

УДК 681.121.89

Зеновій Теплюх, Оксана Парнета

НУ "Львівська політехніка",
кафедра автоматизації теплових і хімічних процесів

ПОХИБКИ ВИЗНАЧЕННЯ КАЛІБРОВАНОГО ОБ'ЄМУ ГАЗУ В БЮРЕТЦІ ПЛІВКОВОГО ВИТРАТОМІРА

© Теплюх Зеновій, Парнета Оксана, 2001

The accuracy of film flowmeters measurement depends on the error of determination calibrated gas volume in the burette. Therefore in this article we considered different calibration methods and their errors. The quantity estimation of errors limit value for different calibration methods is determined and the ways of raising accuracy are showed.

Точність вимірювання витрати газу плівковим витратоміром істотно залежить від похибки визначення каліброваного об'єму газу в бюретці, яка є основним елементом витратоміра [1]. Об'єм газу необхідно визначати з врахуванням того, що в робочому стані цей об'єм не дорівнює місткості самої бюретки, а є меншим, оскільки в процесі вимірювання на внутрішній поверхні вимірювальної бюретки повинен існувати шар плівкоутворювальної рідини. У зв'язку з цим доцільно проаналізувати можливість застосування відомих методів калібрування об'єму (геометричний, об'ємний та ваговий методи [2]) стосовно цього об'єкта, тобто об'єму газу, обмеженого плівкоутворювальною рідиною (на стінках бюретки і рухомою плівкою).

Як вимірювальні бюретки на практиці часто застосовують скляні хімічні (титрувальні) бюретки [3] завдяки тому, що вони мають шкалу, проградуєвану в одиницях об'єму з похибкою до 0,5 %. Проте загальна похибка вимірювання витрати за допомогою таких бюретонок може бути доволі високою (до 6...11 % [1]) в основному внаслідок існування шару плівкоутворювальної рідини на внутрішній поверхні бюретки. Тому хімічні бюретки не можуть бути використані для точних вимірювань.

Геометричний метод калібрування об'єму оснований на припущенні, що бюретка має правильну геометричну форму і лінійні розміри, необхідні для обчислення об'єму, можуть бути визначені з високою точністю.

Проте реальна циліндрична бюретка не має правильної геометричної форми. Внаслідок цього значення діаметра бюретки в різних точках вимірювання можуть відхилитися на 0,5...14 % від середнього значення діаметра [4], через це гранична похибка визначення об'єму може досягати 28 %. Загалом вимірювальна бюретка може мати складну форму [1], що ускладнить визначення об'єму бюретки геометричним методом і тому гранична відносна похибка буде істотно більшою, ніж для циліндричної бюретки.

Отже, геометричний метод загалом не підходить для визначення каліброваного об'єму газу в бюретці внаслідок недопустимо великих похибок вимірювання.

Об'ємний метод калібрування такий. Воду, об'єм якої дорівнює об'єму каліброваної ділянки бюретки, зливають у мірний циліндр, попередньо наповнений дистильованою водою до нижньої поділки шкали [5]. Можна також вимірювати об'єм, зважуючи перелиту воду з одночасним вимірюванням температури води і визначенням її густини для цієї температури (у такому випадку метод називають ваговим) [6].

Для об'ємного методу калібрування характерна наявність похибки $\delta_{\text{зал.}}$ за рахунок залишку на стінках бюретки крапель води. Нами експериментально досліджено, що маса залишку води на стінках бюретки на одиницю площі становить $0,003 \pm 0,00025 \text{ г/см}^2$. Зазначена похибка залежить від стану внутрішньої поверхні бюретки та властивостей рідини. Результати визначення похибки $\delta_{\text{зал.}}$ для води, а також всіх решти нижчеописаних похибок, які залежать від об'єму бюретки, наведені у таблиці.

Похибка $\delta_{\text{вип.}}$, зумовлена випаровуванням води у мірному циліндрі протягом 5 хв (середній час калібрування), визначена при $20 \text{ }^\circ\text{C}$ і вологості 20 %. Для зменшення цієї похибки замість води доцільно використовувати рідини, які мають вищу температуру кипіння, а також не затягувати час калібрування. Якщо тривалість калібрування не перевищує 5 хв, то похибкою $\delta_{\text{вип.}}$ здебільшого можна нехтувати.

В об'ємному методі необхідно точно визначити розміщення рівня води щодо поділок шкали зразкової міри об'єму, а також відносно міток у бюретці (похибки відліку $\delta_{\text{в.зр.м}}$ і $\delta_{\text{в.бюр.}}$). Похибка візуального відліку рівня води щодо міток становить $\pm 0,25 \text{ мм}$ [7].

При доведенні рівня води в бюретці до нижньої мітки кожна зайва краплина, що падає в мірний циліндр під час калібрування, буде істотно впливати на точність калібрування (особливо для бюретонок малих об'ємів). В таблиці наведені значення похибки $\delta_{\text{кр.}}$, зумовленої зайвою краплею води, виходячи з того, що маса 1 краплі води $m \approx 0,04 \text{ г}$.

Похибка $\delta_{\text{зр.м.}}$ визначення каліброваного об'єму бюретки за допомогою зразкових мір (мірних циліндрів) в багатьох випадках не задовольняє вимог до точності вимірювання малих і мікровитрат газів: для мірних циліндрів місткістю від 50 до 2000 мл $\delta_{\text{зр.м.}} = \pm 0,5 \%$; для місткості 10 і 25 мл – $\delta_{\text{зр.м.}} = \pm 1,0 \%$; для місткості 5 мл – $\delta_{\text{зр.м.}} = \pm 2,0 \%$ [8].

Об'ємний метод калібрування визначає місткість самої бюретки, в той час як для точного вимірювання витрати потрібний калібрований об'єм газу з врахуванням шару плівкоутворювача на стінках вимірювальної бюретки. В таблиці наведені граничні значення похибки $\delta_{\text{ш.п.}}$, викликані наявністю шару мильного розчину [9]. При використанні органічних розчинників замість водного розчину мила похибка $\delta_{\text{ш.п.}}$ є значно меншою (до 0,8 %).

Складовою похибки калібрування за допомогою об'ємного методу є також зміна об'єму води ($\delta_{\Delta t}$) і об'єму бюретки ($\delta_{t \text{ бюр.}}$) [10, 11] при відхиленні температури доквілля від $20 \text{ }^\circ\text{C}$. Гранична додаткова похибка калібрування від зміни об'єму води при температурі $20 \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$ $\delta_{\Delta t}$ становить 0,054 % (коефіцієнт об'ємного теплового розширення води $\beta = 0,18 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$) [12]. Гранична додаткова похибка об'єму для бюретонок зі скла із середнім коефіцієнтом лінійного теплового розширення α – не більше за $94 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ [13] від зміни температури $20 \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$ $\delta_{t \text{ бюр.}}$ дорівнює $\pm 0,008 \%$. В межах $20 \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$ похибками $\delta_{\Delta t}$ і $\delta_{t \text{ бюр.}}$ здебільшого можна нехтувати.

Граничні відносні похибки визначення каліброваного об'єму в різних бюретках за допомогою об'ємного методу наведені у таблиці ($\delta_{V1} = \delta_{\text{зал.}} + \delta_{\text{вип.}} + \delta_{\text{в. бюр.}} + \delta_{\text{в.зр.м.}} + \delta_{\text{кр.}} + \delta_{\text{зр.м.}} + \delta_{\text{ш.п.}} + \delta_{\Delta t} + \delta_{t \text{ бюр.}}$).

Як видно з таблиці, гранична відносна похибка δ_{V1} калібрування за допомогою об'ємного методу знаходиться в межах від 2,3 до 21,0 %. Найбільшу похибку в об'ємному методі вносить неврахування шару плівкоутворювача всередині бюретки, а також залишок крапель води у бюретці. І хоча окремі складові похибки можна зменшити, загалом об'ємний метод не забезпечує високої точності визначення каліброваного об'єму газу в бюретці.

Похибки визначення каліброваного об'єму газу в бюретці

| Об'єм бюретки, мл | $\delta_{\text{зал.}}$ % | $\delta_{\text{вип.}}$ % | $\delta_{\text{в. бюр.}}$ % | $\delta_{\text{в. зр. м.}}$ % | $\delta_{\text{кр.}}$ % | $\delta_{\text{ш. п.}}$ % | δ_R % | δ_{V1} % | δ_{V2} % | δ_{V3} % |
|-------------------|--------------------------|--------------------------|-----------------------------|-------------------------------|-------------------------|---------------------------|--------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 2 | 2,55 | 0,04 | 0,49 | 2,5 | 2,0 | 11,4 | 0,31 | 21,0 | 16,6 | 3,0 |
| 5 | 1,99 | 0,02 | 0,33 | 2,0 | 0,8 | 9,0 | 0,26 | 15,1 | 12,3 | 1,5 |
| 10 | 1,64 | 0,016 | 0,25 | 2,5 | 0,4 | 7,4 | 0,21 | 13,2 | 9,8 | 1,0 |
| 25 | 1,15 | 0,008 | 0,20 | 2,0 | 0,16 | 5,3 | 0,28 | 9,3 | 6,9 | 0,8 |
| 50 | 0,96 | 0,005 | 0,14 | 1,0 | 0,08 | 4,4 | 0,24 | 7,1 | 5,7 | 0,6 |
| 100 | 0,73 | 0,003 | 0,12 | 1,0 | 0,04 | 3,3 | 0,33 | 5,7 | 4,3 | 0,6 |
| 200 | 0,53 | 0,002 | 0,118 | 0,5 | 0,02 | 2,4 | 0,37 | 4,1 | 3,2 | 0,6 |
| 250 | 0,49 | 0,002 | 0,11 | 1,0 | 0,016 | 2,2 | 0,37 | 4,3 | 2,9 | 0,6 |
| 500 | 0,37 | 0,001 | 0,10 | 1,0 | 0,008 | 1,7 | 0,32 | 3,7 | 2,3 | 0,6 |
| 1000 | 0,29 | 0,0007 | 0,08 | 1,0 | 0,004 | 1,4 | 0,32 | 3,3 | 1,9 | 0,6 |
| 2000 | 0,21 | 0,0003 | 0,07 | 0,5 | 0,002 | 1,0 | 0,39 | 2,3 | 1,4 | 0,6 |

Для **вагового методу** калібрування характерні похибки розглянутого вище методу ($\delta_{\text{зал.}}$, $\delta_{\text{вип.}}$, $\delta_{\text{в. бюр.}}$, $\delta_{\text{кр.}}$, $\delta_{\text{ш. п.}}$, $\delta_{\text{т. бюр.}}$), а також похибки зважування та визначення густини дистильованої води.

Висока точність вимірювання маси води досягається зменшенням систематичних похибок зважування [14, 15, 16] (неправильне встановлення ваги, нерівноплечість коромисла ваги, дія аеростатичної сили при зважуванні у повітрі, недостатня точність різноважок тощо).

Похибка $\delta_{\text{ваги}}$ аналітичної ваги не перевищує 0,0006 % [17], тому нею можна нехтувати.

Похибка $\delta_{\text{зв.}}$ зважування води в повітрі, зумовлена дією аеростатичної сили, становить 0,11 % і усувається введенням поправного коефіцієнта, що вказаний у свідоцтві набору різноважок [16].

Похибка δ_p визначення густини дистильованої води (при похибці вимірювання температури води $\pm 0,5$ °C) становить 0,0002 % [18].

Ваговий метод калібрування також не враховує наявність шару плівкоутворювача на внутрішній поверхні бюретки, який зменшує об'єм газу в бюретці. Тому при визначенні загальної похибки вагового методу необхідно враховувати похибку $\delta_{\text{ш. п.}}$.

Граничні відносні похибки визначення каліброваного об'єму газу в різних бюретках за допомогою вагового методу наведені у таблиці ($\delta_{V2} = \delta_{\text{зал.}} + \delta_{\text{вип.}} + \delta_{\text{в. бюр.}} + \delta_{\text{кр.}} + \delta_{\text{ваги}} + \delta_{\text{зв.}} + \delta_p + \delta_{\text{ш. п.}} + \delta_{\text{т. бюр.}}$).

Гранична відносна похибка δ_{V2} визначення каліброваного об'єму газу в бюретці за допомогою вагового методу знаходиться в межах від 1,4 до 16,6 %.

Ваговий метод калібрування є точнішим, ніж об'ємний. Перевагою об'ємного та вагового методів є те, що геометричні розміри і форма вимірювальної бюретки не впливають на точність визначення об'єму. Однак ці методи також не забезпечують високої точності визначення каліброваного об'єму бюретки, хоча для не особливо точних вимірювань, а також для калібрування бюретонок великих об'ємів їх можна застосовувати.

Отже, всі вищеописані методи градування визначають об'єм самої бюретки, в той час як для точного вимірювання витрати потрібний калібрований об'єм газу з врахуванням шару плівкоутворювача на стінках вимірювальної бюретки, форми рухомої плівки тощо.

Тому доцільно використовувати **ваговий метод із заміщенням об'єму газу об'ємом рідини (метод заміщення)** [19, 20].

Вказаний метод полягає у такому. Протягування плівки у вимірювальній бюретці здійснюють за рахунок розрідження, яке створюється внаслідок витікання дистильованої води із герметично під'єднаної до виходу бюретки проміжної місткості, за допомогою якої доза газу перетворюється у дозу рідини. За масою заміщеної дистильованої води та її густиною при температурі вимірювання визначають об'єм каліброваної ділянки вимірювальної бюретки з врахуванням наявності шару плівкоутворювача на стінках її внутрішньої частини і тим самим усувають похибку $\delta_{ш.п.}$. Слід відзначити, що при градуванні необхідно використовувати саме ту плівкоутворювальну рідину, яка буде застосована в плівковому витратомірі. Товщина шару із плівкоутворювального розчину на внутрішній поверхні бюретки може змінюватися в часі, в зв'язку з цим калібрування необхідно повторити декілька разів.

Для вагового методу із заміщенням об'єму газу об'ємом рідини характерні вищеописані похибки ($\delta_{в.бюр.}$, $\delta_{вип.}$, $\delta_{ваги}$, $\delta_{зв.}$, δ_p , $\delta_{кр.}$, δ_t бюр.), а також похибка δ_R , зумовлена зміною кривизни рухомої плівки.

Ваговий метод із заміщенням об'єму газу об'ємом рідини забезпечує можливість уникнути контактування дистильованої води із внутрішньою поверхнею бюретки і тим самим дає змогу усунути складову похибки $\delta_{зал.}$ за рахунок змочування і залишку краплин води у бюретці.

Для зменшення похибки $\delta_{вип.}$ рекомендується зважувати воду в герметично закритій посудині, а також не затягувати час калібрування.

Для збільшення точності калібрування необхідно забезпечити за допомогою регульовального органа витікання води з витратою не більше за 10 крапель на хвилину з однаковою частотою. З метою усунення похибки $\delta_{кр.}$, зумовленої зайвою краплею води, рекомендується використовувати перекидний пристрій [21] для відведення в іншу посудину зайвих крапель води в момент закінчення калібрування.

Під час калібрування кривизна плівки при проходженні нижньої та верхньої міток у бюретці може бути різною, що впливає на точність калібрування (похибка δ_R). Кривизна плівки залежить від витрати газу, від діаметра бюретки, від змоченості стінок бюретки, а також від плівкоутворювальної рідини. Для зменшення вказаної похибки необхідно забезпечити добру змоченість стінок бюретки по всій висоті, а також стабілізувати витрату газу.

Граничні відносні похибки визначення каліброваного об'єму газу в різних бюретках за допомогою методу заміщення наведені у таблиці ($\delta_{V3} = \delta_{в.бюр.} + \delta_{вип.} + \delta_{ваги} + \delta_{зв.} + \delta_p + \delta_{кр.} + \delta_R + \delta_t$ бюр.).

Отже, гранична похибка δ_{V3} визначення каліброваного об'єму газу в бюретці за допомогою методу заміщення знаходиться в межах від 0,6 до 3,0 %. Для бюретонок малих об'ємів найбільшу похибку вносить $\delta_{кр.}$, зумовлена зайвою краплею води, а для бюретонок великих об'ємів найбільшою є похибка δ_R .

При забезпеченні спеціальних умов калібрування (застосування перекидного пристрою, зважування води в герметично закритій посудині, застосування оптико-електронних методів для фіксації моменту проходження плівки у бюретці, врахування дії аеростатичної сили у процесі зважування, стабілізація витрати газу, добра змоченість стінок бюретки) гранична похибка δ_V визначення каліброваного об'єму газу в бюретці за допомогою описаного методу може знаходитися в межах від 0,01 до 0,03 % ($\delta_V = 0,5 \delta_{вип.} + \delta_{ваги} + \delta_p + \delta_t$ бюр.).

Висновки. 1. У роботі проаналізовано похибки чотирьох методів калібрування і показані шляхи зменшення цих похибок.

2. При проектуванні плівкових витратомірів залежно від умов вимірювання (діапазон та необхідна точність вимірювання, вплив зовнішніх чинників, вимірюване середовище) можна використовувати різні методи калібрування бюреток.

3. Для бюреток малих об'ємів доцільно використовувати ваговий метод із заміщенням об'єму газу об'ємом рідини, а для бюреток великих об'ємів можуть бути застосовані також інші методи калібрування.

4. Для досягнення максимально можливої точності вимірювання плівкові витратоміри доцільно калібрувати, використовуючи метод заміщення і з врахуванням вказаних у роботі рекомендацій.

1. Теплюх З.М., Парнета О.З. Вимірювальні бюретки плівкових витратомірів газу // *Методи та прилади контролю якості*. 2000. № 6. 2. Гаузнер С.И. Измерение массы, объема и плотности. – М. 1982 3. ГОСТ 20292-74. Бюретки, пипетки. Приборы мерные лабораторные стеклянные. Технические условия. – М. 1983. 4. Маляров Г.А. Выбор и калибрование капилляров для абсолютного вискозиметра // *Исследование в области механических измерений. Труды ВНИИМ. Вып. 37(97)*. М.-Л. 1959. 5. ГОСТ 8.269-77. ГСИ. Бюретки измерительные стеклянные для химических неавтоматических газоанализаторов. Методы и средства поверки. – М. 1977. 6. ГОСТ 8.100 – 73. ГСИ. Меры вместимости стеклянные образцовые. Методы и средства поверки. – М. 1973. 7. Levy A.I. The accuracy of the bubble meter method for gas flow measurements // *J. Sein. Instrum.*, 1964. V. 41. 8. ГОСТ 1770-74. ГСИ. Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия. – М. 1986. 9. А.с. № 982439 СССР, G 01 F 15/ 00. Рабочая жидкость для пленочного расходомера / В.Г. Березкин (СССР). 1981. 10. Мазурин О.В. и др. Тепловое расширение стекла. – Л. 1969. 11. Голубев И.Ф., Гнездилов Н.Е. Вязкость газовых смесей. – М. 1971. 12. Кухлинг Х. Справочник по физике. – М. 1985. 13. Белошицкий А.П. и др. Анализ погрешности "пузырькового" метода измерения малых расходов газа // *Измерительная техника*. 1983. № 9. 14. Рудо Н.М. Лабораторные весы и точное взвешивание. – М. 1963. 15. Руденко П.В. и др. О дополнительных погрешностях при взвешивании // *Измерительная техника*. 1972. № 7. 16. Исакович Е.Г. Весы и весовые дозаторы. – М. 1991. 17. ГОСТ 24104-88. Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия. – М. 1988. 18. Кивилис С.С. Плотномеры. – М. 1980. 19. Пат. 23852 України, G 01 F 1/704. Спосіб визначення місткості вимірювальної трубки плівкового витратоміра / Є.П. Пістун, І.Д. Стасюк (Україна) // *Бюл. изобрет.* 1998. № 4. 20. Стасюк І.Д. Методика визначення місткості вимірювальної трубки плівкового витратоміра // *Вісн. ДУ "Львівська політехніка"*. 1999. № 378. С.70-73. 21. А.с. 670814 СССР, G 01 F 25/00. Перекидное устройство расходомерной установки / А.Ф. Быков и др. (СССР) // *Бюл. изобрет.* 1979. № 24. – 2 с.