

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РФ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ
«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ «МИСиС»

В.Ю. Введенский
А.С. Лилеев
А.С. Перминов

Экспериментальные методы физического материаловедения

Монография



Москва 2011

УДК 620.22:53
В24

Рецензент
д-р физ.-мат. наук, проф. *И.П. Арсентьева (МГОУ)*

Введенский, В.Ю.
В24 **Экспериментальные** методы физического материаловедения : моногр. / В.Ю. Введенский, А.С. Лилеев, А.С. Перминов. – М. : Изд. Дом МИСиС, 2011. – 310 с.
ISBN 978-5-87623-414-8

Монография посвящена обзору современных физических методов исследования, которые используются в физическом материаловедении для изучения физических свойств материалов, а также фазовых и структурных превращений. В число разбираемых методов измерений включены тепловые, электрические и магнитные методы. К тепловым методам исследования отнесены термический анализ, калориметрия, dilatометрия и измерения теплопроводности и температуропроводности. Электрические измерения в материаловедении рассмотрены на примере измерений удельного электрического сопротивления (электропроводности), а также большого комплекса параметров электрических цепей (емкости, индуктивности и др.), которые используют в конструкциях различных датчиков. Магнитные методы измерения рассмотрены как в статическом, так и в динамическом режимах. Описаны методы измерений напряженности и индукции магнитного поля, магнитного момента, намагниченности, восприимчивости сильномагнитных и слабомагнитных веществ.

Для студентов, аспирантов и специалистов в области физического материаловедения.

УДК 620.22:53

ISBN 978-5-87623-414-8

© В.Ю. Введенский,
А.С. Лилеев,
А.С. Перминов, 2011

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	7
Глава 1 МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЙ И СПОСОБЫ ИХ ОПИСАНИЯ	9
1.1 Классификация методов измерений	9
1.2 Описание методов измерений	11
1.3 Статические характеристики методов и средств измерений	18
1.4 Точность методов и результатов измерений	21
1.5 Анализ погрешностей методов измерений	25
1.6 Динамические погрешности	28
Глава 2 ТЕРМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ	39
2.1 Простой термический анализ	39
2.2 Дифференциальный термический анализ	41
2.3 Теория термического анализа	44
2.4 Факторы, влияющие на точность термического анализа	49
2.4.1 Масса и размеры образца	49
2.4.2 Скорость изменения температуры	49
2.4.3 Кинетика фазового превращения	50
2.4.4 Темп фазового превращения	51
2.4.5 Роль условий отвода тепла	53
2.4.6 Термическая инертность датчика	56
Глава 3 КАЛОРИМЕТРИЯ	58
3.1 Методы калориметрии	58
3.1.1 Компенсационные методы	58
3.1.2 Методы, основанные на измерении разности температур ..	62
3.2 Режимы калориметрических измерений	67
3.2.1 Изотермический режим	68
3.2.2 Изопериболический режим	69
3.2.3 Адиабатический режим	70
3.2.4 Сканирующий режим	71
3.3 Импульсный и модуляционный методы калориметрии	73
3.3.1 Импульсный метод	73
3.3.2 Модуляционный метод измерения теплоемкости	75
3.4 Калориметры и их классификация	82
3.5 Измерение физико-химических величин в калориметрии	83
3.5.1 Измерение количества вещества	84
3.5.2 Измерение электрических величин	86
3.5.3 Измерение температуры	86

3.6	Функции состояния и их измерение	88
3.7	Теплопередача при калориметрических измерениях.....	90
3.7.1	Теплопроводность.....	91
3.7.2	Конвекция	93
3.7.3	Тепловое излучение.....	93
3.8	Экспериментальные результаты калориметрических измерений.....	94
3.8.1	Измерения в адиабатических калориметрах.....	94
3.8.2	Измерения в изопериболических калориметрах	96
3.8.3	Измерения в дифференциальных температурных сканирующих калориметрах.....	100
3.8.4	Измерения в дифференциальных мощностных сканирующих калориметрах	105
3.9	Модели калориметров различного типа	108
3.9.1	Калориметры с измерением локальной разности температур	108
3.9.2	Калориметры с термоэлектрической компенсацией	110
Глава 4 ТЕРМИЧЕСКОЕ РАСШИРЕНИЕ И ДИЛАТОМЕТРИЯ		116
4.1	Термическое расширение.....	116
4.2	Методы дилатометрии.....	120
4.3	Оптико-механические дилатометры	121
4.3.1	Дилатометр Стрелкова	121
4.3.2	Дифференциальный дилатометр Шевенара	122
4.3.3	Универсальные оптико-механические дилатометры.....	125
4.4	Емкостные дилатометры	127
4.5	Индуктивные дилатометры.....	128
4.6	Интерференционный дилатометр	130
4.7	Применение дилатометрии	131
Глава 5 МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ		133
5.1	Физические основы явления теплопроводности	133
5.2	Стационарные методы.....	138
5.2.1	Метод продольного потока тепла	138
5.2.2	Метод радиального потока тепла.....	142
5.2.3	Метод Стакса – Чесмара	142
5.3	Нестационарные методы	143
5.3.1	Метод температурной волны.....	143
5.3.2	Импульсный метод	145

Глава 6 МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ СВОЙСТВ	146
6.1 Мостовые методы	146
6.1.1 Одинарный мост	146
6.1.2 Двойной мост	150
6.2 Потенциометрические методы	151
6.2.1 Сущность потенциометрического метода измерения электросопротивления	151
6.2.2 Обеспечение высокой точности измерений	154
6.2.3 Описание процесса измерений	158
6.3 Измерение электрических свойств в переменных полях	160
6.4 Методы измерения гальваномагнитных и термомагнитных свойств	165
6.4.1 Измерение ЭДС Холла	166
6.4.2 Измерение ЭДС Нернста – Эттингсгаузена	170
Глава 7 МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА И ИХ ИЗМЕРЕНИЕ	172
7.1 Магнитные материалы и их параметры	172
7.2 Классификация методов магнитных измерений	180
7.3 Измерительные преобразователи магнитного поля	182
7.4 Образцы для магнитных испытаний	185
7.5 Основные виды намагничивающих устройств	191
Глава 8 СТАТИЧЕСКИЕ МАГНИТНЫЕ ИЗМЕРЕНИЯ	195
8.1 Индукционные методы	195
8.1.1 Физические основы индукционных методов	195
8.1.2 Индукционно-импульсный метод	199
8.1.3 Сверхпроводящий квантовый интерферометр (СКВИД) ..	206
8.1.4 Вибрационный магнитометр	211
8.1.5 Феррозондовый (ферроиндукционный) магнитометр	215
8.2 Магнитомеханические методы	217
8.2.1 Магнитометрический метод	217
8.2.2 Силометрический метод	221
8.2.3 Метод крутящих моментов	226
8.2.4 Кантилеверная магнитометрия	236
Глава 9 ДИНАМИЧЕСКИЕ МАГНИТНЫЕ ИЗМЕРЕНИЯ	244
9.1 Особенности динамического режима намагничивания и перемагничивания	244
9.2 Метод амперметра – вольтметра	246
9.3 Осциллографический метод	248
9.4 Метод феррометра	249

9.5 Стробоскопический метод	251
9.6 Определение потерь на перемагничивание ваттметровым методом	252
9.7 Мостовой метод измерения проницаемости	255
Глава 10 РЕЗОНАНСНЫЕ МЕТОДЫ	258
10.1 Ферромагнитный резонанс	259
10.2 Резонанс границ доменов	264
10.3 Влияние вихревых токов и магнитного последствия на магнитный спектр	264
10.4 Магнитострикционный резонанс	266
10.5 Размерный резонанс	267
10.6 Ядерный магнитный резонанс	268
Глава 11 МАГНИТООПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ	273
11.1 Эффект Фарадея	273
11.2 Эффекты Керра	275
Глава 12 ТЕРМОМАГНИТНЫЙ АНАЛИЗ	279
12.1 Определение точки Кюри	279
12.2 Терромагнитный фазовый анализ	285
Глава 13 ИЗУЧЕНИЕ ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ	291
13.1 Магнитопорошковый метод	291
13.2 Магнитооптические методы	294
13.3 Электронно-оптический метод.....	297
13.4 Магнитно-силовая микроскопия	302
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ	308

ВВЕДЕНИЕ

Название «Физические методы исследования» давно и успешно закрепилось в учебных курсах, предназначенных для инженеров и исследователей в разных областях науки и техники. Давно стала очевидной мысль, что без понимания экспериментальных методов исследования невозможно ни значительное развитие теории и фундаментальной науки, ни существенное продвижение в области инженерных разработок. Знать, какие вопросы мы научились задавать природе и как понимать полученные в ходе эксперимента ответы, стало не просто полезным, а по-настоящему необходимым. Не обращать внимания на появляющиеся новые методики измерений или не уметь правильно интерпретировать экспериментальные данные означает для исследователя обречь себя на прогрессирующее отставание в науке. При этом углубляющаяся специализация, увеличивающаяся сложность методов исследования и колоссальный рост публикаций мешают выбрать нужную информацию. В связи с этим возрастает интерес к публикациям обзорного характера, справочникам, монографиям и учебникам, посвященным экспериментальным методам исследования. Однако и в этих источниках информации не всегда просто разобраться из-за обилия данных. Сложилась ситуация, когда каждому читателю естественно-научной литературы необходимо иметь «в оперативной доступности» базовые знания на стыке метрологии, измерительной техники, физики и химии, с тем чтобы регулярно, день за днем, выстраивать свою собственную систему отбора информации о методах исследования. Избавиться от этой работы нельзя, но можно помочь. В этом авторы и видят цель данной книги – предоставить базовые знания об экспериментальных физических методах исследования в материаловедении и показать возможности их применения на примерах.

Особенностью книги является то, что она посвящена методам измерений физических свойств материалов. Мы не рассматриваем здесь механические испытания, дифракционные и микроскопические методы исследования, роль которых в материаловедении столь велика, что им заслуженно посвящены отдельные книги. В отборе методов, подлежащих рассмотрению, мы следовали по пути профессора Б.Г. Лившица, автора первого отечественного учебника по физическим свойствам металлов и сплавов [1] и нашего Учителя. Как в упомянутом учебнике, так и в обзоре [2] основу рассмотрения составляют тепловые, электрические и магнитные методы исследова-

ния. Такой отбор методов довольно естественен, что, на наш взгляд, подтверждается работой [3]. Естественно, что за прошедшие годы появились новые физические методы исследования, часть которых мы уже описывали ранее [4, 5]. Близка нам работа коллег из Южно-Уральского государственного университета [6]. Одновременно следует отметить, что наше понимание того, что следует понимать под «физическими методами исследования», не совпадает с мнением химиков или биологов. Попроси химика назвать три главных физических метода исследования (помимо рентгеноструктурного анализа) и он, скорее всего, назовет масс-спектроскопию, инфракрасную спектроскопию и ядерный магнитный резонанс (ЯМР) [7–9]. Это естественный выбор для исследователей молекул. Еще одной особенностью книги является особое внимание к основам методов измерений [10–15].

Глава 1

МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЙ И СПОСОБЫ ИХ ОПИСАНИЯ

1.1 Классификация методов измерений

При экспериментальных исследованиях в физическом материаловедении информацию получают с помощью измерений и испытаний. Приведем основные термины и их определения в соответствии с основополагающим отечественным нормативным документом в области метрологической терминологии – рекомендациями РМГ 29–99 [16].

В метрологии принято различать метод и принцип измерений.

Метод измерений – прием или совокупность приемов сравнения измеряемой физической величины с ее единицей в соответствии с реализованным принципом измерений.

Принцип измерений – физическое явление или эффект, положенное в основу измерений.

При сравнении методов измерений используют различные их классификации (таблица 1.1).

Таблица 1 – Классификации методов измерений

Критерий классификации	Виды методов
По физическим принципам	Электрические, магнитные, механические, акустические, оптические и т.д.
По режиму взаимодействия средства и объекта измерений	Статические и динамические
По виду измерительных сигналов	Аналоговые и цифровые

При анализе точности методов наиболее удобна классификация, не вошедшая в таблицу 1.1 – классификация методов измерений по совокупности приемов использования принципов и средств измерений (рисунок 1.1).

Основные методы измерений можно описать следующим образом:

- *метод непосредственной оценки* – метод измерений, при котором значение величины определяют непосредственно по показывающему средству измерений. Примером использования этого метода является измерение силы тока с помощью амперметра или измерение веса груза с помощью пружинных весов. Иногда метод непосредственной оценки называют методом отклонений;

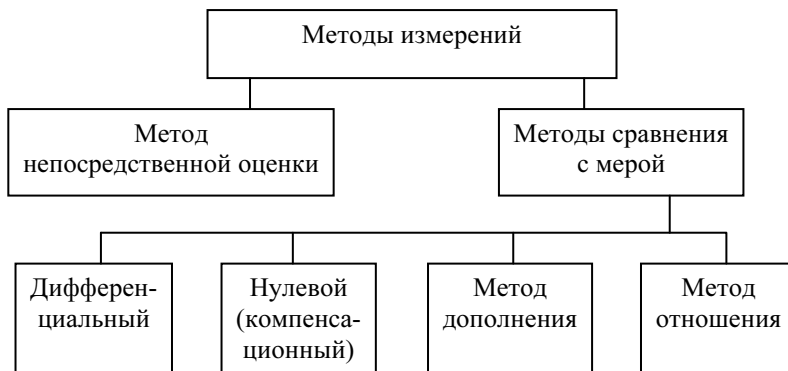


Рисунок 1.1 – Классификация методов измерений по совокупности приемов использования принципов и средств измерений

- *метод сравнения с мерой* – метод измерений, в котором измеряемую величину сравнивают с величиной, воспроизводимой мерой;
- *дифференциальный (разностный) метод измерений* – метод измерений, при котором измеряемая величина сравнивается с однородной величиной, имеющей известное значение, незначительно отличающееся от значения измеряемой величины, и при котором измеряется разность между этими двумя величинами. Использование дифференциального метода повышает точность измерений в том случае, когда на измеряемый сигнал воздействует аддитивный шум (случайно флуктуирующая величина, складывающаяся с измеряемой величиной). Определение разности величин позволяет исключить аддитивный шум;
 - *нулевой метод измерений* – метод сравнения с мерой, в котором результирующий эффект воздействия измеряемой величины и меры на прибор сравнения доводят до нуля. Нулевой метод называют также компенсационным, или методом уравнивания;
 - *метод дополнения* – метод сравнения с мерой, в котором значение измеряемой величины дополняется мерой этой же величины с таким расчетом, чтобы на прибор сравнения воздействовала их сумма, равная заранее заданному значению. Фактически метод дополнения эквивалентен нулевому методу с той лишь разницей, что вместо контроля нулевого значения необходимо осуществлять контроль ненулевого заданного значения. При этом можно достичь большей точности, если чувствительность прибора контроля при заданном значении выше, чем в нуле;

- *метод отношения* – метод сравнения с мерой, в котором определяют отношение измеряемой величины к величине сравнения. Метод востребован в том особом случае, когда измеряемый сигнал умножается на шум. Такой вариант воздействия шума на сигнал может встретиться в сложных электронных схемах.

Кроме указанных выше методов, иногда выделяют в особые группы метод замещения и метод совпадения.

Метод замещения заключается в поочередном измерении прибором искомой величины и выходного сигнала меры, однородного с измеряемой величиной, причем так, чтобы в состоянии и действии всех используемых средств измерений не происходило никаких изменений. Для реализации метода необходимо иметь регулируемую меру. Описанная процедура часто используется для устранения постоянных систематических погрешностей.

Метод совпадения – это метод, в котором разность между измеряемой величиной и величиной, воспроизводимой мерой, определяют по совпадению отметок шкал или периодических сигналов. Примерами использования этого метода является измерение длины с помощью штангенциркуля с нониусом и измерение частоты вращения тела с помощью стробоскопа (подбирая частоту вспышек лампы, освещающей вращающееся тело с меткой, так, чтобы эта метка стала казаться неподвижной).

Наибольшее значение для практики измерений имеют три метода: непосредственной оценки, дифференциальный и нулевой. Метод непосредственной оценки наиболее востребован на производстве при технических измерениях (с невысокой точностью) из-за простоты эксплуатации. Дифференциальный и нулевой методы используют, как правило, при точных измерениях.

1.2 Описание методов измерений

Описание и анализ погрешностей методов удобно осуществлять с помощью *схем преобразования сигнала*, которые фактически являются графическим представлением операций (преобразований), которые осуществляют с измеряемым сигналом x . Такие схемы также называют структурными схемами, или блок-схемами сигналов.

К типовым преобразованиям сигнала относятся:

- усиление;
- фильтрация от шумов и помех;

- аналого-цифровое преобразование;
- преобразование постоянного сигнала в переменный;
- модуляция (перенос спектра сигнала в область более высоких частот);
- детектирование (перенос спектра сигнала в область более низких частот) и др.

В подавляющем числе случаев в реальных приборах и методах измерений стремятся реализовать линейные преобразования сигнала (умножение на константу, сложение и вычитание). Линейность преобразований позволяет легче оценивать погрешности измерений и конструировать наиболее надежные и удобные в эксплуатации приборы и измерительные установки. В связи с этим основное внимание мы уделим линейным схемам преобразования сигналов, для описания которых достаточно всего нескольких графических элементов, указанных на рисунке 1.2. Каждый такой элемент фактически представляет собой перевод на язык графики математического уравнения, описывающего определенное преобразование сигнала. Помимо графической записи системы уравнений преобразования сигналов схема предоставляет возможность проследить последовательность преобразований, а при анализе погрешностей – место возникновения паразитного сигнала (шума).

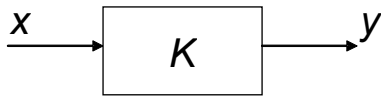
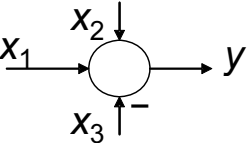
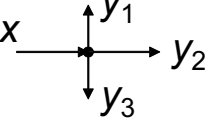
Название	Изображение	Преобразование сигнала
Сигнал x	$x \xrightarrow{\quad}$	–
Линейный блок преобразования		$y = Kx$ (K – коэффициент преобразования)
Узел суммирования		$y = x_1 + x_2 - x_3$
Узел разветвления		$x = y_1 = y_2 = y_3$

Рисунок 1.2 – Графическое отображение линейных преобразований сигнала

Полезно провести сравнение принципиальной электрической схемы со схемой преобразования сигнала. На рисунке 1.3 в качестве примера рассмотрен состоящий из двух резисторов преобразователь входного напряжения $U_{ВХ}$ в выходное $U_{ВЫХ}$ (делитель напряжения). Следует отметить, что для узла разветвления на схеме преобразования сигнала не имеет места аналог первого закона Кирхгофа (сумма токов, входящих в узел, равна сумме токов, выходящих из узла). В узле разветвления входящий и выходящий сигналы имеют одинаковое значение. Рассчитаем коэффициент преобразования устройства:

$$K = \frac{U_{ВЫХ}}{U_{ВХ}}$$

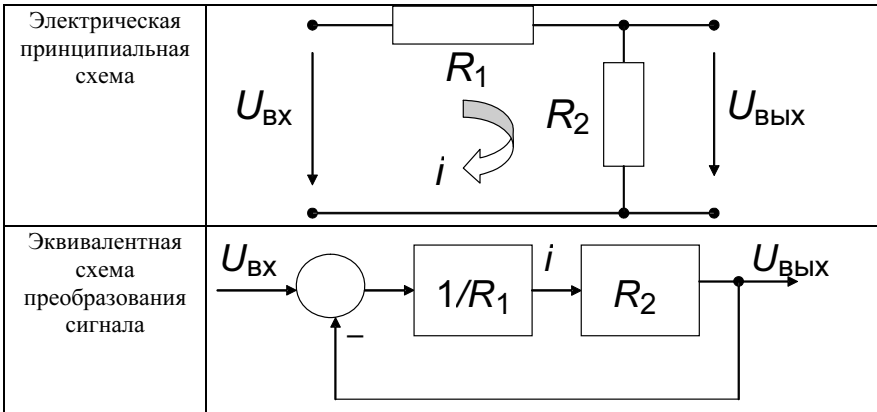


Рисунок 1.3 – Пример принципиальной электрической схемы и эквивалентной схемы преобразования сигнала

Сначала для решения задачи используем электрическую принципиальную схему и закон Ома. Ясно, что через оба резистора протекает одинаковый ток i , поэтому

$$\frac{U_{ВХ}}{R_1 + R_2} = \frac{U_{ВЫХ}}{R_2}$$

Отсюда коэффициент преобразования

$$K = \frac{R_2}{R_1 + R_2}$$

Теперь решим задачу с использованием схемы преобразования сигнала. Рассматривая узел суммирования, мы получим

$$U_{\text{вх}} - U_{\text{вых}} = \frac{U_{\text{вых}}/R_2}{(1/R_1)}.$$

Следовательно,

$$K = \frac{1}{1 + \frac{R_1}{R_2}} = \frac{R_2}{R_1 + R_2},$$

т.е. пришли к тому же результату. Это подтверждает эквивалентность двух схем.

Построение схем преобразования сигнала можно проводить в следующем порядке:

- Выписываются уравнения, характеризующие работу анализируемого устройства.
- На схеме наносится стрелка с обозначением величины, играющей роль входного сигнала, и стрелка с обозначением величины выходного сигнала. Между стрелками оставляется место для последующего заполнения графическими элементами, которые соединят эти стрелки.
- Выбирается из имеющейся системы уравнений равенство, содержащее входной сигнал, и отображается на схеме соответствующим графическим элементом (символом).
- Выбирается следующее уравнение, которое содержит величину, соответствующую незамкнутой стрелке, появившейся на предыдущем этапе. На схеме изображается графический элемент, отображающий выбранное уравнение.
- Действия повторяются до тех пор, пока на схеме не останется незамкнутой слева только стрелка входного сигнала и незамкнутой справа только стрелка выходного сигнала.

При анализе схем преобразования сигналов часто удобно заменять типовые комбинации элементов (блоков) эквивалентными блоками, что показано на рисунке 1.4.

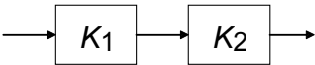
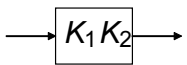
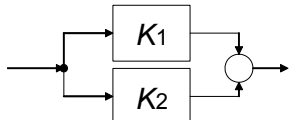
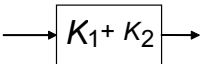
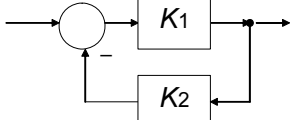
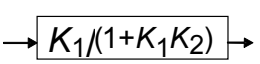
Наименование	Исходная совокупность блоков	Эквивалентный блок
Последовательная цепь		
Параллельная цепь		
Контур отрицательной обратной связи		

Рисунок 1.4 – Типовые комбинации блоков преобразования и эквивалентные им блоки

Рассмотрим схемы преобразования сигнала для основных методов измерений.

Схема преобразования сигнала для метода непосредственной оценки

В методе непосредственной оценки реализуется схема прямого преобразования, состоящая из последовательной цепи блоков (рисунок 1.5).

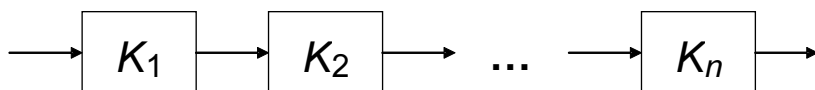


Рисунок 1.5 – Схема прямого преобразования, которая реализуется в методе непосредственной оценки

Примером устройства, в котором реализована схема прямого преобразования сигнала, является термоэлектрический термометр (рисунок 1.6).

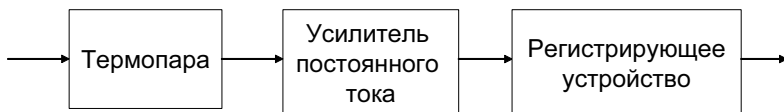


Рисунок 1.6 – Схема преобразования сигнала в термоэлектрическом термометре, работающем по методу непосредственной оценки

Схема преобразования сигнала для дифференциального метода

В случае дифференциального метода (рисунок 1.7) должно быть два входных сигнала: измеряемый x и сигнал сравнения (эталонный) $x_{\text{ср}}$. Фактически измеряется разность этих величин.

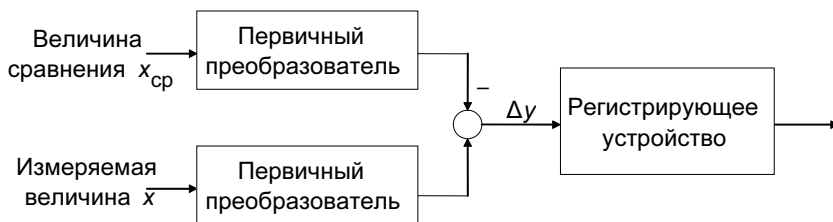


Рисунок 1.7 – Схема преобразования сигнала для дифференциального метода

Если на измеряемую величину и величину сравнения одновременно накладывается аддитивный шум N , то на входе первичных преобразователей появляются сигналы $(x + N)$ и $(x_{\text{ср}} + N)$, а на выходе этих преобразователей – сигналы $(y + z)$ и $(y_{\text{ср}} + z)$. Разность же этих сигналов свободна от влияния шума. Другими словами, дифференциальный метод позволяет избежать искажений выходного сигнала, обусловленных аддитивным шумом.

Схема преобразования сигнала для нулевого метода

Для компенсационного (нулевого) метода характерно наличие контура отрицательной обратной связи и двух выходных сигналов: сигнала рассогласования $\Delta y = y - y_{\text{к}}$, который необходимо довести до нуля, и компенсирующего сигнала $y_{\text{к}}$, значение которого в момент компенсации является результатом измерений (рисунок 1.8).

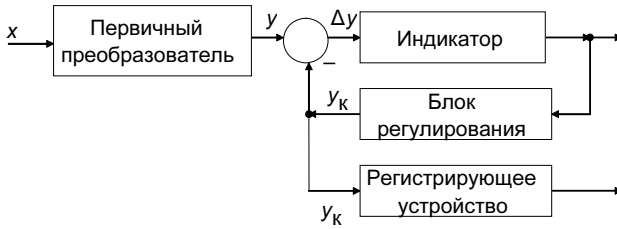


Рисунок 1.8 – Схема преобразования сигнала для нулевого метода

Характеристики схем преобразования сигналов

При расчетах коэффициента преобразования – коэффициента пропорциональности между выходным сигналом y и входным сигналом x – удобно использовать следующие вспомогательные понятия и величины [12]:

- *Путь* – связь на схеме между источником сигнала (входом) и потребителем сигнала (выходом) с учетом направления передачи этого сигнала. Число путей равно числу способов перемещения от входа к выходу, двигаясь в направлении стрелок. Значение пути p – произведение коэффициентов преобразования блоков, через которые проходит путь.

- *Контур* (обратной связи) – замкнутая цепь по пути передачи сигнала (в направлении стрелок), проходящая через каждый элемент не более одного раза. Контур – однократно замкнутый путь. Значение контура s – произведение коэффициентов преобразования, входящих в контур блоков.

- *Контур второго порядка* – произведение двух не касающихся (не связанных, не имеющих общих блоков преобразования) контуров:

$$s_{ij} = s_i s_j.$$

Расчет коэффициента преобразования

По схеме преобразования сигнала можно рассчитать коэффициент преобразования (отношение выходного сигнала к входному) с помощью *формулы Мэсона*, которая справедлива в случае линейных блоков преобразования:

$$K = \frac{\sum_{k=1}^n p_k (1 - \sum_{i=1}^r s_i + \sum_{(i,j)=1}^q s_{ij} - \dots)}{1 - \sum_{i=1}^m s_i + \sum_{(i,j)=1}^t s_{ij} - \dots},$$

где n – число путей;
 m – число контуров;
 t – число контуров второго порядка;
 r – число контуров, не относящихся к данному пути;
 q – число контуров второго порядка, не относящихся к данному пути.

Звездочкой * помечены суммы не связанных на данном пути контуров, т.е. контуров, не имеющих общих блоков преобразования с рассматриваемым путем.

1.3 Статические характеристики методов и средств измерений

Согласно [16], *статическое измерение* – это измерение физической величины, принимаемой в соответствии с конкретной измерительной задачей за неизменную на протяжении времени измерения.

Функция преобразования (статическая характеристика преобразования) – зависимость выходного сигнала y от входного x :

$$y = f(x).$$

Пример возможной статической характеристики преобразования показан на рисунке 1.9.

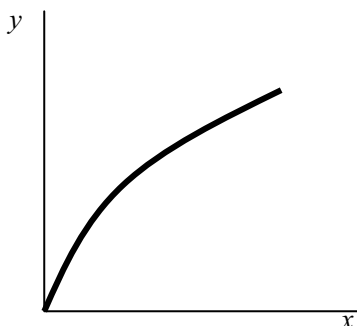


Рисунок 1.9 – Статическая характеристика преобразования средства измерений

Входным сигналом средства измерения (СИ) является измеряемая величина. Выходным сигналом (в случае аналогового СИ) является отклонение указателя (стрелки).

Градуировочная характеристика

Градуировочная характеристика средства измерения – зависимость между значениями величин на входе и выходе средства измерений, полученная экспериментально [16].

Градуировочная характеристика может быть выражена в виде формулы, графика или таблицы.

Итак, статическая характеристика преобразования – это зависимость $y(x)$. А градуировочная характеристика – это зависимость $x(y)$, т.е. функция, обратная к функции преобразования.

Коэффициент преобразования и коэффициент передачи

Коэффициент преобразования – отношение выходного сигнала к входному:

$$K = y/x.$$

Коэффициент преобразования называют *коэффициентом передачи* в частном случае одинаковой размерности y и x .

В наиболее распространенном случае линейной функции преобразования

$$y = Kx,$$

где коэффициент преобразования K не зависит от значения входного сигнала.

Чувствительность средства измерений

Чувствительность средства измерений – свойство средства измерений, определяемое отношением изменения выходного сигнала к вызывающему его изменению измеряемой величины [16]:

$$S = \frac{\Delta y}{\Delta x}.$$

В случае линейной функции преобразования чувствительность совпадает с коэффициентом преобразования:

$$S = K.$$

Цена деления (для аналогового средства измерений) – изменение измеряемой величины, вызывающее отклонение указателя на одно деление:

$$\text{ЦД} = \frac{\Delta x}{\Delta y} = \frac{1}{S}.$$

В общем случае цена деления зависит от значения измеряемой величины, т.е. различна для разных делений шкалы (неравномерная шкала).

Для линейного СИ цена деления постоянная, т.е. от значения измеряемой величины не зависит (равномерная шкала).

Относительная чувствительность

В ряде случаев используют так называемую относительную чувствительность, которая может быть определена одним из трех способов (с помощью одной из трех формул):

$$S_{\text{отн}, x} = \frac{\Delta y}{(\Delta x / x)},$$

$$S_{\text{отн}, y} = \frac{(\Delta y / y)}{\Delta x},$$

$$S_{\text{отн}, x/y} = \frac{(\Delta y / y)}{(\Delta x / x)}.$$

Порог чувствительности

Порог чувствительности средства измерений – характеристика средства измерений в виде наименьшего значения изменения физической величины, начиная с которого может осуществляться ее измерение данным средством [16].

На рисунке 1.10 показано, как может выглядеть статическая характеристика преобразования средства измерения с ненулевым порогом чувствительности.

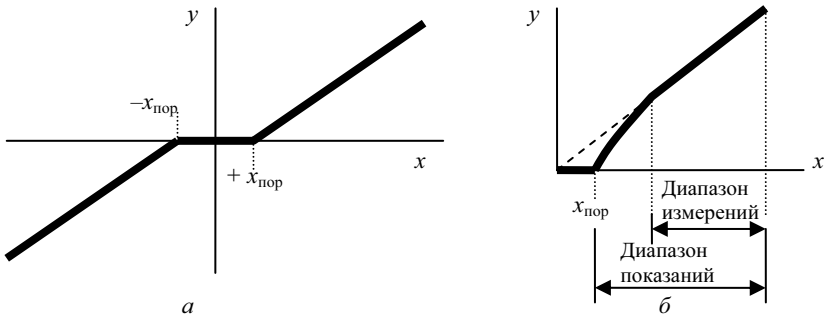


Рисунок 1.10 – Варианты статических характеристик для линейных средств измерений с ненулевым порогом чувствительности

1.4 Точность методов и результатов измерений

С принятием ГОСТ 5725-1-2002 [17] в метрологии стали использовать термины *правильность* и *прецизионность метода измерений*, которые детализируют понятие точности измерений.

Точность – степень близости результата измерений к принятому опорному значению.

Правильность – степень близости среднего значения, полученного на основании большой серии результатов измерений (или результатов испытаний), к принятому опорному значению.

Прецизионность – степень близости друг к другу независимых результатов измерений, полученных в конкретных регламентированных условиях.

Сравним понятия правильности и прецизионности. Для наглядности проведем аналогию между измерением и стрельбой по мишени (рисунок 1.11). Правильность при оценке точности стрельбы будет характеризоваться отклонением среднего значения от центра мишени. Прецизионность аналогична кучности стрельбы.

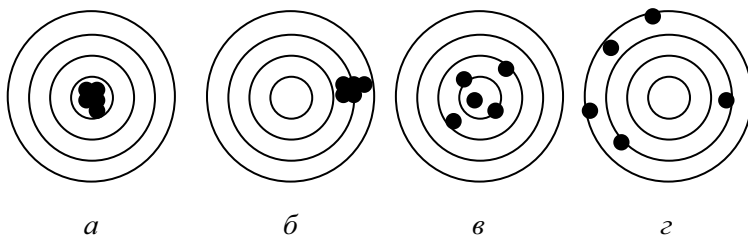


Рисунок 1.11 – Сравнение правильности и прецизионности с помощью аналогии между измерениями и стрельбой по мишени:
a – правильно и прецизионно; *б* – неправильно, но прецизионно;
в – правильно, но непрецизионно; *г* – неправильно и непрецизионно

Различают разные формы прецизионности:

- *повторяемость (сходимость)* – прецизионность в условиях повторяемости, при которых независимые результаты измерений (или испытаний) получаются одним и тем же методом на идентичных объектах испытаний, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, с использованием одного и того же оборудования, в пределах короткого промежутка времени;

- *воспроизводимость* – прецизионность в условиях воспроизводимости, при которых результаты измерений (или испытаний) получают одним и тем же методом, на идентичных объектах испытаний, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием различного оборудования;

- *промежуточная прецизионность* – в условиях, отличающихся от условий повторяемости и воспроизводимости.

Классификация погрешностей по зависимости от значения входного сигнала

- *Аддитивная составляющая* абсолютной погрешности $\Delta x_{\text{ад}}$ – не зависящая от входного сигнала x .

- *Мультипликативная составляющая* погрешности $\Delta x_{\text{мульти}}$ – прямо пропорциональная x .

- *Нелинейная составляющая* погрешности.

Конструкторы средств измерений стремятся исключить возникновение нелинейной составляющей погрешности, поскольку это осложняет нормирование погрешности и процедуру обработки результатов измерений. Поэтому на практике в большинстве случаев наблюдается линейная связь между погрешностью и измеряемой величиной:

$$\Delta x = a + bx,$$

где

$$\Delta x_{\text{ад}} = a$$

– аддитивная составляющая погрешности, a

$$\Delta x_{\text{мульти}} = bx$$

– мультипликативная составляющая погрешности.

Реализующиеся в указанном случае зависимости абсолютной и относительной погрешности от значения измеряемой величины показаны на рисунке 1.12.

Наличие аддитивной, мультипликативной или нелинейной составляющей погрешности связано, как правило, с различием действительной статической характеристики от номинальной. Рассмотрим основные варианты возникновения погрешности по данной причине.

Погрешность дрейфа нуля

Смещение нуля – показание средства измерений, отличное от нуля, при входном сигнале, равном нулю [16]. Смещение нуля может изменяться со временем. В этом случае используют термин *дрейф нуля*.

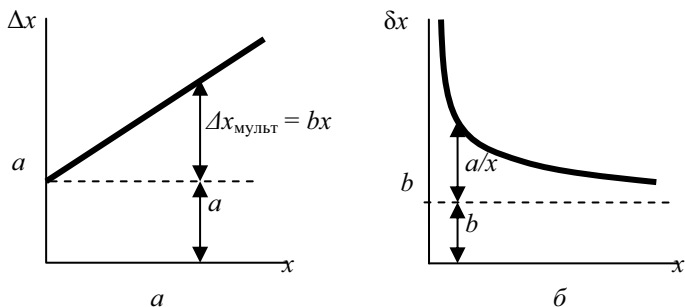


Рисунок 1.12 – Зависимости абсолютной (а) и относительной (б) погрешности от значения измеряемой величины

Дрейф нуля приводит к тому, что действительная статическая характеристика (ДСХ) смещена относительно номинальной статической характеристики (НСХ) вверх или вниз (рисунок 1.13). Как следствие, показанию прибора y , отвечающему истинному значению входного сигнала $x_{ист}$, соответствует, согласно НСХ, значение $x_{изм}$, которое принимается за результат измерений. Это приводит к возникновению погрешности $\Delta x = x_{изм} - x_{ист}$. Как видно из рисунка, погрешность из-за дрейфа нуля не зависит от x , т.е. является аддитивной.

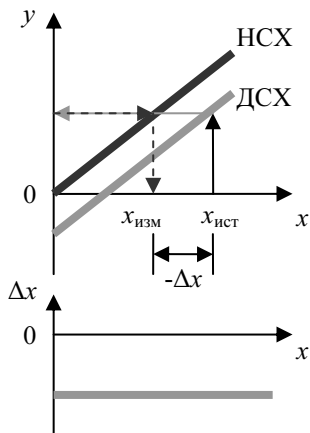


Рисунок 1.13 – Обусловленное дрейфом нуля различие действительной статической характеристики (ДСХ) от номинальной (НСХ) и связанная с этим погрешность

Погрешность чувствительности

Отличие чувствительности от номинального значения вызывает появление *погрешности чувствительности* (рисунок 1.14).

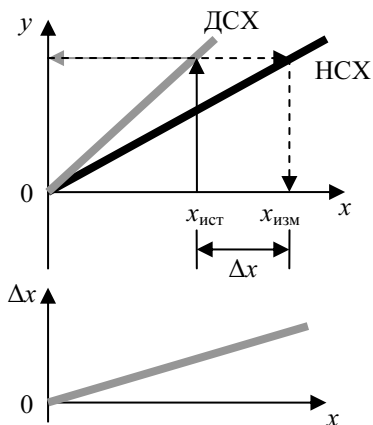


Рисунок 1.14 – Обусловленное различие чувствительности отклонение действительной статической характеристики (ДСХ) от номинальной (НСХ) и связанная с этим погрешность

Действительная статическая характеристика (ДСХ):

$$y = Sx$$

Номинальная статическая характеристика (НСХ):

$$y = S_{\text{НОМ}}x,$$

где $S_{\text{НОМ}}$ – номинальное значение чувствительности, указанное в документах на средство измерений.

Абсолютная погрешность из-за отличия чувствительности от номинального значения

$$\Delta x = x \left(1 - \frac{S_{\text{НОМ}}}{S} \right),$$

т.е. прямо пропорциональна измеряемой величине x , а значит, является мультипликативной.

Поскольку в линейных средствах измерений чувствительность совпадает с коэффициентом преобразования, погрешность чувстви-

тельности называют также погрешностью, которая обусловлена нестабильностью коэффициентов преобразования.

1.5 Анализ погрешностей методов измерений

Анализ погрешностей метода непосредственной оценки

Средство измерений, работающее по методу непосредственной оценки, имеет схему прямого преобразования (рисунок 1.15, а). Учет двух источников погрешности для каждого блока – аддитивного дрейфа нуля z_i и мультипликативной нестабильности коэффициента преобразования ΔK_i – эквивалентен включению в схему дополнительно $2n$ входных сигналов (рисунок 1.15, б).

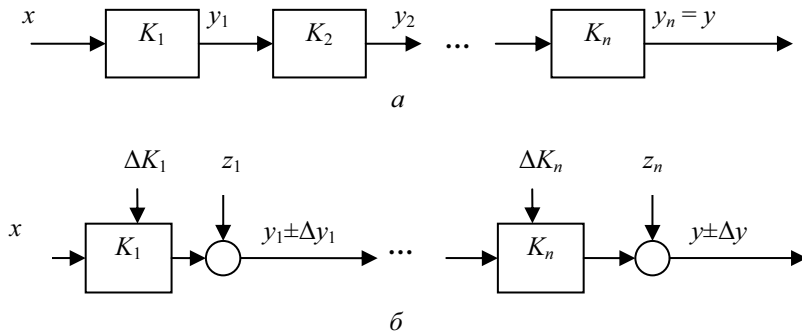


Рисунок 1.15 – Схема прямого преобразования сигнала из n последовательно соединенных линейных блоков: а – без учета источников погрешности; б – с учетом нестабильности коэффициентов преобразования и дрейфа нуля

Оценим погрешность измерений сначала на примере устройства, состоящего из двух блоков (рисунок 1.16).

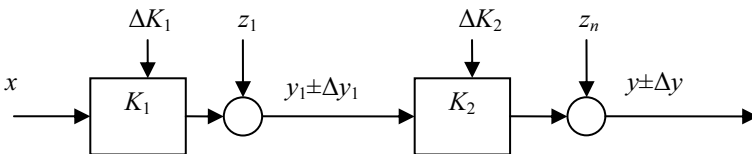


Рисунок 1.16 – Схема преобразования сигнала средства измерения из двух блоков, работающего по методу непосредственной оценки

Расчет приводит к следующему выражению для выходного сигнала:

$$y = K_1 K_2 x + (\Delta K_1 K_2 + \Delta K_2 K_1) x + (z_1 K_2 + z_2) + (\Delta K_1 \Delta K_2 x + z_1 \Delta K_2),$$

где $K_1 K_2 x$ – значение сигнала на выходе без искажений;

$(\Delta K_1 K_2 + \Delta K_2 K_1) x$ – вклад нестабильности коэффициентов преобразования;

$(z_1 K_2 + z_2)$ – вклад дрейфа нуля;

$(\Delta K_1 \Delta K_2 x + z_1 \Delta K_2)$ – вклад взаимодействия источников погрешностей разной природы.

Взаимодействием погрешностей пренебрегают как суммой произведений малых величин z_i и ΔK_i . В этом случае вклады в погрешность из-за нестабильности коэффициентов преобразования ($\Delta y_{\text{нест}}$) и дрейфа нуля ($\Delta y_{\text{др}}$) можно рассчитывать отдельно, суммируя оба вклада при определении полной погрешности:

$$\Delta y = \Delta y_{\text{нест}} + \Delta y_{\text{др}} + \Delta y_{\text{взаим}} \approx \Delta y_{\text{нест}} + \Delta y_{\text{др}}.$$

Величина $\Delta y_{\text{нест}}$ является мультипликативной составляющей погрешности, а $\Delta y_{\text{др}}$ – аддитивной составляющей.

Приведем выражения для расчета погрешности в общем случае средства измерений, состоящего из n последовательно соединенных блоков.

Абсолютная погрешность из-за нестабильности коэффициентов преобразования описывается выражением

$$\Delta y_{\text{нест}} = (\Delta K_1 \cdot K_2 K_3 \dots K_n + \Delta K_2 \cdot K_1 K_3 \dots K_n + \dots + \Delta K_n \cdot K_1 K_2 \dots K_{n-1}) x.$$

Вклад нестабильности коэффициентов преобразования, представленный в виде относительной погрешности, описывается более простым выражением:

$$\frac{\Delta y_{\text{нест}}}{y} = \frac{\Delta x_{\text{нест}}}{x} = \sum_{i=1}^n \frac{\Delta K_i}{K_i}.$$

Относительная погрешность равна сумме относительных нестабильностей коэффициентов преобразования.

Абсолютная погрешность из-за дрейфа нуля (аддитивного шума, помех, наводок) равна:

$$\Delta y_{\text{др}} = z_1 \cdot K_2 K_3 \dots K_n + z_2 \cdot K_3 K_4 \dots K_n + \dots + z_n \cdot$$

Абсолютная погрешность, приведенная к входу:

$$\Delta x_{\text{др}} = \frac{\Delta y_z}{K} = \frac{z_1}{K_1} + \frac{z_2}{K_1 K_2} + \dots + \frac{z_n}{K_1 K_2 \dots K_n}.$$

Анализируя полученные выражения, приходим к следующим выводам: в средстве измерений, работающем по методу непосредственной оценки, происходит суммирование погрешностей, вносимых отдельными блоками. Для достижения высокой точности требуется высокая стабильность параметров всех блоков. Любое усложнение схемы (добавление блока) ухудшает точность.

Анализ погрешностей компенсационного метода

Схема преобразования сигнала в средстве измерений, работающем по компенсационному методу, представлена на рисунке 1.17. Схема состоит из двух цепей – цепи прямого преобразования и цепи обратного преобразования.

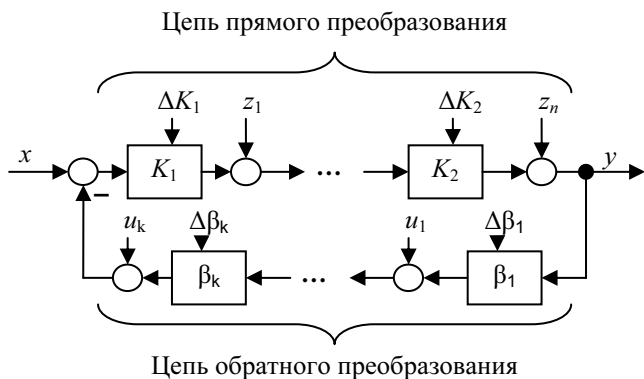


Рисунок 1.17 – Схема преобразования сигнала компенсационного средства измерения с учетом нестабильности коэффициентов преобразования и дрейфа нуля

Коэффициент преобразования средства измерений:

$$K_{\text{с.и}} = \frac{K_1 K_2 \dots K_n}{1 + \beta_1 \dots \beta_k \cdot K_1 \dots K_n} = \frac{K}{1 + \beta K},$$

где K – коэффициент преобразования цепи прямого преобразования;
 β – коэффициент преобразования цепи обратного преобразования.

Относительная погрешность из-за нестабильности коэффициентов преобразования:

$$\frac{\Delta y_{\text{нест}}}{y} = \frac{\Delta x_{\text{нест}}}{x} = \frac{\Delta K}{K} \frac{1}{1 + \beta K} - \frac{\Delta \beta}{\beta} \frac{\beta K}{1 + \beta K}.$$

Эта формула может быть получена путем вычисления погрешности как дифференциала величины y , рассматриваемой как функция $y(K, \beta)$.

Первое слагаемое в полученном выражении стремится к нулю при $\beta K \gg 1$, а второе слагаемое стремится к величине $-\frac{\Delta \beta}{\beta}$ при $\beta K \gg 1$. Видно, что неравенство $\beta K \gg 1$ – это условие исключения влияния цепи прямого преобразования на погрешность из-за нестабильности коэффициентов преобразования.

Аддитивная погрешность из-за дрейфа нуля

$$\Delta x_{\text{др}} = \left(\frac{z_1}{K_1} + \frac{z_2}{K_1 K_2} + \dots + \frac{z_n}{K_1 K_2 \dots K_n} \right) - (u_1 \cdot \beta_2 \beta_3 \dots \beta_k + u_2 \cdot \beta_3 \dots \beta_k + \dots + u_k).$$

1.6 Динамические погрешности

При динамических измерениях (измерениях в динамическом режиме) возникает дополнительная погрешность, которая называется динамической.

Динамическое измерение – измерение изменяющейся по размеру физической величины [16].

Динамическим режимом измерений называют режим, при котором время измерения сравнимо со временем изменения измеряемой величины.

Динамическая погрешность средства измерений – разность погрешности в динамическом режиме и статической погрешности:

$$\Delta x_{\text{дин}} = \Delta x - \Delta x_{\text{статич}}.$$

Динамическая погрешность, приведенная к выходу, может быть также определена как разность выходного сигнала и отклика на тот же входной сигнал идеального безынерционного элемента:

$$\Delta y_{\text{дин}} = y(t) - y_{\text{ид}}(t).$$

Динамическая погрешность, приведенная ко входу, для линейного средства измерений:

$$\Delta x_{\text{дин}}(t) = \frac{y(t) - y_{\text{ид}}(t)}{K_0}.$$

где K_0 – статический коэффициент преобразования.

Для описания работы средства измерения и оценивания динамической погрешности необходимо знать уравнение преобразования средства измерений.

Для идеального (безынерционного) элемента

$$y(t) = K_0 x(t).$$

Нет ни запаздывания выходного сигнала относительно входного, ни искажений сигнала: значение коэффициента преобразования такое же, как в статическом режиме,

$$K = K_0.$$

Преобразование сигнала в реальном средстве измерений описывается дифференциальным уравнением, связывающим входной и выходной сигналы:

$$b_m \frac{d^m y}{dt^m} + \dots + b_1 \frac{dy}{dt} + y(t) = K_0 x(t).$$

В этом уравнении слагаемые $b_m \frac{d^m y}{dt^m} + \dots + b_1 \frac{dy}{dt}$ описывают инерцию и искажения сигнала. Остальная часть уравнения – как в идеальном элементе (элементе 0-го порядка).

Дифференциальное уравнение наиболее полно описывает работу средств измерения (СИ) в динамическом режиме.

Наивысший порядок производной m называется *порядком динамического элемента*.

Дифференциальное уравнение может быть представлено в виде системы дифференциальных уравнений 0-го, 1-го и 2-го порядка, т.е. сложное динамическое СИ может быть представлено в виде совокупности динамических элементов 0-го, 1-го и 2-го порядка.

Рассмотрим уравнения преобразования и параметры динамических элементов первого и второго порядка.

- Динамический элемент 1-го порядка (*инерционный элемент*) описывается уравнением

$$T \frac{dy}{dt} + y(t) = K_0 x(t),$$

где T – постоянная времени.

- Динамический элемент 2-го порядка (*колебательный элемент*) описывается уравнением

$$\frac{1}{\omega_0^2} \frac{d^2 y}{dt^2} + \frac{2\beta}{\omega_0} \frac{dy}{dt} + y(t) = K_0 x(t),$$

где ω_0 – частота собственных колебаний;

β – степень успокоения (коэффициент демпфирования). Величина β безразмерна и характеризует затухание колебаний в системе.

Примером инерционного элемента является ртутный термометр. Докажем это путем вывода уравнения преобразования.

Для получения дифференциального уравнения, связывающего входной сигнал (измеряемую температуру окружающей среды $T_{\text{среды}}$) с выходным сигналом (изменением длины столбика ртути в капилляре Δl), рассмотрим уравнение теплового баланса

$$V_0 \rho c \frac{dT}{dt} = \alpha A_k (T_{\text{среды}} - T),$$

где V_0 – начальный объем ртути;

ρ – плотность ртути;

c – удельная теплоемкость ртути;

T – температура ртути;

t – время;

α – коэффициент теплообмена, Вт/(м²·К);

A_k – площадь теплового контакта.

Левая часть уравнения представляет собой теплоту, которая в единицу времени поглощается ртутью. Правая часть уравнения – это теплота, передаваемая в единицу времени от окружающей среды термометру.

Выходной сигнал (подъем ртути в капилляре Δl) связан с изменением температуры ртути ΔT из-за ее термического расширения:

$$A\Delta l = V_0\gamma\Delta T ,$$

где A – площадь поперечного сечения капилляра;

γ – температурный коэффициент объемного расширения ртути.

Подставляя это выражение в уравнение теплового баланса, получим:

$$\frac{V_0c\rho}{\alpha A_k} \frac{d(\Delta l)}{dt} + \Delta l = \frac{V_0\gamma}{A} T_{\text{среды}} .$$

Это дифференциальное уравнение первого порядка, следовательно, ртутный термометр является динамическим элементом первого порядка (инерционным элементом). Выражение $\frac{V_0c\rho}{\alpha A_k}$ представляет

собой постоянную времени, а выражение $\frac{V_0\gamma}{A} = K_0$ – статический коэффициент преобразования (чувствительность) термометра.

На различные входные воздействия инерционный датчик откликается по-разному (рисунок 1.18). На рисунке представлены изменения во времени входного сигнала x (эта зависимость характеризует выбранный вариант динамического режима измерений) и выходного сигнала y .

Для практики измерений свойств материалов представляют наибольший интерес показанные на рисунке три режима измерений: ступенчатый, линейный и гармонический. Ступенчатый режим реализуют, например, в дроп-калориметрах (калориметрах с падающим телом), где нагретый образец сбрасывают из печи в калориметрическую ячейку, температура которой затем отслеживается с течением времени. Ступенчатый режим также используют в так называемых релаксационных методах исследования. Линейный режим используется в термическом анализе и сканирующей калориметрии. С гармоническим режимом мы имеем дело практически всегда, когда используются электрические цепи переменного тока, например, при измерениях начальной магнитной проницаемости с помощью моста пере-