

ров на подложке из карбида кремния 5×5 мм. Соединив графен и молибденит, ученые Федерального политехнического института Лозанны (EPFL) получили новый прототип перспективной флеш-памяти [9].

Природный полупроводник и распространенный в природе минерал молибденит (дисульфид молибдена MoS_2), как и графен, обладает слоистой структурой. В отличие от объемных кристаллов кремния, основного материала современной электроники, слои молибденита двумерны, что позволяет создавать более миниатюрные, по сравнению с кремниевыми, транзисторы. Ученые пошли дальше, разработав прототип флеш-памяти, объединяющий свойства молибденита и высокой проводимости графена. Этот прототип состоит из нескольких слоев, центральный выполнен не из кремния, а из сульфида молибдена. Электроды (нижний слой), прилегающие к молибдениту, изготовлены из графена, как и многослойная структура собственно элементов памяти (верхний слой). Комбинируя эти два материала, можно добиться значительного прогресса в миниатюризации элементов электроники. Кроме того, такой подход может помочь в создании гибких наноэлектронных устройств. Как и обычный элемент энергонезависимой флеш-памяти, молибденитовый хранит один бит информации, но поскольку он тоньше и чувствительнее к заряду, он компактен и меньше потребляет.

Изложенное выше позволяет рассчитывать на существенное повышение функциональных возможностей ЭМТП путем создания на основе генераторных первичных преобразователей, использующих эффект Холла или ГМР, многокомпонентных [7], полифункциональных [8] и самоорганизующихся структур АЦП составляющих перемещения с высокими информационными показателями в статике и динамике.

Литература

1. Смирнов Ю. С., Козина Т. А., Серебряков П. Б. Аналого-цифровые преобразователи составляющих перемещения на основе электромеханических первичных преобразователей // Измерительная техника. 2013. № 9. С. 40—43.
2. Теряев Е. Д., Филимонов Н. Б., Петрин К. В. Мехатроника как компьютерная парадигма развития технической кибернетики // Мехатроника, автоматизация, управление. 2009. № 6. С. 2—10.
3. Смирнов Ю. С., Соколов А. В., Лысов А. Н. Дискретные преобразователи перемещения с кинестетическими датчиками положения // Вестник Ю.-Урал. гос. ун-та. Энергетика. 2012. Вып. 17. С. 37—41.
4. Воронников С. А. Информационные устройства робототехнических систем: учебное пособие. М.: Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2005.
5. Janich J. Understanding Integrated Hall Effect Rotary Encoders. Analog Devices. Nov. 1. 2006.
6. Щерба А. Магнитные энкодеры производства Austriamicrosystems // Компоненты и технологии. 2008. № 7. С. 50—52.
7. Домрачев В. Г., Матвеевский В. Р., Смирнов Ю. С. Схемотехника цифровых преобразователей перемещений. М.: Энергоатомиздат, 1987.
8. Домрачев В. Г., Смирнов Ю. С. Цифроаналоговые системы позиционирования. М.: Энергоатомиздат, 1990.
9. Технопарад: Идеальный союз // Популярная механика. 2013. № 7. С. 26.

Дата принятия 15.04.2013 г.

ИЗМЕРЕНИЯ МАССЫ

351.821

Прецизионное измерение массы газов

А. А. БЕГУНОВ

Всероссийский научно-исследовательский институт жиров Российской академии сельскохозяйственных наук, С.-Петербург, Россия, e-mail: begunov38@mail.ru

Рассмотрен метод прямого измерения массы газов и приведена конструкция необходимого для этого измерительного сосуда. Проведен анализ источников погрешности результата измерений.

Ключевые слова: масса газов, прецизионные измерения, конструкция сосуда.

This article concerns the methods and techniques of the direct precision measurement mass of gas. Detail recommendation on the vehicle construction are given. All main error sources are also mentioned and discussed.

Key words: mass of gas, precision measurements, vehicle construction.

Масса является одной из важнейших физических величин в аналитических измерениях прежде всего потому, что она составляет основу всех характеристик состава материалов и веществ [1]. Известны методы Барда, Гаусса, Менделеева для точного взвешивания [2—4]. Однако при прецизион-

ных измерениях веществ и материалов с низкой плотностью в этих методах не учтены многие источники погрешности, что при решении определенных научно-исследовательских задач (измерение плотности газообразных веществ, синтез газовых смесей заданного состава, анализ состава газооб-

разных систем и др.) не обеспечивает требуемую точность (неопределенность) результата измерений [4, 5].

Для измерений массы веществ с низкой плотностью и получения результатов с достаточной точностью необходимо иметь образец сравнительно большого объема. В таком случае при его уравнивании возникает аэростатическая сила со значимой флуктуацией из-за естественных для лаборатории колебаний температуры и, следовательно, плотности окружающего воздуха. Это делает неприемлемыми обычные методы точного взвешивания.

В данной статье описан метод измерений массы газообразных веществ, учитывающий различные источники погрешности. Решение поставленной задачи предполагает разработку конструкции измерительного сосуда, выбор весов, оценку погрешности (неопределенности) результата измерения.

Метод измерений. Сущность метода состоит в использовании трех достаточно близких по объему сосудов, которые названы *рабочим* (со взвешиваемым образцом), *тарным* и *вспомогательным* (для компенсации нестабильности показаний весов и влияния внешних условий). Измерения выполняют при помощи равноплечих весов в четыре этапа взвешивания.

1. На левое плечо весов устанавливают (подвешивают) рабочий (измерительный) пустой (вакуумированный) сосуд и набор гирь массой, близкой к ожидаемому значению массы газа; на правое — вспомогательный сосуд и уравновешивающую монолитную тару (далее — тара).

2. Рабочий сосуд заменяют тарным, а гири — необходимой для установления равновесия тарой. При этом нагрузку на правом плече не меняют.

3. На левое плечо весов снова помещают рабочий сосуд, но уже заполненный газом (нагрузка на правую чашку остается прежней), и снимают с левой чашки гири массой, необходимой для установления равновесия.

4. Для определения возможного отклонения положения равновесия весов за время заполнения сосуда на левой чашке заменяют рабочий сосуд и оставшиеся гири вспомогательным сосудом и соответствующей тарой.

Полагая, что за время между первыми двумя этапами не происходит существенного изменения плотности окружающего воздуха и каких-либо иных изменений, запишем уравнение равновесия для пустого сосуда:

$$m_{p1} + (m_{r1} \pm m'_{r1}) - (V_{p1} - V_{r1})\rho_{B1} = m_{t1} - V_{t1}\rho_{B1} + (L'_1 - L''_1)d_1, \quad (1)$$

где m_{p1} , m_{r1} — массы рабочего и тарного сосудов; m_{r1} , m'_{r1} — номинальная масса гирь и поправка к ней; V_{p1} , V_{t1} , V_{r1} — наружный объем рабочего, тарного сосудов и гирь, соответственно; ρ_{B1} — плотность окружающего воздуха; d_1 , $(L'_1 - L''_1)$ — цена деления и разность отсчетов по шкале весов при первом и втором взвешиваниях.

Уравнение равновесия для сосуда с газом (третий и четвертый этапы) имеет вид

$$\begin{aligned} m_{p2} + (m_{r2} \pm m'_{r2}) + m_c - m_c^* - (V_{p2} - V_{r2})\rho_{B2} = \\ = m_{t2} - V_{t2}\rho_{B2} + (L'_2 - L''_2)d_2, \end{aligned} \quad (2)$$

где m_{p2} , m_{r2} , V_{p2} , V_{r2} , ρ_{B2} , m_{r2} , m'_{r2} — аналогичны обозначенным в (1), индекс «2» относится к измерениям сосуда, наполненного газом; m_c , m_c^* — массы газа в сосуде и газа, потерянного из-за негерметичности сосуда; d_2 , $(L'_2 - L''_2)$ — цена деления и разность отсчетов по шкале весов при третьем и четвертом взвешиваниях; V_{t2} — суммарный объем тарного сосуда и дополнительной тары.

Вычитая почленно (2) из (1), после необходимых преобразований получаем уравнение для расчета массы газа

$$m_c = m_r \pm \sum_{i=1}^5 m_i, \quad (3)$$

где $m_r = m_{r2} - m_{r1}$ — масса гирь, снятых при конечном уравновешивании сосуда с газом; m_i — поправки, учитывающие: отклонение номинальной массы гирь от действительной

$$m_1 = m'_{r2} - m'_{r1};$$

отклонение положения равновесия весов от первоначального

$$m_2 = (L'_2 - L''_2)d_2 - (L'_1 - L''_1)d_1;$$

влияние аэростатической силы

$$m_3 = (V_{t2} - V_{p2} - V_{r2})\rho_{B2} - (V_{t1} - V_{p1} - V_{r1})\rho_{B1}; \quad (4)$$

негерметичность сосуда $m_4 = m_c^*$;

изменение массы взвешиваемых тел от внешних воздействий (сорбционных эффектов, запыления, загрязнения руками при перестановках и т. д.)

$$m_5 = (m_{p2} - m_{p1}) - (m_{t2} - m_{t1}).$$

Значения этих поправок находим следующим образом. Методика определения m_1 , m_2 не требует пояснений, так как она известна [3]. Поправка m_3 зависит от разности наружных объемов рабочего и тарного сосудов; разработанный оригинальный аэростатический метод калибровки позволяет непосредственно находить эту разность. Метод предусматривает применение также трех сосудов: рабочего, тарного и вспомогательного. Процедура калибровки проходит в два этапа: на левом плече весов при помощи дополнительной тары уравновешивают рабочий вакуумированный (пустой) сосуд вспомогательным на правом плече; рабочий сосуд заменяют вакуумированным тарным и уравновешивают весы при помощи гирь, не меняя нагрузку на правом плече. Уравнение равновесия в этом случае имеет вид

$$m_{mp} + m_b^* + m_b' - V_{ph}\rho_B = m_r(1 - \rho_B / \rho_r), \quad (5)$$

из которого после необходимых преобразований получают уравнение для разности объемов рабочего и тарного сосудов, приведенной к температуре 20 °С:

$$V_{pH} - V_{TH} = \left[m_{MP} - m_{MT} + m_B^* + m_B' - m_r (1 - \rho_B / \rho_r) \right] \times \\ \times [1 + \beta(t - 20)] / \rho_B, \quad (6)$$

где m_{MP} , m_{MT} — массы металла рабочего и тарного сосудов, соответственно; m_B^* — остаточная масса воздуха в сосуде;

m_B' — масса воздуха, попавшего в сосуд из-за предполагаемой негерметичности; V_{pH} , V_{TH} — объемы рабочего и тарного сосудов, приведенные к нормальным условиям; m_r — масса гирь, используемых во втором уравновешивании; ρ_B , ρ_r — плотности окружающего воздуха и материала гирь, соответственно; β — температурный коэффициент объемного расширения материала сосудов; t — температура окружающего воздуха.

Значения m_{MP} , m_{MT} находим любым методом точного взвешивания. При этом сосуды должны быть открыты, чтобы аэростатическая сила определялась объемом собственно металла, а не сосуда. Плотность материала сосуда ρ_m определяем экспериментально методом гидростатического взвешивания, учитывая его неоднородность из-за сварного шва и различия металлов сосуда и запорного узла. Массу

m_B^* целесообразно свести к пренебрежимо малому значению за счет полного вакуумирования. Значение m_B' определяем только экспериментально.

По (6) получим номинальную, т. е. приведенную к температуре 20 °С, разность значений вакуумированных объемов. В реальных условиях эксплуатации тарный сосуд заполнен воздухом с атмосферным давлением. Это исключает изменение массы тары из-за подсоса воздуха из атмосферы, но в таком случае меняется объем рабочего сосуда (а значит, и разность объемов) вследствие *манометрической деформации*, возникающей из-за разности давлений в пустом и заполненном сосудах.

Другим источником изменения номинальной разности объемов сосудов является их *термическая деформация* при отклонении рабочей температуры от 20 °С. Эти явления учтем, введя соответствующие поправки при начальном и конечном взвешиваниях:

$$V_{p1} - V_{T1} = [(V_{pH} - V_{TH}) + (\Delta V_p - \Delta V_T)] [1 + \beta(t - 20)], \quad (7)$$

$$V_{p2} - V_{T2} = [(V_{pH} - V_{TH})] [1 + \beta(t - 20)]. \quad (8)$$

Здесь ΔV_p , ΔV_T — манометрическая и термическая деформации рабочего и тарного сосудов. Рассчитать их сложно из-за сравнительной неоднородности толщины стенки сосудов и их формы. Поэтому они находятся экспериментально.

Поправка m_4 связана с недостаточной герметичностью запорного элемента сосуда. Поправка m_5 зависит от износа пробки уплотняющего элемента запорного устройства и определяется активной поверхностью, равной разности поверхностей рабочего и тарного сосудов, и от их сорбционных свойств. Обе эти поправки также определяют экспериментально.

Конструкция рабочего сосуда разработана с учетом уменьшения погрешностей результатов измерений в предположении максимизации коэффициента заполнения, рав-

ного отношению масс вакуумированного рабочего сосуда и газа в нем. Выбрана сферическая форма сосудов, наиболее благоприятная с разных точек зрения.

Сосуды выполнены методом накатки из листового алюминия толщиной 1 мм и имеют полированные наружную и внутреннюю поверхности. Вместимость такого сосуда около 14 л, он рассчитан на внутреннее давление более $2 \cdot 10^5$ Па. При этом в нем может находиться до 30 г газа. Масса каждого сосуда около 950 г, что позволяет взвешивать их на лабораторных весах с предельной нагрузкой 1 кг.

Запорное малогабаритное устройство сосуда (подобно хроматографическим) имеет в основе пробку из фторкаучука. Полость сосуда соединена с системами вакуумирования и заполнения при помощи шприцевой иглы, у которой торцевое отверстие перенесено на боковую поверхность с целью уменьшения износа пробки при прокалывании. Края отверстия на игле немного завалены внутрь для предупреждения срезания пробки и забивания канала иглы. Все время, кроме момента взвешивания, сосуд находится в разборном чехле из оргстекла для предохранения его поверхности от запыления, загрязнения руками и уменьшения влияния сорбционных процессов. Размеры сосуда рассчитаны исходя из того, что его масса должна равняться предельной нагрузке весов.

Коэффициент вместимости K_6 при небольшом внутреннем давлении зависит только от диаметра и материала сосуда, поскольку в этом случае толщина стенки определяется не прочностными, а технологическими требованиями. Например, для алюминия K_6 в 2,5 раза больше, чем для стали.

Выбор весов. В данном случае для измерений пригодны только коромысловые равноплечие весы. Анализ ряда отечественных прецизионных весов типа ВЛР с предельной нагрузкой 0,2—20 кг показал, что их относительные погрешности взвешивания (отношение абсолютной погрешности к предельной нагрузке) примерно одинаковые (за исключением ВЛР-200г-II), поэтому выбор весов зависит только от необходимой массы сосуда.

Выбранные весы ВЛР-1кг-III модернизировали дополнением оптического устройства отсчета и индивидуально отъюстировали. Экспериментально нашли предельную погрешность весов 0,36 мг, среднюю квадратическую погрешность (СКО) оценили 0,12 мг, цену деления 0,12 мг. Погрешность калибровки гирь определена по [6] с применением гирь класса I. Максимальная масса газа в сосуде равна 35 г, ее можно набрать в худшем случае 16 гирями десяти номиналов, для которых суммарная оценка СКО равна $0,5 \cdot 10^{-4}$ г.

Оценка погрешности результата измерений. При взвешивании тел большого объема существенное влияние на точность измерений оказывают внешние условия: вибрация, движение воздуха и изменение его температуры. Поэтому для взвешивания сосудов использованы инертный термостат, демпфирование весов и минимальная длина подвески сосудов к весам.

Источники систематической погрешности ограничены слагаемыми уравнения (3). Во всех случаях в качестве тары при взвешивании применены тела, аналогичные рабочим. Это позволило снизить влияние не только аэростатической силы, но и сорбционных эффектов и запыления. Влияние остаточного газа при калибровке сосудов устранено их вакуумированием до давления, при котором массой остаточного газа можно пренебречь. Расчеты показали, что в сосуде емкостью 14 л при вакуумировании до 0,66 Па остаточная масса газа не превышает 0,1—0,2 мг.

Возможные источники систематической погрешности массы сухого газа были определены следующим образом:

отклонение номинальной массы гирь от действительной учтено в виде поправки, значение которой указано в свидетельстве о поверке используемых гирь;

отклонение положения равновесия от первоначального отмечено поправкой, определяемой при каждом взвешивании по шкале весов с учетом их цены деления;

влияние аэростатической силы учтено в виде поправки m_3 , рассчитанной по (4) с использованием экспериментально найденных фактических значений объемов сосудов.

Плотность металла сосудов $\rho_m = 2,7044 \text{ г/см}^3$ найдена методом гидростатического взвешивания на образце, изготовленном из сплющенного сосуда.

Для определения манометрической деформации каждый сосуд помещали в разъемные металлические колбы с узким (диаметром 20 мм) прозрачным горлом, имеющим шкалу. Колбу наполняли дистиллированной водой до определенного уровня. Затем сосуд вакуумировали, измеряли изменение уровня, а по нему и объема сосуда. Аналогичную операцию проводили при заполнении сосуда газом до давления $2 \cdot 10^5$ Па. Среднее значение манометрической деформации сосудов составило $3,23 \text{ см}^3$, которое и было принято при расчетах в качестве поправки на аэростатическую силу. Также присутствуют неисключенные остатки систематической погрешности, обусловленные отклонением условной плотности материала гирь от реальной, усреднением манометрической деформации и влиянием температуры на объем сосудов (температурная деформация).

Влияние на погрешность отклонения условной плотности гирь от реальной пренебрежимо мало и составило $\pm 10^{-9}$ г из расчета по (3) при $m_{r2} - m_{r1} = 30$ г (по максимальной массе газа в сосуде). Влияние усреднения манометрической деформации составило $\pm 8,4 \cdot 10^{-5}$ г, его определяли максимальным отклонением реальной манометрической деформации от среднего арифметического ($\pm 0,7 \text{ см}^3$) и предельным изменением плотности окружающего воздуха ($\pm 10\%$ или $\pm 0,12 \cdot 10^{-3} \text{ г/см}^3$).

Влияние температуры на объем сосудов находили расчетным и опытным путем. В первом случае использовали уравнения (7), (8). Изменение температуры в помещении лаборатории за время между начальным и конечным взвешиваниями без применения кондиционера не превысило $\pm 1^\circ\text{C}$. При наибольшей разности $V_p - V_T = 230 \text{ см}^3$ и $\beta = 22,6 \cdot 10^{-6} \text{ см}^3/^\circ\text{C}$ искомая погрешность равна $\pm 1,4 \cdot 10^{-5}$ г.

Во втором случае определяли изменение показаний весов, на которых уравнивали пару сосудов, имеющих указанную разность объемов, при намеренном изменении температуры окружающего воздуха. Получили, что уменьшение температуры на $3,4^\circ\text{C}$ понижало аэростатическую силу на 4 мг, т. е. примерно $1,2 \text{ мг/}^\circ\text{C}$. При повышении температуры на 2°C аэростатическая сила возросла на 2,2 мг, т. е. на $1,1 \text{ мг/}^\circ\text{C}$. При указанном изменении температуры плотность воздуха меняется от 1,185 до 1,209 г/см^3 , что соответствует изменению аэростатической силы на 7,2 мг или $1,3 \text{ мг/}^\circ\text{C}$. Таким образом, из-за термической деформации сосуда аэростатическая сила изменилась на $\pm 0,2 \text{ мг/}^\circ\text{C}$. В условиях инертного термостата, в котором сосуды взвешивали, температура воздуха менялась не более чем на $\pm 0,2^\circ\text{C}$, что привело к изменению аэростатической силы вследствие манометрической деформации на $\pm 4 \cdot 10^{-5}$ г.

Просуммировав составляющие, получили оценку систематической составляющей влияния температуры на объем сосудов $\Theta_{c1} = 12 \cdot 10^{-5}$ г.

Герметичность сосудов проверяли при давлении около 13 Па по изменению показаний образцового вакуумметра за несколько часов. От флуктуации температуры окружающего воздуха показания не менялись. Кроме этого в течение суток определяли изменение массы вакуумированного сосуда. Измерения проводили по показаниям весов, на которых уравнивали пару сосудов. При исключении влияния запыления и нестабильности весов изменение массы в пределах вариации весов не наблюдалось. Это позволило считать, что систематическая погрешность, обусловленная негерметичностью сосудов, пренебрежимо мала.

Изменение массы взвешиваемых тел вызвано отмеченными выше факторами. Применение индивидуальных чехлов позволило полностью исключить касания сосуда руками, а также предупредить его запыление.

Влияние сорбционных эффектов было оценено по (3), где $K_c = m/[F(\varphi_2 - \varphi_1)] = 2,3 \cdot 10^{-8} \text{ г/(см}^2 \cdot \%)$ (получено по таблице для полированного алюминия), $F = 100 \text{ см}^2$ — максимальная разность площадей поверхности рабочего и тарного сосудов, $\Delta\varphi = \varphi_2 - \varphi_1 = \pm 10\%$ — максимальное изменение относительной влажности окружающего воздуха за время между начальным и конечным взвешиваниями. При этих данных получили погрешность $\pm 2,3 \cdot 10^{-5}$ г. Коэффициент сорбции определяли экспериментально по изменениям массы образцов, имеющих известную площадь поверхности, при заданной относительной влажности окружающей среды. Для этого образцы выдерживали достаточное время (для установления гидродинамического равновесия) в эксикаторе над насыщенным раствором поваренной соли, поверхностью чистой воды и на открытом воздухе. Исследовали образцы из разных материалов с различной обработкой поверхности. Из приведенных в таблице данных следует, что коэффициенты сорбции для полированного титана, алюминия и нержавеющей стали близки. Отметим, что любая обработка поверхности существенно повышает эти значения.

Коэффициенты сорбции различных поверхностей

Материал	Обработка поверхности	Коэффициент сорбции	Оценка СКО
		$\text{г/(см}^2 \cdot \%) \cdot 10^8$	
Титан	Полировка	2,4	0,4
Нержавеющая сталь	Полировка	1,6	0,2
Сталь СТ-3	Полировка	6,4	1,0
	Воронение	7,3	1,5
Дюралюминий	Полировка	3,8	0,5
Алюминий	Лак	11,0	3,6
	Полировка	2,3	0,8
	Оксидирование	7,8	2,2
	Масляная краска	11,7	1,8
	Нитрозмаль	11,0	1,8

Истирание заглушки запорного элемента может происходить при ее прокалывании соединительной иглой. Количественно это истирание определяли по изменению массы отдельно взятой заглушки при ее многократном прокалывании. В пределах вариации показаний весов ВЛР-20г-II изменение массы не обнаруживали, что позволило считать отсутствующей эту составляющую систематической погрешности. Таким образом, получаем $\Theta_{c2} = 6,6 \cdot 10^{-6}$ г.

В статье не приведен полный анализ источников систематической погрешности. Однако границы остатков систематической погрешности массы сухого газа определены арифметическим суммированием значений составляющих; поскольку их число не более четырех, они составили $\Theta(m_c) = \pm 18,6 \cdot 10^{-5}$ г.

Случайная погрешность измерения массы газа зависит от погрешностей взвешивания и определения поправок и неисключенных остатков систематической погрешности. Составляющие случайной погрешности массы гири установлены по [6]: $S(m_1) = S(m_{r1}) = S(m_{r2}) = 2,4 \cdot 10^{-4}$ г. Погрешность поправки на отклонение от положения равновесия $S(m_2) = 0,48 \cdot 10^{-4}$ г получена как третья часть предельной погрешности отсчета по шкале, которая оценена до десятой части

деления шкалы, при $S(L'_1) = S(L''_1) = S(L'_2) = S(L''_2) = 0,033$ деления. При взвешиваниях стремились уравнивать веса так, чтобы $(L'_2 - L''_2) - (L'_1 - L''_1) \leq 15$.

Погрешность поправки на влияние аэростатической силы $S(m_3) = 28 \cdot 10^{-4}$ определена по (4). Использованное при этом значение $S(V_p - V_r) = 1,7 \text{ см}^3$ принято как большее из расчетного $1,7 \text{ см}^3$ и экспериментального $S(V_{pн} - V_{тн}) = 0,16 \text{ см}^3$. Полученное расхождение можно объяснить тем, что расчет проведен для наиболее неблагоприятного случая исходя из максимальной разности объемов сосудов.

При расчете $S(V_p - V_r)$ в соответствии с (5) принято: $S(m_m) = 4 \cdot 10^{-4}$ г (найдена расчетом по значениям составляющих); $S(\rho_m) = 12 \cdot 10^{-6} \text{ г/см}^3$ (определена экспериментально); $S(\rho_r) = 0$, так как гири аттестованы по условной плотности; $S(m_{r1}) = S(m_{r2}) = S(m'_B) = 5,4 \cdot 10^{-4}$ г — погрешность взвешивания;

$S(m^*_B) = 2 \cdot 10^{-4}$ г получена как треть от предельного значения этой составляющей; $S(\beta) = 2 \cdot 10^{-8} \text{ К}^{-1}$ согласно справочным данным; $S(V_{r1}) = S(V_{r2}) = 5 \cdot 10^{-5}$ г.

Погрешность измерения массы металла $S(m_m) = 11 \cdot 10^{-4}$ г определена из опыта. После обработки многократных экспериментальных данных манометрической деформации сосудов имеем $\Delta V_p = \Delta V_r = 0,15 \text{ см}^3$. Значение $S(V_{p2} - V_{r2})$ принято равным аналогичной составляющей при начальном взвешивании $S(V_{p1} - V_{r1})$. Это правомочно, так как расчетные уравнения (7), (8) отличаются только величинами ΔV_p , ΔV_r , которые вносят незначительное добавление в по-

грешность результата. По аналогии найдено $S(V_{r1}) = S(V_{r2}) = 5 \cdot 10^{-5} \text{ см}^3$.

Оценку СКО определения негерметичности сосуда, равную $5,4 \cdot 10^{-4}$ г, приняли по погрешности взвешивания, поскольку многократные измерения массы вакуумированного сосуда не показывали изменения (в пределах вариации показаний весов).

При оценке СКО определения изменения массы взвешиваемых тел учитывали точность составляющих этой систематической погрешности. Загрязнение руками и запыление было оценено как произведение площади активной поверхности сорбции 100 см^2 , максимального изменения относительной влажности $\pm 10 \%$ и оценки СКО коэффициента сорбции на алюминиевой полированной поверхности $0,8 \cdot 10^{-8} \text{ г/(см}^2 \cdot \%)$. В результате получено $0,4$ г. Погрешность истирания заглушки $5 \cdot 10^{-6}$ г равна погрешности взвешивания на весах ВЛР-20г-II. Таким образом, $S(m_5) = 1,1 \cdot 10^{-5}$ г. Геометрически сложив все значимые дисперсии, составляющие случайную погрешность, вычислили $S(m_c) = 3 \cdot 10^{-3}$ г.

Выводы. Приведенный метод прямого измерения массы газов при надлежащем исполнении и учете влияющих факторов позволил измерить массу газов $10\text{—}30$ г с оценками случайной абсолютной и систематической составляющих погрешности результата $S(m_c) = 3$ мг и $\Theta(m_c) = 0,2$ мг. Такой метод применим для измерений плотности и расхода газа различными измерительными системами, например, при определении влагосодержания газов сорбционно-гравиметрическим способом на исходном (эталонном) уровне.

Анализ источников погрешности результата измерений выявил наиболее значимые из них. При необходимости точность результатов измерений можно повысить, применив весы более высокого класса точности.

Л и т е р а т у р а

1. Бегунов А. А. Метрологические основы аналитики. СПб.: Изд-во «РИМ», 2004.
2. Менделеев Д. И. О приемах точных или метрологических взвешиваний. Труды по метрологии. М.: Стандартгиз, 1963.
3. Рудо Н. М. Лабораторные весы и точное взвешивание. М.: Стандартгиз, 1963.
4. Гаузер С. И. и др. Измерение массы, объема и плотности. М.: Изд-во стандартов, 1972.
5. Бегунов А. А. Теоретические основы и технические средства гигрометрии. Метрологические аспекты. М.: Изд-во стандартов, 1988.
6. ГОСТ Р 7328—2001. Гири. Общие технические условия.

Дата принятия 13.11.2013 г.