некоторых российских изготовителей.

В соответствии с действующим законодательством на территории Республики Беларусь для учета электрической энергии необходимо применять счетчики утвержденного типа, прошедшие государственную поверку. Сведения о них представлены в Государственном реестре средств измерений Республики Беларусь [1], размещенном на информационном портале Государственного информационного фонда по обеспечению единства измерений в глобальной компьютерной сети интернет. В частности, в разделе «Информация о регистрации средств измерений» [2] указан ин-

тервал между государственными поверками (далее – межповерочный интервал). Как правило, межповерочный интервал для счетчиков составляет 96 месяцев, но для некоторых типов он в два раза меньше – 48 месяцев.

Для счетчиков осуществляется государственная поверка в случае возникновения спорных вопросов по их метрологическим характеристикам, об исправности счетчиков и (или) их пригодности к применению до истечения срока действия государственной поверки.

#### Список использованной литературы

1. Государственный реестр средств измерений Республики Беларусь [Электронный ресурс] // Государственный информационный фонд по обеспечению единства измерений. – URL: [https://www.oei.by/grsi?GrsiSearch\[grsi\\_status\]=1](https://www.oei.by/grsi?GrsiSearch[grsi_status]=1) (дата обращения: 03.12.2024).
2. Информация о регистрации средств измерений [Электронный ресурс] // Государственный информационный фонд по обеспечению единства измерений. – URL: <https://www.oei.by/adbsearch/search-adb> (дата обращения: 03.12.2024).

**Татьяна Геннадьевна СОСНОВСКАЯ,**

начальник сектора мощности  
производственно-исследовательского отдела  
измерений электрических величин;

**Марина Анатольевна ЯРМОЛОВИЧ,**

начальник производственно-  
исследовательского отдела измерений  
электрических величин.

Дата поступления 03.12.2024

УНИКАЛЬНОЕ ПРЕДЛОЖЕНИЕ НА РЫНКЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ УСЛУГ



## МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ АУДИТ

Республиканское унитарное предприятие «Белорусский государственный институт метрологии»  
Старовиленинский тракт, 93, г. Минск, Республика Беларусь, 220053

Производственно-методический отдел общей метрологии Телефон: +375 17 363 57 99 E-mail: [po@belgim.by](mailto:po@belgim.by)

[www.belgim.by](http://www.belgim.by)

УДК 53.081.1+537.86.029

Ю. М. Шершун,  
А. И. Корбутовский

## НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЭТАЛОН ЕДИНИЦЫ ИМПУЛЬСНОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО НАПРЯЖЕНИЯ НЭ РБ 67-24

*В статье описаны конструкция, состав, принцип работы, измерительные возможности и метрологические характеристики созданного в 2024 году национального эталона единицы импульсного электрического напряжения.*

*The article describes the design, composition, principle of operation, measurement capabilities, and metrological characteristics of the national standard of the unit of impulse electric voltage created in 2024.*

### Введение

Стремительно возрастающие потребности мировой экономики в новейших технологиях, в которых используются электрические импульсы с длительностью фронта в единицы или десятки пикосекунд, применяемые в системах связи, измерительной и военной технике, медицине и научных исследованиях, системах управления транспортом и информационно-телекоммуникационных системах, диктуют необходимость их метрологического обеспечения.

Первые эталонные установки импульсного электрического напряжения были созданы еще во второй половине 60-х годов прошлого века во ВНИИФТРИ (РФ) и NBS (США). За прошедшие годы достигнут существенный прогресс в совершенствовании эталонных установок единицы импульсного напряжения, что было продиктовано необходимостью решения вопросов метрологического обеспечения средств измерений импульсного напряжения. Благодаря использованию новых типов средств измерений и средств вычислительной техники, а также сложных алгоритмов обработки сигналов для исключения влияния различных источников погрешности на результат измерения возросли быстродействие и точность эталонных установок. На текущий момент ведущие производители средств измерений, применяя новые технологии и элементную базу, довели быстродействие своих осциллографов до 3,5 пс и полосу пропускания до 100 ГГц, что потребовало совершенствования эталонной базы Республики Беларусь. В настоящее время в эталоны ВНИИФТРИ (Российская Федерация), PTB (Германия) входят осциллографы с полосой пропускания до 100 ГГц, а в эталонах PTB (Германия), NPL (Великобритания) для генерирования ультракоротких

импульсов используются оптоэлектронные преобразователи импульсов фемтосекундного лазера [1].

В настоящее время на территории Республики Беларусь действует большой приборный парк средств измерений импульсного напряжения (осциллографы, генераторы импульсов, генераторы сигналов сложной формы, калибраторы осциллографов и др.), требующих различных видов метрологической оценки. Существующая в республике эталонная база в области измерений импульсного напряжения ограничена шириной полосы пропускания 50 ГГц и длительностью перепада напряжения 25 пс. Указанные ограничения не позволяют осуществлять метрологический контроль широкополосных осциллографов с полосой пропускания свыше 10 ГГц и генераторов с длительностью перепада напряжения короче 20 пс.

В 2024 году по заданию 2.1 подпрограммы «Эталоны Беларуси» государственной научно-технической программы «Национальные эталоны и высокотехнологичное исследовательское оборудование», выполняемой в 2021–2025 годах [2], производственно-исследовательским отделом радиоэлектронных измерений Республиканского унитарного предприятия «Белорусский государственный институт метрологии» (далее – БелГИМ) разработан и изготовлен национальный эталон единицы импульсного электрического напряжения (далее – эталон). Зарегистрированный в Государственном реестре национальных эталонов единиц величин Республики Беларусь под номером НЭ РБ 67-24 [3], новый национальный эталон позволяет воспроизводить и передавать единицу импульсного электрического напряжения средствам измерений с точностью, не уступающей эталонам ведущих метрологических институтов мира.



Рис. 1. Внешний вид эталона

### Состав и принцип работы эталона

Внешний вид национального эталона единицы импульсного электрического напряжения (далее – эталон) представлен на рисунке 1.

Блок-схема эталона приведена на рисунке 2.

Схема измерения и генерации перепада напряжения, амплитуды импульсных сигналов в пикосекундном и наносекундном диапазоне длительностей приведена на рисунке 3.

В качестве источника импульсного сигнала применяется генератор перепада Keysight N2806A или один из комплекта генераторов перепада напряжения (ТМГ025025ПО11, ТМГ150010ПО11).

Выносной блок генератора перепада Keysight N2806A имеет два основных независимых выхода положительной и отрицательной полярности. Импульсный сигнал с выхода генератора поступает на вход измерительного модуля широкополосного осциллографа. При измерениях импульсных сигналов с амплитудой 1 В дополнительно применяется аттенюатор 6 дБ, запускающий сигнал выхода основного блока генератора перепада на вход выносного блока. В качестве источника сигнала синхронизации для широкополосного осциллографа используется выход положительной или отрицательной полярности генератора Keysight N2806A, соединенный с входом синхронизации.

Сигнал, поступающий на вход выносного блока генератора

Keysight N2806A, одновременно регулирует частоту (период) следования и длительность выходных импульсов. Применение в качестве источника запускающего сигнала высокочастотного генератора сигналов позволяет получить частоту следования импульсов до 32 ГГц и минимальную длительность импульсов до 40 пс. Ограничение до 32 ГГц связано с максимальной частотой сигнала на входе синхронизации широкополосного осциллографа.

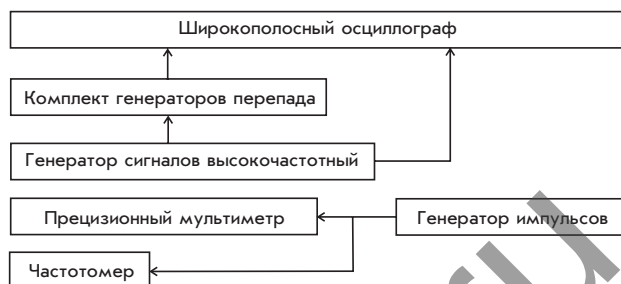


Рис. 2. Блок-схема национального эталона единицы импульсного электрического напряжения (регистрационный номер НЭ РБ 67-24)

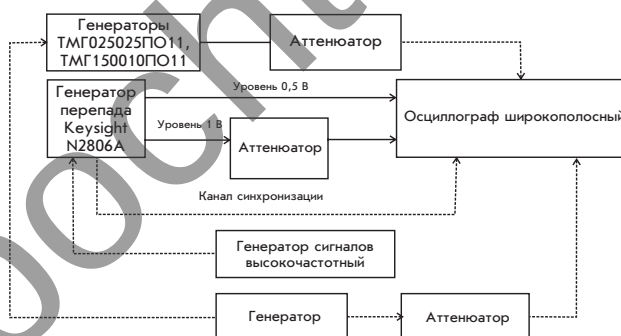


Рис. 3. Схема измерения и генерации перепада напряжения, амплитуды импульсных сигналов в пикосекундном и наносекундном диапазоне длительностей

Для запуска генераторов ТМГ025025ПО11, ТМГ150010ПО11 применяется генератор импульсов, который одновременно является источником сигнала синхронизации для широкополосного осциллографа.

При измерениях длительности перепада напряжения и амплитуды импульсных сигналов, формируемых генераторами ТМГ025025ПО11, ТМГ150010ПО11, применяется комплект аттенюаторов 30 дБ.

Схема измерения и генерации амплитуды импульсных сигналов в микросекундном и миллисекундном диапазоне длительностей приведена на рисунке 4.

В качестве источника импульсного сигнала при измерениях и генерации амплитуды импульсных сигналов в микросекундном и миллисекундном диапазоне длительностей применяется генератор импульсов. Для согласования выхода генератора импульсов с высокоомным входом мультиметра применяется согласующая нагрузка 50 Ом.

В качестве измерителя амплитуды импульсных сигналов применяется прецизионный мультиметр. С выхода генератора сигнал подается на вход

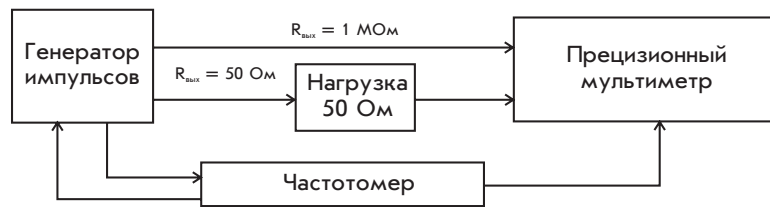


Рис. 4. Схема измерения и генерации амплитуды импульсных сигналов в микросекундном и миллисекундном диапазоне длительностей

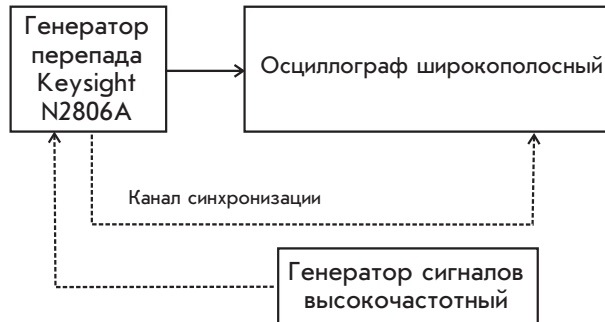


Рис. 5. Схема синхронизации при применении высокочастотного генератора сигналов для регулировки длительности импульсов на выходе генератора перепада Keysight N2806A



Рис. 6. Схема синхронизации при применении генератора импульсов для синхронизации генератора перепада ТМГ025025ПО11 и широкополосного осциллографа

мультиметра, работающего в режиме измерений переменного напряжения. При измерениях амплитуды импульсных сигналов в диапазоне от 0,5 мкс до 1 мкс на мультиметре включен расширенный широкополосный режим.

Для контроля длительности импульсных сигналов, а также для улучшения стабильности временных характеристик генераторов и мультиметра применяется частотомер. Сигнал с высокостабильного внутреннего опорного генератора частотомера подается на вход внешней опорной частоты генератора импульсов и прецизионного мультиметра.

Схема синхронизации при применении высокочастотного генератора сигналов для регулировки длительности импульсов на выходе генератора перепада Keysight N2806A приведена на рисунке 5. Схема синхронизации при применении генератора импульсов для синхронизации генератора перепада ТМГ025025ПО11 и широкополосного осциллографа приведена на рисунке 6.

#### Методика измерений. Обработка измерительной информации

Осциллограф производит многократные выборки сигнала перепада напряжения. Одна выборка содержит 2048 отсчетов. Для снижения шумов в осциллографе применяется усреднение по

формуле

$$A_n = \frac{(M-1) \cdot A_{n-1} + S_i}{M}, \quad (1)$$

где  $A_n$  – среднее значение выборки;

$n$  – текущее среднее число;

$S_i$  –  $i$ -й отсчет;

$M$  – количество усредняемых форм сигнала.

Для коррекции искажений формы измеряемого сигнала, обусловленных джиттером и ограниченной полосой пропускания осциллографа, применяется математическая обработка измерительной информации. В результате математической обработки получается восстановленный, нормированный по амплитуде сигнал перепада.

По воздействию на форму сигнала джиттер эквивалентен фильтру низких частот (ФНЧ) с частотной характеристикой, описываемой формулой

$$H_j(f) = e^{-0,5(2\pi \cdot f \cdot \sigma_j)^2}, \quad (2)$$

где  $f$  – значение частоты произвольной спектральной составляющей входного сигнала осциллографа;

$\sigma_j$  – дисперсия горизонтального канала осциллографа [4].

Влияние полосы пропускания измерительного тракта на форму сигнала описывается формулой

$$H_{BW}(f) = e^{-\left(\frac{\ln 2}{2} \left(\frac{f}{BW}\right)^2\right)}, \quad (3)$$

где  $f$  – значение частоты произвольной спектральной составляющей входного сигнала осциллографа.

Полосу пропускания измерительного тракта  $BW$  определяют по формуле

$$BW = \frac{350}{\sqrt{\tau_N^2 + \tau_A^2 + \tau_{ATT}^2}}, \quad (4)$$

где  $\tau_N$  – длительность времени нарастания переходной характеристики широкополосного осциллографа, пс;

$\tau_A$  – длительность времени нарастания переходной характеристики адаптера, пс;

$\tau_{ATT}$  – длительность времени нарастания переходной характеристики аттенюатора, пс.

В формуле (4) при проведении измерений перепада напряжения на уровне 0,5 В слагаемое  $\tau_{ATT}$  исключается.

Восстановление сигнала проводится по формуле

$$V_{BX} = \text{invFFT} \left( \frac{V(f)}{H_i(f) \cdot H_{BW}(f)} \right), \quad (5)$$

где – invFFT – обратное дискретное преобразование Фурье [4];

$V(f)$  – результат применения дискретного преобразования Фурье к выборкам перепада напряжения, полученным с помощью осциллографа.

Длительность перепада напряжения  $t_{tr}$ , пс, определяют по формуле

$$t_{tr} = \sqrt{t_m^2 - t_c^2}, \quad (6)$$

где  $t_m$  – длительность перепада напряжения, измеренная осциллографом, пс;

$t_c$  – время нарастания модуля широкополосного осциллографа, пс.

Среднее значение амплитуды импульсного сигнала  $X_{cp}$ , мВ (В) вычисляют по формуле

$$X_{cp} = \frac{\sum_i X(i)}{N}, \quad (7)$$

где  $X(i)$  – мгновенное значение амплитуды импульсного сигнала в момент времени  $ti$ ;

$i$  – количество отсчетов;

$N$  – количество выборок.

На рисунках 7, 8 приведены примеры восстановленного сигнала перепада напряжения.

#### Оценивание неопределенности измерений

Оценивание неопределенности измерений проводят в соответствии с принципами и положениями теории неопределенности, изложенными в стандарте [5].

Измерительная задача: определение длительности перепада напряжения.

Функция измерения описывается формулой

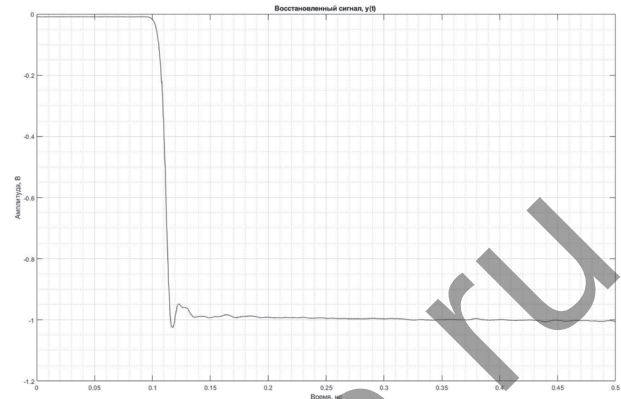


Рис. 7. Восстановленный сигнал отрицательного перепада напряжения

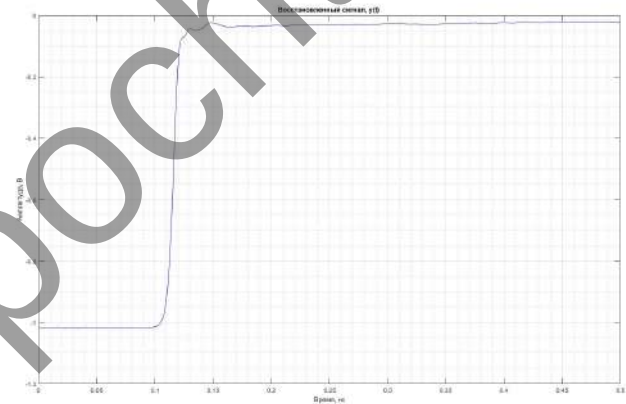


Рис. 8. Восстановленный сигнал положительного перепада напряжения

$$t_{tr} = \sqrt{t_m^2 - t_c^2}, \quad (8)$$

где  $t_{tr}$  – длительность перепада напряжения, пс;

$t_m$  – длительность перепада напряжения, измеренная осциллографом, пс;

$t_c$  – время нарастания модуля широкополосного осциллографа, пс.

Анализ входных величин для функции измерения по формуле (8) представлен в таблице 1.

Входные величины рассматриваются как некоррелированные.

Суммарную стандартную неопределенность  $u_c(x)$  вычисляют по формуле

$$u_c(y) = \sqrt{\sum_j \left( \frac{\partial f}{\partial x_j} \right)^2 \cdot u^2(x_j)}, \quad (9)$$

где  $u(x_j)$  – стандартная неопределенность измерений  $j$ -й входной величины, вычисленная по типу А или по типу В;

$\frac{\partial f}{\partial x_j}$  – коэффициент чувствительности для величины  $x_j$ . Вклад в неопределенность вычисляют по формуле

Таблица 1

## Анализ входных величин функции измерения по формуле (8)

| Входная величина                                                                                | Оценка входной величины и связанных с ней стандартных неопределенностей                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| $t_m$ – длительность перепада напряжения, измеренная осциллографом, пс                          | <p>Тип неопределенности: А.<br/>Вид распределения: нормальное.</p> <p>Значение оценки: <math>X_{cp} = \frac{\sum_n X(i)}{N}</math>,<br/>где <math>X(i)</math> – результат <math>i</math>-го измерения, пс;<br/><math>N</math> – количество измерений.</p> <p>Стандартная неопределенность <math>u(t_m) = S_x = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}}</math></p>                                                                                                |
| $\delta t_u$ – поправка, обусловленная погрешностью измерения опорных уровней осциллографом, пс | <p>Тип неопределенности: В.<br/>Вид распределения: равномерное<br/>Значение оценки: 0 пс.<br/>Интервал, в котором находится значение величины: <math>\pm 0,2</math> пс.</p> <p>Стандартная неопределенность <math>u(\delta t_u) = \frac{0,2}{\sqrt{3}}</math>, пс</p>                                                                                                                                                                                                         |
| $\delta t_j$ – поправка, обусловленная влиянием джиттера на результаты измерений, пс            | <p>Тип неопределенности: В.<br/>Вид распределения: нормальное<br/>Значение оценки: 0 пс<br/>Интервал, в котором находится значение величины: в соответствии с ЭД на осциллограф.</p> <p>Стандартная неопределенность <math>u(\delta t_j) = \frac{\Delta t_j}{\sqrt{3}}</math>, пс</p>                                                                                                                                                                                         |
| $\delta t_s$ – поправка, обусловленная частотой дискретизации осциллографа, пс                  | <p>Тип неопределенности: В.<br/>Вид распределения: равномерное.<br/>Значение оценки: 0 пс.<br/>Интервал, в котором находится значение величины:<br/><math>\Delta t_s = \frac{K \cdot N}{M}</math>, где <math>K</math> – коэффициент развертки осциллографа;<br/><math>N</math> – число делений развертки осциллографа;<br/><math>M</math> – количество отсчетов.</p> <p>Стандартная неопределенность <math>u(\delta t_s) = \frac{\Delta t_s}{2 \cdot \sqrt{3}}</math>, пс</p> |
| $\delta t_{math}$ – поправка, обусловленная математической обработкой сигнала, пс               | <p>Тип неопределенности: В.<br/>Вид распределения: равномерное.<br/>Значение оценки: 0 пс.<br/>Интервал, в котором находится значение величины: <math>\pm 0,4</math> пс.</p> <p>Стандартная неопределенность <math>u(\delta t_{math}) = \frac{0,4}{\sqrt{3}}</math>, пс</p>                                                                                                                                                                                                   |
| $\delta t_T$ – поправка, обусловленная влиянием температуры на результаты измерений, пс         | <p>Тип неопределенности: В.<br/>Вид распределения: равномерное.<br/>Значение оценки: 0 пс.<br/>Интервал, в котором находится значение величины: <math>\pm 0,2</math> пс [6].</p> <p>Стандартная неопределенность <math>u(t_c) = \frac{\Delta t_c}{2 \cdot \sqrt{3}}</math>, пс</p>                                                                                                                                                                                            |

|                                                                  |                                                                                                                                                                                                                                                                                    |
|------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| $t_c$ – время нарастания модуля широкополосного осциллографа, пс | Тип неопределенности: В.<br>Вид распределения: прямоугольное.<br>Значение оценки: 0 пс.<br>Интервал, в котором находится значение величины: в соответствии с ЭД на модуль осциллографа.<br>Стандартная неопределенность $u(t_c) = \frac{\Delta t_c}{2 \cdot \sqrt{3}}, \text{ пс}$ |
|------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|

$$u_j(y) = \frac{\partial f}{\partial x_j} \cdot u(x_j). \quad (10)$$

Расширенную неопределенность измерений  $U$  с выбранным уровнем доверия  $P$  вычисляют по формуле

$$U = k \cdot u_c(y), \quad (11)$$

где  $k$  – коэффициент охвата, соответствующий выбранному уровню доверия;

$u_c(y)$  – суммарная стандартная неопределенность.

Полный результат измерения, состоящий из оценки измеряемой величины  $t_{tr}$  и соответствующей ей расширенной неопределенности  $U$ , представляется в виде

$$(t_{tr} \pm U), p = 0,95, k = 2.$$

**Измерительная задача:** определение погрешности воспроизведения амплитуды импульсных сигналов.

Функция измерения для мультиметра

$$\Delta A = A_r - (A_{изм} + \delta_m + \delta_T + \delta_S), \quad (12)$$

где  $A_r$  – значение амплитуды импульсов, установленное на выходе генератора;

$A_{изм}$  – амплитуда импульсов, измеренная мультиметром;

$\delta_m$  – поправка на погрешность мультиметра, рассчитанная в соответствии с ЭД;

$\delta_T$  – поправка на погрешность мультиметра, обусловленную изменением температуры окружающего воздуха и рассчитанная в соответствии с ЭД;

$\delta_S$  – поправка, обусловленная конечной разрешающей способностью мультиметра.

Анализ входных величин для функции измерения по формуле (12) представлен в таблице 2.

Входные величины рассматриваются как некоррелированные.

Вычисления проводятся по формулам (9)–(11).

Функция измерения для осциллографа

$$\Delta A = A_r - (A_{изм} + \delta_o + \delta_N), \quad (13)$$

где  $A_r$  – значение амплитуды импульсов, установленное на выходе генератора;

$A_{изм}$  – амплитуда импульсов, измеренная осциллографом;

$\delta_o$  – поправка на погрешность широкополосного осциллографа;

$\delta_N$  – поправка, обусловленная средним квадратическим значением шума тракта вертикального отклонения широкополосного осциллографа.

Анализ входных величин для функции измерения по формуле (13) представлен в таблице 3.

Входные величины рассматриваются как некоррелированные.

Вычисления проводятся по формулам (9)–(11).

Полный результат измерения состоит из оценки измеряемой величины  $\Delta A$  и соответствующей ей расширенной неопределенности  $U$  и представляется в виде:

$$(\Delta A \pm U), p = 0,95, k = 2.$$

Результаты экспериментальных исследований эталона позволили определить его метрологические характеристики, которые приведены в таблице 4.

## Заключение

Созданный в БелГИМ национальный эталон единицы импульсного электрического напряжения (регистрационный номер НЭ РБ 67-24) полностью обеспечивает метрологическую оценку имеющихся в Республике Беларусь средств измерений импульсного электрического напряжения. Основными потребителями услуг по их метрологической оценке являются предприятия Госстандарта, Министерства связи и информатизации, Министерства промышленности, Министерства обороны РБ.

## Список использованной литературы

1. Маневич, В.З. Государственный первичный специальный эталон единицы импульсного электрического напряжения с длительностью импульса 4·10–11 – 1·10–5 с / В.З. Маневич, Л.Н. Селин // Измерительная техника. – 2011. – № 12. – С. 6–11.

Таблица 1

## Анализ входных величин функции измерения по формуле (12)

| Входная величина                                                                                                | Оценка входной величины и связанных с ней стандартных неопределенностей                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| $A_{изм}$ – амплитуда импульсов, измеренная мультиметром, мВ (В)                                                | <p>Тип неопределенности: А.</p> <p>Вид распределения: нормальное.</p> <p>Значение оценки: <math>X_{cp} = \frac{\sum_n X(i)}{N}</math>,</p> <p>где <math>X(i)</math> – результат i-го измерения, мВ (В);</p> <p><math>N</math> – количество измерений.</p> <p>Стандартная неопределенность</p> $u(A_{изм}) = S_x = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}}$                      |
| $\delta_m$ – поправка на погрешность мультиметра, мкВ (мВ)                                                      | <p>Тип неопределенности: В.</p> <p>Вид распределения: равномерное.</p> <p>Значение оценки: 0 мВ (В)</p> <p>Интервал, в котором находится значение величины: <math>\pm(76 \cdot 10^{-6} \cdot A_{изм} + 5 \cdot 10^{-6} \cdot A_{пр})</math>,</p> <p>где <math>A_{пр}</math> – диапазон измерения, мВ (мВ).</p> <p>Стандартная неопределенность</p> $u(\delta_m) = \frac{\Delta_m}{\sqrt{3}}$ |
| $\delta_T$ – поправка на погрешность мультиметра, обусловленную изменением температуры окружающего воздуха, мкВ | <p>Тип неопределенности: В.</p> <p>Вид распределения: нормальное.</p> <p>Значение оценки: 0 мВ (В).</p> <p>Интервал, в котором находится значение величины: <math>\pm 3 \cdot 10^{-6} \cdot A_{изм}</math>.</p> <p>Стандартная неопределенность</p> $u(\delta_T) = \frac{\Delta_T}{\sqrt{3}}$                                                                                                |
| $\delta_s$ – поправка, обусловленная конечной разрешающей способностью мультиметра, мкВ                         | <p>Тип неопределенности: В.</p> <p>Вид распределения: равномерное.</p> <p>Значение оценки: 0 мВ (В).</p> <p>Интервал, в котором находится значение величины: <math>\pm 0,05</math> мкВ.</p> <p>Стандартная неопределенность</p> $u(\delta_s) = \frac{0,05}{\sqrt{3}}, \text{ мкВ}$                                                                                                           |
| $A_r$ , мВ (В)                                                                                                  | Значение оценки: задается оператором, рассматривается как условно постоянная величина                                                                                                                                                                                                                                                                                                        |

2. Государственные научно-технические программы [Электронный ресурс] // Официальный портал / Государственный комитет по науке и технологиям Республики Беларусь. – URL: <https://www.gknt.gov.by/deyatelnost/gosudarstvennye-nauchno-tekhicheskie-programmy.php> (дата обращения: 02.12.2024).

3. НЭ РБ 67-24 Национальный эталон единицы импульсного электрического напряжения [Электронный ресурс] : Государственный реестр на-

циональных эталонов единиц величин Республики Беларусь // Государственный информационный фонд по обеспечению единства измерений. – URL: <https://www.oei.by/etalon/view?id=101419> (дата обращения: 02.12.2024).

4. Smith, A. J. A. Fast waveform metrology: generation, measurement and application of sub-picosecond electrical pulses / A. J. A. Smith. – Doctoral thesis. – London : University of London, 1995.

Таблица 3

Анализ входных величин функции измерения по формуле (13)

| Входная величина                                                                                                                            | Оценка входной величины и связанных с ней стандартных неопределенностей                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| $A_{изм}$ – амплитуда импульсов, измеренная широкополосным осциллографом, мВ                                                                | <p>Тип неопределенности: А.</p> <p>Вид распределения: нормальное.</p> <p>Значение оценки: <math>X_{cp} = \frac{\sum_n X_{(i)}}{N}</math>,</p> <p>где <math>X_{(i)}</math> – результат i-го измерения, мВ (В);</p> <p><math>N</math> – количество измерений.</p> <p>Стандартная неопределенность</p> $u(A_{изм}) = S_x = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}}$ |
| $\delta_o$ – поправка на погрешность широкополосного осциллографа, мВ                                                                       | <p>Тип неопределенности: В.</p> <p>Вид распределения: равномерное.</p> <p>Значение оценки: 0 мВ (В).</p> <p>Интервал, в котором находится значение величины: <math>\pm 2</math> мВ.</p> <p>Стандартная неопределенность</p> $u(\delta_o) = \frac{2}{\sqrt{3}}, \text{ мВ}$                                                                                                    |
| $\delta_N$ – поправка, обусловленная средним квадратическим значением шума тракта вертикального отклонения широкополосного осциллографа, мВ | <p>Тип неопределенности: В.</p> <p>Вид распределения: нормальное.</p> <p>Значение оценки: 0 мВ (В).</p> <p>Интервал, в котором находится значение величины: <math>\pm 2</math> мВ.</p> <p>Стандартная неопределенность</p> $u(\delta_N) = \frac{2}{\sqrt{3}}, \text{ мВ}$                                                                                                     |
| $A_g$ , мВ (В)                                                                                                                              | Значение оценки: задается оператором, рассматривается как условно постоянная величина                                                                                                                                                                                                                                                                                         |

Таблица 4

Анализ входных величин функции измерения по формуле (13)

| Наименование характеристики                                                                      | Значение               |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------|
| Воспроизводимый эталоном диапазон значений единицы импульсного электрического напряжения, В      | от минус 10 до плюс 10 |
| Минимальная длительность перепада напряжения, пс                                                 | 8,02                   |
| Расширенная неопределенность воспроизведения перепада напряжения ( $P = 95 \%$ , $k = 2$ ), пс   | не более 1,80          |
| Расширенная неопределенность измерения амплитуд импульсных сигналов ( $P = 95 \%$ , $k = 2$ ), % | не более 0,973         |

5. Неопределенность измерения : ГОСТ 34100.3-2017/ISO/IEC Guide 98-3:2008. – часть 3 : руководство по выражению неопределенности измерения. – Введ. РБ 01.09.2018. – 114 с.

6. Larson, Donald R. Temperature Effects on the High-Speed Response of Digitizing Sampling Oscilloscopes / Donald R. Larson. – Gaithersburg : National Institute of Standards and Technology. – MD 20899-0001.

**Юрий Марьянович ШЕРШУН,**

начальник производственно-исследовательского отдела радиоэлектронных измерений БелГИМ;  
**Александр Иванович КОРБУТОВСКИЙ,**  
 ведущий инженер – исследователь  
 производственно-исследовательского отдела радиоэлектронных измерений БелГИМ.

Дата поступления 03.12.2024

УДК 66.071.9

М. П. Клунин,  
Д. Ф. Чечко,  
А. М. Мирончик

## ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ МЕЖДУНАРОДНЫХ КЛЮЧЕВЫХ СЛИЧЕНИЙ СООМЕТ.QM-K3.2019 «АВТОМОБИЛЬНЫЕ ВЫХЛОПНЫЕ ГАЗЫ»

В настоящей статье изложены результаты международных ключевых сличений в области газового анализа СООМЕТ.QM-K3.2019, в которых участвовал Национальный эталон единицы молярной доли компонентов в газовых смесях (НЭ РБ 13-04).

*This paper reports the results of the international key comparison in the field of gas analysis COOMET.QM-K3.2019, in which the National Standard of the Republic of Belarus of the unit of molar fraction of components in gas mixtures (NS RB 13-04) was participated.*

### Введение

Региональные сличения СООМЕТ.QM-K3.2019 связаны с соответствующими ключевыми сличениями, организованными Консультативным комитетом по количеству вещества Международного бюро мер и весов – CCQM-K3.2019 «Автомобильные выхлопные газы», которые были проведены в 2020–2021 гг. [1].

CCQM-K3.2019 является одним из ключевых сличений, которые оценивают базовые возможности в области газового анализа (ключевые сличения типа А). Такие возможности включают, в том числе, способность приготовления первичных эталонных газовых смесей (PSMs) [2], проведения необходимого анализа чистоты веществ, используемых для приготовления, верификации состава вновь приготовленных PSMs относительно ранее приготовленных, и способности проведения измерений состава газовой смеси.

Данное ключевое сличение – первое ключевое сличение для автомобильных выхлопных газов, учитывающее содержание кислорода. Структура ключевого сличения соответствует структуре ключевых сличений CCQM-K3 [3] и CCQM-K111 [4].

### Участники сличений

Региональные сличения СООМЕТ.QM-K3.2019 связаны с соответствующими ключевыми сличениями, организованными Консультативным комитетом по количеству вещества Международного бюро мер и весов – CCQM-K3.2019 «Автомобильные выхлопные газы», которые были проведены в 2020–2021 гг. [1].

### Газовые смеси для сличений

Набор газовых смесей был приготовлен в координирующей лаборатории (ВНИИМ) гравиметрическим методом. Смесей были верифицированы относительно ранее приготовленных PSMs ВНИИМ.

Смеси готовили в алюминиевых баллонах вместимостью 5 дм<sup>3</sup>. Давление в баллонах было примерно 10 МПа. Состав смеси и соответствующую неопределенность рассчитывали в соответствии с ISO 6142 [2]. Доли количества вещества, полученные на основе результатов гравиметрической процедуры и анализа чистоты исходных газов, были приняты как опорные значения ключевых сличений (KCRVs). Каждый баллон имел собственное опорное значение.

Таблица 1

Участники сличений

| Страна    | Наименование участника                                                                        | Сокращенное наименование лаборатории-участника |
|-----------|-----------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------|
| Россия    | Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева (координатор) | ВНИИМ                                          |
| Беларусь  | Белорусский государственный институт метрологии                                               | БелГИМ                                         |
| Казахстан | Казахстанский институт метрологии                                                             | КазИнМетр                                      |

**Таблица 2**  
**Номинальные диапазоны количества**  
**вещества в газовой смеси, подготовленной**  
**координатором**

| Компонент        | Молярная доля вещества x |
|------------------|--------------------------|
| Оксид углерода   | 0,5 % – 2 %              |
| Диоксид углерода | 2 % – 5 %                |
| Кислород         | 1 % – 4 %                |
| Пропан           | 100 ppm – 300 ppm        |
| Азот             | остальное                |

Номинальные диапазоны количества вещества в газовой смеси, подготовленной координатором, перечислены в таблице 2.

#### Модель измерений

Опорные значения в этом ключевом сличении основаны на гравиметрических данных и данных по измерению чистоты исходных газов. Все смеси были верифицированы перед отправкой участникам. После возвращения баллонов они были подвергнуты второй верификации для подтверждения стабильности смесей.

При приготовлении учитывались следующие четыре группы источников неопределенности:

- 1) гравиметрическое приготовление (процедура взвешивания) ( $x_{i,grav}$ );
- 2) чистота исходных газов ( $\Delta x_{i,purity}$ );
- 3) стабильность газовой смеси ( $\Delta x_{i,stab}$ );
- 4) поправка, связанная с дополнительной десорбцией компонента со стенок баллона ( $\Delta x_{i,nr}$ ).

Предыдущие исследования показали, что смесь стабильна и нет необходимости вводить поправку, связанную с дополнительной десорбцией компонента. Эти члены равны нулю, так же как и их стандартные неопределенности.

Тогда уравнение для расчета доли количества вещества  $x_{i,prep}$  компонента смеси  $i$  в баллоне:

$$x_{i,prep} = x_{i,grav} + \Delta x_{i,purity} \quad (1)$$

Уравнение для расчета соответствующей стандартной неопределенности:

$$u^2(x_{i,prep}) = u^2(x_{i,grav}) + u^2(\Delta x_{i,purity}). \quad (2)$$

Правильность приготовления смеси была продемонстрирована путем сопоставления рассчитанного при приготовлении количества вещества со значением, полученным при аналитических измерениях (верификации). Приписанный при приготовлении состав смеси считали подтвержденным при выполнении следующего условия [2]:

$$|x_{i,prep} - x_{i,ver}| \leq 2\sqrt{u^2(x_{i,prep}) + u^2(x_{i,ver})}. \quad (3)$$

Коэффициент 2 в формуле (3) – коэффициент охвата (при нормальном распределении и уровне доверия 95 %). Полученные данные по приготовлению и верификации не показали наличия сме-

щения. Гравиметрические данные согласуются с результатами измерений ранее приготовленных эталонных газовых смесей в рамках неопределенности проведенных измерений.

Выражение для стандартной неопределенности опорного значения ключевого сличения:

$$u^2_{i,ref} = u^2_{i,prep} + u^2_{i,ver} \quad (4)$$

Значения  $u_{i,prep}$ ,  $u_{i,ver}$  и  $u_{i,ref}$  приведены в таблице 6, содержащей результаты измерений.

#### Описание исследований в БелГИМ

##### Аппаратура

Измерения производили на хроматографе газовом «Кристалл 5000.1», оснащенном двумя детекторами по теплопроводности (далее – ДТП) и пламенно-ионизационным детектором (далее – ПИД), насадочной металлической колонкой NayeSep N 80/100 размерами 3 м x 3 мм x 2 мм, насадочной металлической колонкой CaA 0,16/0,25 размерами 1 м x 4 мм x 2 мм и капиллярной колонкой HP PLOT/Q размерами 30 м Ч 0,53 мм. Газ-носитель – гелий и аргон. Также использовался формирователь газовых потоков для создания и поддержания постоянного давления пробы в дозах.

Для управления хроматографом, сбора и обработки хроматографических данных использовали ПЭВМ и ПО «Хроматэк Аналитик» версии 3.0.

##### Смеси для калибровки

Набор калибровочных газовых смесей (далее – КГС) для калибровки хроматографа был изготовлен гравиметрическим методом с использованием гравиметрических комплексов на базе масс-компараторов CCE40K3 (Sartorius, Германия) и KA10-3/P (Mettler-Toledo, Швейцария). Количественный состав КГС и соответствующую неопределенность рассчитывали в соответствии ISO 6142-1 [2].

Для приготовления КГС использовали азот марки 6.0, кислород HiQ марки 6.0, диоксид углерода марки 5.3, монооксид углерода марки 4.0 и пропан марки 3.5. Целевые смеси получены путем смешения промежуточной смеси 1 % C3H8-N2 и чистых газов CO<sub>2</sub>, CO, O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>. Промежуточная смесь приготовлена из чистых газов прямым смешиванием.

Состав КГС приведен в таблице 3.

##### Калибровка хроматографа и измерение образца для сличений

При калибровке и измерениях выполняли по 5 наблюдений для каждой газовой смеси в условиях повторяемости.

Расчет содержания компонентов в образце для сличений и соответствующей неопределенности проводили согласно ISO 6143:2001 [5] с использованием рекомендованной стандартом программы B\_LEAST.

Таблица 3

## Состав КГС

| Номер баллона, объем, материал, дата приготовления | Компонент                     | Содержание, $x$ , моль/моль·10 <sup>-2</sup> | Стандартная неопределенность, $u(x)$ , моль/моль·10 <sup>-2</sup> |
|----------------------------------------------------|-------------------------------|----------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------|
| ЕЕХ107, 4 дм <sup>3</sup> , алюминий, 07.02.2024   | O <sub>2</sub>                | 2,770493                                     | 0,001036                                                          |
|                                                    | CO <sub>2</sub>               | 1,842405                                     | 0,000759                                                          |
|                                                    | CO                            | 0,918211                                     | 0,001203                                                          |
|                                                    | C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> | 0,018293                                     | 0,000026                                                          |
|                                                    | N <sub>2</sub>                | остальное                                    |                                                                   |
| ЕЕХ051, 4 дм <sup>3</sup> , алюминий, 07.02.2024   | O <sub>2</sub>                | 3,085493                                     | 0,001034                                                          |
|                                                    | CO <sub>2</sub>               | 2,039889                                     | 0,000758                                                          |
|                                                    | CO                            | 1,018326                                     | 0,001200                                                          |
|                                                    | C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> | 0,020332                                     | 0,000029                                                          |
|                                                    | N <sub>2</sub>                | остальное                                    |                                                                   |
| ЕЕХ070, 4 дм <sup>3</sup> , алюминий, 09.02.2024   | O <sub>2</sub>                | 3,334436                                     | 0,001537                                                          |
|                                                    | CO <sub>2</sub>               | 2,234741                                     | 0,001130                                                          |
|                                                    | CO                            | 1,108166                                     | 0,001793                                                          |
|                                                    | C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> | 0,022210                                     | 0,000033                                                          |
|                                                    | N <sub>2</sub>                | остальное                                    |                                                                   |

## Результаты измерений

Результаты измерений, выполненных БелГИМ, приведены в таблице 4.

Окончательный результат измерений, выполненных БелГИМ, приведен в таблице 5.

## Степень эквивалентности

Степень эквивалентности  $d_i$  для каждой лаборатории  $i$ , принимавшей участие в сличениях, определяется согласно уравнению:

$$\Delta x_i = d_i = x_{i,lab} - x_{i,ref} \quad (5)$$

Стандартная неопределенность  $u(d_i)$  может быть выражена как

$$u^2(d_i) = u_{i,lab}^2 + u_{i,prep}^2 + u_{i,ver}^2 \quad (6)$$

в предположении, что составляющие неопределенности не коррелированы.

## Результаты

Результаты сличений суммированы в таблицах 6–9 и рисунках 1–4, где использованы следующие обозначения:

$x_{i,prep}$  – количество вещества по гравиметрическому приготовлению для баллона  $i$ , моль/моль·10<sup>-2</sup>;

$u_{i,prep}$  – стандартная неопределенность  $x_{i,prep}$ , моль/моль·10<sup>-2</sup>;

$u_{i,ver}$  – стандартная неопределенность верификации для баллона  $i$ , моль/моль·10<sup>-2</sup>;

$u_{i,ref}$  – стандартная неопределенность опорного значения ключевого сличения для баллона  $i$ , моль/моль·10<sup>-2</sup>;

$x_{i,lab}$  – результат лаборатории  $i$ , моль/моль·10<sup>-2</sup>;

$U_{i,lab}$  – расширенная неопределенность лаборатории  $i$  для 95 %-го доверительного уровня, моль/моль·10<sup>-2</sup>;

$k_{i,lab}$  – принятый коэффициент охвата лаборатории;

$d_i$  – степень эквивалентности (разность между результатом лаборатории и референтным значением), моль/моль·10<sup>-2</sup>;

$k$  – приписанный коэффициент охвата для степени эквивалентности;

$U(d_i)$  – расширенная неопределенность степени эквивалентности для 95 %-го доверительного уровня, моль/моль·10<sup>-2</sup>.

<sup>1</sup> В MRA степень эквивалентности характеризуется  $d_i$  и  $U(d_i)$ .

\*Результат ВНИИМ в CCQM-K3.2019

Величина  $u'_{ref}$  в таблице 9 – это скорректированная стандартная неопределенность эталонного значения для результатов определения доли количества кислорода.

При оценивании неопределенности степени эквивалентности предполагалось нормальное распределение и был использован коэффициент охвата  $k = 2$ . Для получения стандартной неопределенности результата лаборатории расширенную неопределенность лаборатории (при 95 %-ном доверительном уровне) делили на указанный в отчете коэффициент охвата.

Таблица 4

## Результаты измерений, выполненных БелГИМ

| Дата измерения<br>(дд/мм/гг) | Компонент         | Результат, х,<br>моль/моль·10 <sup>-2</sup> | Стандартное<br>отклонение, % отн. | Число<br>измерений n |
|------------------------------|-------------------|---------------------------------------------|-----------------------------------|----------------------|
| 25.04.2024                   | Кислород          | 3,003332                                    | 0,063                             | 5                    |
|                              | Двуокись углерода | 2,023450                                    | 0,110                             |                      |
|                              | Окись углерода    | 1,012530                                    | 0,247                             |                      |
|                              | Пропан            | 0,019917                                    | 0,137                             |                      |
| 29.04.2024                   | Кислород          | 3,000738                                    | 0,080                             | 5                    |
|                              | Двуокись углерода | 2,023759                                    | 0,080                             |                      |
|                              | Окись углерода    | 1,013943                                    | 0,448                             |                      |
|                              | Пропан            | 0,019972                                    | 0,162                             |                      |
| 30.04.2024                   | Кислород          | 2,994527                                    | 0,059                             | 5                    |
|                              | Двуокись углерода | 2,020534                                    | 0,055                             |                      |
|                              | Окись углерода    | 1,014724                                    | 0,442                             |                      |
|                              | Пропан            | 0,019941                                    | 0,103                             |                      |
| 03.05.2024                   | Кислород          | 2,998166                                    | 0,051                             | 5                    |
|                              | Двуокись углерода | 2,021600                                    | 0,071                             |                      |
|                              | Окись углерода    | 1,012416                                    | 0,262                             |                      |
|                              | Пропан            | 0,019947                                    | 0,082                             |                      |
| 06.05.2024                   | Кислород          | 3,000102                                    | 0,094                             |                      |
|                              | Двуокись углерода | 2,019189                                    | 0,055                             |                      |
|                              | Окись углерода    | 1,013045                                    | 0,269                             |                      |
|                              | Пропан            | 0,019925                                    | 0,115                             |                      |
| 07.05.2024                   | Кислород          | 3,002915                                    | 0,079                             |                      |
|                              | Двуокись углерода | 2,022584                                    | 0,045                             |                      |
|                              | Окись углерода    | 1,012729                                    | 0,420                             |                      |
|                              | Пропан            | 0,019938                                    | 0,039                             |                      |

Таблица 5

## Окончательный результат измерений, выполненных БелГИМ

| Компонент         | Результат, мкмоль/моль | Коэффициент охвата | Расширенная неопределенность, мкмоль/моль |
|-------------------|------------------------|--------------------|-------------------------------------------|
| Кислород          | 3,0000                 | 2                  | 0,0034                                    |
| Двуокись углерода | 2,0219                 | 2                  | 0,0027                                    |
| Окись углерода    | 1,0132                 | 2                  | 0,0060                                    |
| Пропан            | 0,019940               | 2                  | 0,000054                                  |

Таблица 6

Результаты сличений СОМЕТ.QM-K3.2019 для CO<sub>2</sub>

| Лаборатория | x <sub>prep</sub> | u <sub>prep</sub> | u <sub>ver</sub> | u <sub>ref</sub> | x <sub>lab</sub> | U <sub>lab</sub> | k <sub>lab</sub> | d <sub>i</sub> | k | U(d <sub>i</sub> ) |
|-------------|-------------------|-------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|----------------|---|--------------------|
| А (БелГИМ)  | 2,01784           | 0,0002            | 0,00064          | 0,00067          | 2,0219           | 0,0027           | 2                | 0,0041         | 2 | 0,0030             |
| В           | 2,00383           | 0,0002            | 0,00061          | 0,00064          | 2,004            | 0,020            | 2                | 0,00017        | 2 | 0,020              |
| ВНИИМ*      | 2,0025            | 0,0004            | 0,0006           | 0,0008           | 2,0019           | 0,002            | 2                | -0,0006        | 2 | 0,0025             |

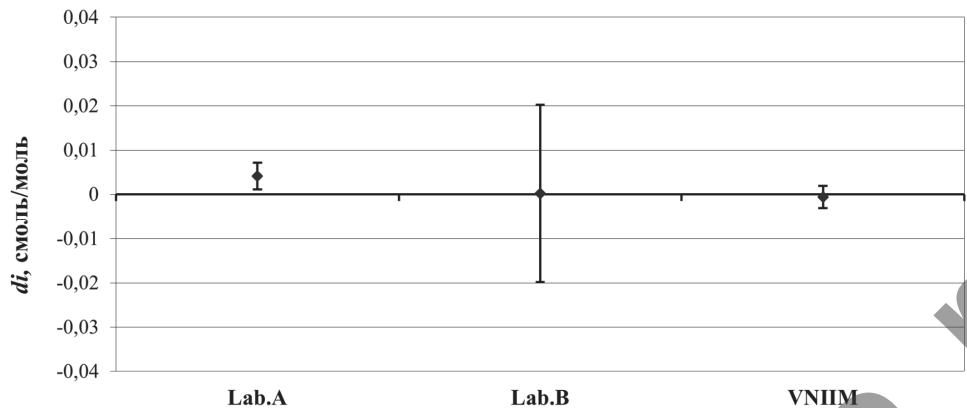


Рис. 1. Степень эквивалентности для CO<sub>2</sub>

Таблица 7

Результаты сличений СОМЕТ.QM-K3.2019 для СО

| Лаборатория | $x_{\text{prep}}$ | $u_{\text{prep}}$ | $u_{\text{ver}}$ | $u_{\text{ref}}$ | $x_{\text{lab}}$ | $U_{\text{lab}}$ | $k_{\text{lab}}$ | $d_i$   | $k$ | $U(d_i)$ |
|-------------|-------------------|-------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|---------|-----|----------|
| А (БелГИМ)  | 1,01220           | 0,0003            | 0,0005           | 0,0006           | 1,013            | 0,006            | 2                | 0,0008  | 2   | 0,006    |
| В           | 1,01360           | 0,0004            | 0,0004           | 0,0006           | 1,012            | 0,010            | 2                | -0,0016 | 2   | 0,010    |
| ВНИИМ*      | 1,0007            | 0,0002            | 0,0004           | 0,0004           | 1,0000           | 0,0016           | 2                | -0,0007 | 2   | 0,0018   |

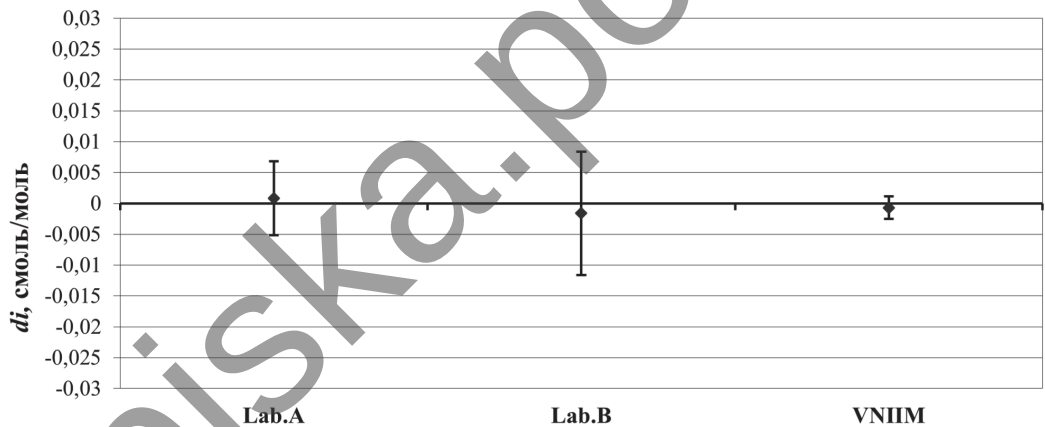


Рис. 2. Степень эквивалентности для СО

Таблица 8

Результаты сличений СОМЕТ.QM-K3.2019 для C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>

| Лаборатория | $x_{\text{prep}}$ | $u_{\text{prep}}$ | $u_{\text{ver}}$ | $u_{\text{ref}}$ | $x_{\text{lab}}$ | $U_{\text{lab}}$ | $k_{\text{lab}}$ | $d_i$     | $k$ | $U(d_i)$ |
|-------------|-------------------|-------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|-----------|-----|----------|
| А (БелГИМ)  | 0,019980          | 0,000005          | 0,000022         | 0,000023         | 0,019940         | 0,000054         | 2                | -0,000040 | 2   | 0,000070 |
| В           | 0,020135          | 0,000005          | 0,000024         | 0,000025         | 0,02022          | 0,00020          | 2                | -0,000085 | 2   | 0,00021  |
| ВНИИМ*      | 0,019868          | 0,000005          | 0,000007         | 0,000009         | 0,019877         | 0,000038         | 2                | 0,000009  | 2   | 0,000042 |

Обсуждение и выводы

Результаты БелГИМ в ключевых сличениях являются удовлетворительными. Полученное отклонение от опорного значения находится в пределах  $\pm 0,2\%$  относительно гравиметрических значений. Результаты ключевых сличений СОМЕТ.QM-K3.2019 будут использованы для поддержки заявляемых калибровочных и измерительных возможностей БелГИМ в области газового анализа.

Список использованной литературы

1. Van der Veen, Adrian, M. H. International comparison CCQM-K3.2019 automotive exhaust gases / Adrian M. H. Van der Veen [et all] // Metrologia. – 2023. – Vol. 60. – № 1A. – 08008.  
2. Gas analysis – Preparation of calibration gas mixtures : ISO 6142-1:2015. – Part 1 : Gravimetric method for Class I mixtures // International Organization

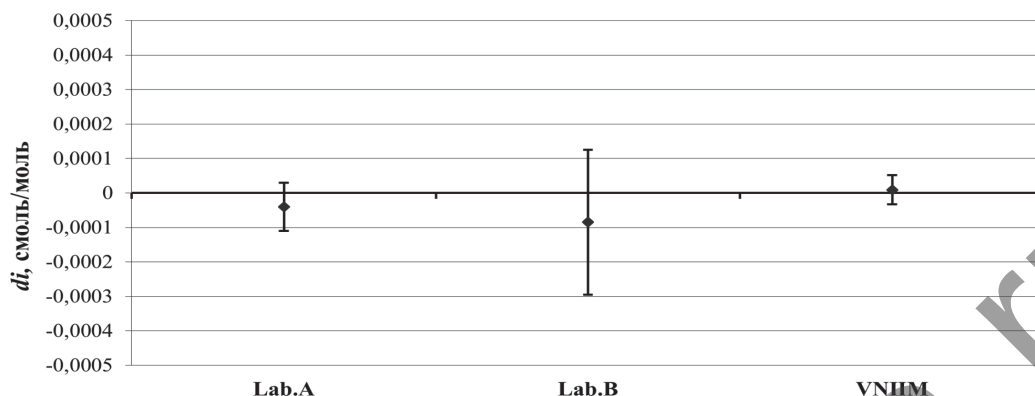


Рис. 3. Степень эквивалентности для  $C_3H_8$

Таблица 9

Результаты сличений СОМЕТ.QM-K3.2019 для  $O_2$

| Лаборатория | $x_{\text{prep}}$ | $u_{\text{prep}}$ | $u_{\text{ver}}$ | $u_{\text{ref}}$ | $*u'_{\text{ref}}$ | $x_{\text{lab}}$ | $U_{\text{lab}}$ | $k_{\text{lab}}$ | $d_i$   | $k$ | $U(d_i)$ |
|-------------|-------------------|-------------------|------------------|------------------|--------------------|------------------|------------------|------------------|---------|-----|----------|
| А (БелГИМ)  | 3,00030           | 0,0003            | 0,0016           | 0,0016           | 0,0031             | 3,0000           | 0,0034           | 2                | 0,0003  | 2   | 0,0071   |
| В           | 3,00240           | 0,0003            | 0,0011           | 0,0011           | 0,0028             | 2,902            | 0,029            | 2                | -0,100  | 2   | 0,030    |
| ВНИИМ*      | 3,0116            | 0,0006            | 0,0008           | 0,0010           | -                  | 3,0071           | 0,0031           | 2                | -0,0045 | 2   | 0,0037   |

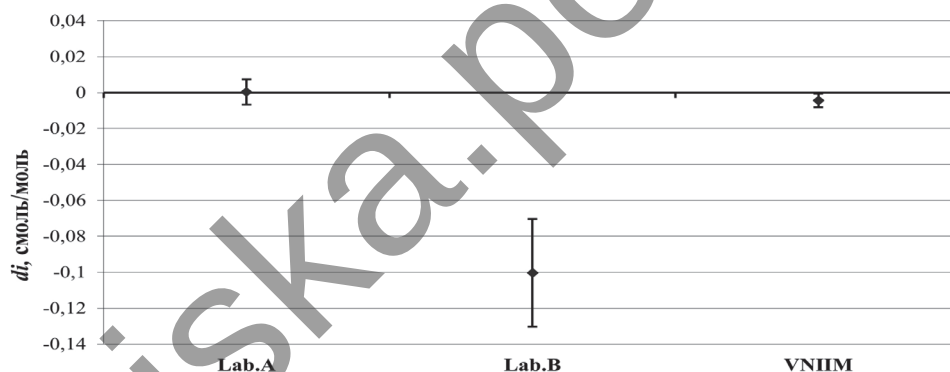


Рис. 4. Степень эквивалентности для  $O_2$

for Standardization.

3. Van der Veen A. M. H., De Leer E. W. B., Perrochet J.-F., Wang Lin Zhen, Heine H.-J., Knopf, D., Richter, W., Barbe, J., Marschal, A., Vargha, G., Debk, E., Takahashi, C., Kim, J. S., Kim, Y. D., Kim, B. M., Kustikov, Y. A., Khatskevitch, E. A., Pankratov, V. V., Popova, T. A., Konopelko, L., Musil, S., Holland, P., Milton, M. J. T., Miller, W. R., Guenther, F. R. International Comparison CCQM-K3 : Final Report // 2000.

4. Van der Veen A. M. H., Van der Hout J. W., Ziel, P. R., Oudwater, R. J., Fioravante, A. L., Augusto, C. R., Brum, M. C., Uehara, S., Akima, D., Bae, H. K., Kang, N., Woo, J. C., Liaskos, C. E., Roderick, G. C., Brewer, P. H., Brown, A. S., Bartlett, S., Downey, M. L., Konopelko, L. A., Kolobova, A. V., Pankov, A. A., Orshanskaya, A. A., Efremova, O. V. International Comparison CCQM-K111 – Propane in nitrogen : Final Report // Metrologia Technical Supplement. – 2017. – Vol. 54. – 08009.

5. Gas analysis – Comparison methods for determining and checking the composition of calibration gas mixtures : ISO 6143:2001 // International Organization for Standardization.

**Максим Павлович КЛУНИН,**

инженер по метрологии производственно-исследовательского отдела физико-химических и оптических измерений БелГИМ;

**Дмитрий Федорович ЧЕЧКО,**

ведущий инженер по метрологии – исследователь производственно-исследовательского отдела физико-химических и оптических измерений БелГИМ;

**Алексей Михайлович МИРОНЧИК,**

начальник производственно-исследовательского отдела физико-химических и оптических измерений БелГИМ.

Дата поступления 09.12.2024

Информацию о средствах измерений, внесенных в Государственный реестр средств измерений и стандартных образцов Республики Беларусь, в том числе отмененных, можно получить в Белорусском государственном институте метрологии или на сайте [www.oei.by](http://www.oei.by).



[www.oei.by](http://www.oei.by)



[www.belgim.by](http://www.belgim.by)

*ВСЁ О МЕТРОЛОГИИ – НА НАШЕМ САЙТЕ!*



[www.belgim.by](http://www.belgim.by)