

Разработка государственной поверочной схемы для средств измерений удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объёма и размера пор твёрдых веществ и материалов

Е. П. СОБИНА

Уральский научно-исследовательский институт метрологии,
Екатеринбург, Россия, e-mail: 251@uniim.ru

Предложена структура государственной поверочной схемы для средств измерений удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объёма и размера пор твёрдых веществ и материалов.

Ключевые слова: эталон, удельная адсорбция газа, удельная поверхность, удельный объём пор, размер пор.

The structure of the State verification scheme for measuring instruments of specific adsorption of gases, specific surface area, specific pore volume and pore size in solids and materials has been presented.

Key words: measurement standard, specific adsorption of gas, specific surface area, specific pore volume, pore size.

Важнейшими характеристиками структуры пористых и дисперсных веществ и материалов являются удельная поверхность, удельный объём и размер пор. От сорбционных свойств веществ зависят поглотительная способность адсорбентов, эффективность твёрдых катализаторов, характеристики фильтрующих материалов [1—4]. В связи с этим возникает необходимость централизованного метрологического обеспечения соответствующих средств измерений (СИ), парк которых в РФ по ориентировочным оценкам превышает 300 единиц. Для решения данного вопроса необходимо разработать государственную поверочную схему (ГПС) во главе с Государственным первичным эталоном единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объёма и размера пор твёрдых веществ и материалов (ГЭТ 210—2014).

Цель создания ГПС — повышение эффективности метрологических работ, в частности поверки СИ. На практике для проведения поверки заданного количества рабочих СИ в установленные сроки и с минимальными затратами требуется учитывать не только метрологические характеристики, обеспечивающие высокоточную передачу единицы величины от ГЭТ 210—2014 рабочим СИ, но также организационно-технические и экономические параметры [5]. В связи с этим необходимо выполнить расчёт структурных параметров поверочной схемы и определить число m ступеней передачи единицы величины поверочной схемы для оптимизации её структуры. Оптимальное число m должно находиться в области, ограниченной снизу минимально возможным $m_{\min}$ и сверху максимально допустимым $m_{\max}$ числами ступеней передачи.

Оценивание минимального числа ступеней ГПС. Расчёты сделаны в соответствии с [6], в качестве исходных данных использованы:

N_{Σ} — суммарное количество СИ, для которых составляется ГПС. Согласно сведениям Федерального информационного фонда (ФИФ) на сегодняшний день существует 20 утверждённых типов СИ. По ориентировочным оценкам парк СИ, подлежащих поверке, составляет 300 единиц;

N_3 — число эталонов, СИ и стандартных образцов (СО), которым передается информация о единице величины непосредственно от ГЭТ 210—2014;

T_1 — межповерочный интервал для эталонов и СИ (принимается на основе анализа ФИФ $T_1 = 1$ г.);

t_1 — время, затрачиваемое на передачу информации о единице величины от ГЭТ 210—2014 (для выпуска очередной партии необходимо провести 12 измерений, каждое измерение выполняют в течение двух рабочих дней, итого — 24 рабочих дня, т. е. $t_1 \approx 1$ мес);

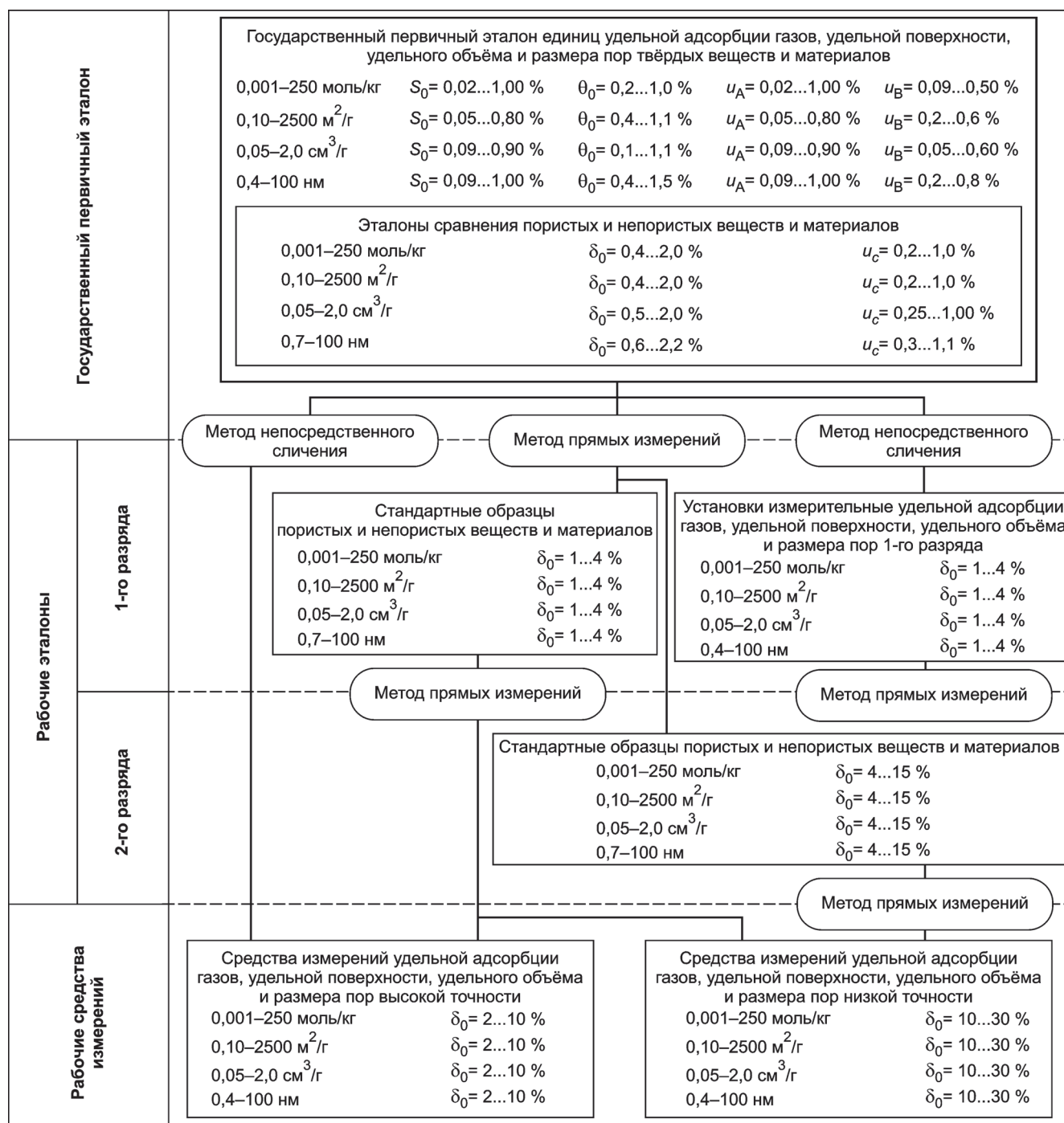
l_1 — число эталонов в виде СО, которым одновременно может передаваться информация о единице от ГЭТ 210—2014 (передачу осуществляют преимущественно с помощью СО, которые выпускаются партиями около 50 экз.);

τ_3 — интервал, в течение которого ГЭТ 210—2014 используют для передачи единицы величины (принимали $\tau_3 = 1/2$);

P — число рабочих дней в году (250 дней).

Число эталонов, СИ и СО, которым передается информация о единице величины непосредственно от ГЭТ 210—2014, оценивают по формуле

$$N_3 = T_1 l_1 \tau_3 P / t_1. \quad (1)$$



Государственная поверочная схема для СИ удельной адсорбции, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов

Минимальное число ступеней ГПС вычисляют как

$$m_{\min} = \lg 2N_{\Sigma} / \lg 2N_{\gamma} + 1. \quad (2)$$

Результаты расчётов, выполненных по формулам (1), (2), представлены в табл. 1. При числе ступеней ГПС $m_{\min} = 3$ метрологическое обеспечение доступно более 10000 СИ, что вполне удовлетворяет практической задаче.

Оценивание максимального числа ступеней ГПС. Вычисления проводили согласно [6], исходными данными служили:

δ_{γ} — доверительные границы относительной погрешности воспроизведения единиц удельной адсорбции, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов на ГЭТ 210—2014 (в соответствии с паспортом эталона в зависимости от диапазона и объекта $\delta_{\gamma} = 0,4...2,2 \%$, при расчётах принимали $\delta_{\gamma} = 2 \%$);

$\delta_{СИ}$ — пределы допускаемой относительной погрешности наименее точных СИ, поверяемых по рабочим эталонам (РЭ) низшего разряда (на основе анализа ФИФ принимали $\delta_{СИ} = 30\%$).

Отношение доверительной относительной погрешности ГЭТ 210—2014 к пределу допускаемой относительной погрешности наименее точных СИ выражают в виде

$$C_{\Sigma} = \delta_{\Sigma} / \delta_{СИ} \quad (3)$$

Среднее значение отношения пределов допускаемой погрешности вышестоящих и нижестоящих РЭ и СИ оценивают как

$$\bar{C} = n^{-1}, \quad (4)$$

где n — запас по точности между полями ГПС.

Максимальное число ступеней ГПС рассчитывают по формуле

$$m_{\max} = \lg C_{\Sigma} / \lg \bar{C} + 1. \quad (5)$$

Результаты вычислений, проведённых по формулам (3)—(5), представлены в табл. 2. Если запас по точности $n = 1/3$, то число ступеней ГПС $m_{\max} = 3$.

Из анализа расчётных данных следует, что оптимальное число ступеней передачи единицы величины ГПС составляет 3. При этом будет обеспечен средний запас по точности, равный $1/3$, поверочная схема будет функционировать для передачи единицы величины около 10000 рабочих СИ, что значительно больше реального парка СИ. Единицы величин от ГЭТ 210—2014 преимущественно передают с помощью мобильных средств — СО пористых и непористых твёрдых веществ и материалов, что очень важно, поскольку большинство рабочих СИ нетранспортабельны и широко распространены по всей стране.

На основе выполненного анализа была построена ГПС, изображённая на рисунке.

Выводы. Создана государственная поверочная схема для СИ удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объёма и размера пор твёрдых веществ и мате-

Таблица 1

Зависимость минимального числа ступеней ГПС от количества СИ

Параметр	Значение						
Общее число СИ N_{Σ} , шт.	100	1000	2000	3000	5000	8000	10000
Минимальное число ступеней ГПС $m_{\min}$	1,9	2,2	2,3	2,4	2,5	2,6	2,6

Таблица 2

Зависимость максимального числа ступеней ГПС от запаса по точности

Параметр	Значение			
Запас по точности между полями ГПС n	1/2	1/3	1/4	1/5
Максимальное число ступеней ГПС $m_{\max}$	4,9	3,5	3,0	2,7

риалов. Её внедрение позволит повысить эффективность и качество разработки СО, поверки, калибровки и испытаний имеющихся и новых типов СИ с учётом измерительных потребностей промышленности и особенностей регионов РФ. В настоящее время проект государственной поверочной схемы проходит соответствующую экспертизу в установленном порядке.

Литература

1. Карнаухов А. П. Адсорбция. Текстура дисперсных и пористых материалов. Новосибирск: Наука, 1999.
2. Paul A. Webb and Clyde Analytical Methods in Fine Particle Technology. USA. Micromeritics corporation, 1997.
3. Фенелонов В. Б. Введение в основы адсорбции и текстурологии. Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2004.
4. Грек С., Синг К. Адсорбция, удельная поверхность, пористость. М.: Мир, 1984.
5. Червяковская Н. Н., Соломахо В. Л. Методика разработки рабочих поверочных схем для средств измерений // Вестник БНТУ. Приборостроение. Информатика. 2007. № 3. С. 29—33.
6. Шишкин И. Ф. Теоретическая метрология. Ч. 2. Обеспечение единства измерений. СПб.: Питер, 2012.

Дата принятия: 22.06.2016.