

На правах рукописи

КОЛОБОВА Анна Викторовна

**ИССЛЕДОВАНИЕ И РАЗРАБОТКА МЕТОДОВ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ
ПРОМЫШЛЕННО ВЫПУСКАЕМЫХ
СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА ГАЗОВЫХ СМЕСЕЙ**

Специальность: 05.11.15 – Метрология и метрологическое обеспечение

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Санкт-Петербург

2008

Работа выполнена в федеральном государственном унитарном предприятии «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»

Научный руководитель Заслуженный метролог РФ, лауреат премии Правительства РФ в области науки и техники, доктор технических наук, профессор	Конопелько Л.А.
Официальные оппоненты Заслуженный работник высшей школы РФ, доктор технических наук, профессор	Кондрашкова Г.А.
Кандидат технических наук	Челибанов В.П.
Ведущая организация	НПО «Химавтоматика»

Защита диссертации состоится 22 сентября 2008 г. в 11 часов на заседании диссертационного совета Д 308.004.01 при ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» по адресу:

190005, Санкт-Петербург, Московский пр., 19.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

Автореферат разослан 13 августа 2008 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета
кандидат технических наук,
доцент

Г.П. Телитченко

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы

Газоаналитические измерения играют важную роль практически во всех областях национальной экономики и таких социальных сферах, как здравоохранение, экологическая безопасность и безопасность продуктов питания. При этом определяющим фактором эффективности использования газоаналитической информации является ее достоверность, которая определяется достигнутым уровнем единства газоаналитических измерений. Современная научная школа метрологического обеспечения газоаналитических измерений интенсивно развивалась с начала 70-х годов трудами таких ученых, как Коллеров Д.К., Конопелько Л.А., Нежиховский Г.Р., Кустиков Ю.А. и др.

За последние 10 лет значительно возросла численность газоаналитических приборов, применяемых для экологического контроля выбросов предприятий, транспортных средств, загрязнителей атмосферы городов и регулирования технологических процессов на предприятиях нефтегазовой, химической промышленности, энергетики. В настоящее время парк газоаналитической аппаратуры различного назначения, эксплуатируемой в РФ, насчитывает около 1 000 000 единиц.

Для обеспечения градуировки и поверки газоанализаторов требуется в год около 100 000 государственных стандартных образцов состава поверочных газовых смесей в баллонах под давлением (ГСО-ПГС 1-го разряда) различных типов, которые являются основным средством поверки газоаналитических приборов.

Для выпуска такого количества ГСО-ПГС по расчетам требуется около 30 заводов – производителей ГСО-ПГС, расположенных во всех регионах России. В настоящее время на территории страны функционирует 20 заводов, составляющих, по сути, специальную отрасль по промышленному выпуску ГСО-ПГС (далее - заводы отрасли).

Обеспечение соответствия метрологических характеристик выпускаемых ГСО-ПГС установленным требованиям (ГОСТ 8.578-2002 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в газовых средах»), в том числе обеспечение для одного потребителя сопоставимости результатов аттестации однотипных ГСО-ПГС, выпускаемых различными заводами отрасли, требует постоянного функционирования системы метрологического контроля (ГОСТ 8.315-97 «ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения»).

Существующие методы контроля качества ГСО-ПГС, основанные на сравнении результатов первичной аттестации с результатами повторной аттестации на конкретном заводе отрасли, периодическом сличении ГСО-ПГС с эталонами сравнения (ЭС), аттестованными на Государственном первичном эталоне единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах (ГЭТ 154-01), уже не обеспечивают требуемую достоверность,

требуют большой трудоемкости и больших финансовых затрат. Все чаще при проверке конкретного образца газоаналитического прибора с использованием однотипных ГСО-ПГС, полученных от разных заводов отрасли, недостаточно высокое качество ГСО-ПГС вызывает существенное увеличение брака поверки, кроме того, недостаточная сопоставимость результатов аттестации ГСО-ПГС приводит к необходимости арбитражных разбирательств.

Одним из путей повышения эффективности метрологического контроля продукции, выпускаемой всеми заводами отрасли, за счет уменьшения количества требуемых дорогостоящих ЭС, может быть создание и использование на заводах отрасли комплексов универсальной эталонной аппаратуры, обеспечивающих получение высокоточных ГСО-ПГС 0-го разряда. Достижение требуемой точности ГСО-ПГС 0-го разряда возможно только при применении гравиметрического метода дозирования газовых компонентов в баллон и аттестации ГСО-ПГС 0-го разряда по процедуре приготовления.

Использование на заводах высокоточных ГСО-ПГС 0-го разряда, аттестуемых расчетным методом, и возрастающий промышленный выпуск в масштабах страны ГСО-ПГС 1-го разряда остро ставят задачу повышения эффективности системы метрологического контроля продукции заводов отрасли на основе применения более рациональных, экономичных способов, обеспечивающих в то же время и высокую достоверность результатов контроля.

Цель и основные задачи работы

Цель диссертационных исследований заключалась в проведении комплекса теоретических и экспериментальных работ по совершенствованию методов контроля качества серийно выпускаемых стандартных образцов состава газовых смесей для наиболее распространенных типов ГСО-ПГС 0-го разряда и ГСО-ПГС 1-го разряда на основе CO , CO_2 , CH_4 , C_3H_8 и O_2 , которые составляют около 30 % от общего количества всех выпускаемых ГСО-ПГС. Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие задачи:

- провести анализ отечественной и международной нормативной документации, регламентирующей порядок разработки, применения и метрологического контроля промышленно выпускаемых стандартных образцов состава газовых смесей;

- сформулировать требования к комплексу метрологических характеристик ГСО-ПГС 0-го и 1-го разрядов, выпускаемых заводами отрасли, позволяющих проводить метрологический контроль за их выпуском на основе показателей повторяемости и воспроизводимости;

- разработать (взамен расчетных методов) газоаналитические способы и алгоритмы оценки случайной погрешности¹⁾ гравиметрической установки,

¹⁾ В диссертационной работе в основном используется привычная терминология погрешности измерения в соответствии с РМГ 29-99, так как диссертационная работа ориентирована на заводы отрасли внутри страны.

учитывающие разброс действительных значений молярной доли целевого компонента при приготовлении партии однотипных гравиметрических газовых смесей с одним номинальным значением;

- разработать номенклатуру и характеристики тестовых газовых смесей для обеспечения газоаналитического контроля универсальных гравиметрических установок на основе показателей повторяемости и воспроизводимости ГСО-ПГС 0-го разряда, выпускаемых заводами отрасли;

- сформулировать требования к нормативам на метрологические характеристики высокоточной газоаналитической аппаратуры, обеспечивающих ее применение для определения показателей повторяемости и воспроизводимости с использованием тестовых газовых смесей при метрологическом контроле промышленно выпускаемых ГСО-ПГС 0-го разряда, и способы достижения этих нормативов;

- на основе полученных результатов разработать нормативный документ, регламентирующий метрологический контроль промышленно выпускаемых ГСО-ПГС 0-го и 1-го разрядов.

Научная новизна

1. На основе классического и обобщенного методов наименьших квадратов, и метода Вальда разработан газоаналитический способ оценки случайной погрешности приготовления партии однотипных гравиметрических газовых смесей одного номинального значения, учитывающий разброс действительных значений молярной доли целевого компонента гравиметрических газовых смесей, входящих в состав партии. По критериям максимальной достоверности и минимальной трудоемкости определена оптимальность применения обобщенного метода наименьших квадратов для статистической обработки выходных сигналов высокоточной газоаналитической установки, соответствующих действительным значениям молярной доли целевого компонента гравиметрических газовых смесей.

2. С целью обеспечения газоаналитического контроля универсальных гравиметрических установок разработан и обоснован способ метрологического контроля всей номенклатуры типов ГСО-ПГС 0-го разряда на основе тестовой газовой смеси (оксид углерода в азоте) с номинальным значением молярной доли оксида углерода в диапазоне 2 – 20 %.

3. Экспериментально доказана возможность достижения при проведении ежегодного газоаналитического контроля гравиметрических установок заводов – производителей ГСО-ПГС 0-го разряда долговременной стабильности газоаналитической оптико-акустической установки на основе применения термобаростатирования и газового источника стабильных сигналов.

4. Разработаны для проведения метрологического контроля продукции заводов отрасли критерии соответствия ГСО-ПГС 0-го и 1-го разрядов установленным метрологическим характеристикам.

5. Разработаны рациональные способы и алгоритмы метрологического контроля продукции (ГСО-ПГС 0-го и 1-го разрядов) заводов отрасли, использующие вместо оценки суммарной погрешности показатели

повторяемости и воспроизводимости, позволяющие существенно уменьшить количество применяемых дорогостоящих эталонов сравнения, аттестуемых на Государственном первичном эталоне единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах (ГЭТ 154-01).

Положения, выносимые на защиту:

1. Результаты теоретических исследований по отдельному нормированию составляющих суммарной погрешности гравиметрической газовой смеси с целью оценки соответствия гравиметрических газовых смесей установленным метрологическим характеристикам на основе экспериментального способа контроля случайной погрешности газосмесительной гравиметрической установки.

2. Оптимальный способ оценивания СКО случайной погрешности газосмесительной гравиметрической установки путем определения на высокоточной газоаналитической установке рассеяния действительных значений молярной доли целевого компонента однотипных гравиметрических газовых смесей одного номинального значения с использованием обобщенного метода наименьших квадратов.

3. Результаты экспериментальных исследований метрологических характеристик специализированной высокоточной газоаналитической установки в условиях длительного интервала времени, доказывающие возможность обеспечения долговременной стабильности установки.

4. Критерии соответствия промышленно выпускаемых ГСО-ПГС 0-го и 1-го разрядов установленным метрологическим характеристикам на основе использования показателей повторяемости и воспроизводимости,

5. Методы метрологического контроля ГСО-ПГС, выпускаемых заводами отрасли, с применением тестовых газовых смесей на основе оксида углерода в азоте и высокоточной газоаналитической установки, обладающей долговременной стабильностью.

Практическая ценность работы

1. Разработанный газоаналитический способ оценки случайной погрешности гравиметрической установки с применением тестовых газовых смесей на основе CO/N_2 был использован для контроля за постоянством метрологических характеристик гравиметрической установки, входящей в состав эталонного газосмесительного комплекса А2 ГЭТ 154-01. Применение этого способа контроля обеспечило высокое качество ключевых сличений, проводимых в 2005 – 2008 гг, в том числе при участии автора: международные ключевые сличения ССQM-K52 « CO_2 в воздухе» (проводимые под эгидой Консультативного комитета по количеству вещества Международного Бюро Мер и Весов) - значение молярной доли CO_2 определено в пределах $\pm 0,09\%$ относительно гравиметрического значения, и СОOMET.QM-K3 «Автомобильные газы» (проводимые в рамках региональной метрологической организации КОOMET) - значения молярных долей компонентов газовых смесей определены в пределах $\pm 0,21\%$ относительно гравиметрических значений всех трех компонентов CO , CO_2 , и C_3H_8 в азоте.

2. Результаты проведенных теоретических исследований легли в основу нормативных документов, разработанных при участии автора:

- МИ 3063-2007 «Рекомендация. Государственная система обеспечения единства измерений. Методы контроля соответствия серийно выпускаемых стандартных образцов состава газовых смесей в баллонах под давлением установленным метрологическим характеристикам»,

- Хд 1.456.439 МИ-1 «Эталонный газосмесительный гравиметрический комплекс. Методика оценки среднего квадратического отклонения случайной погрешности гравиметрической установки»,

и были использованы в нормативном документе, разработанном при участии автора:

- ГОСТ 8.578-2008 «Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в газовых средах».

3. На основе разработанной МИ 3063-2007 в 2007 – 2008гг. проведен комплекс работ по созданию рабочего эталона 0-го разряда в ФГУ «Нижегородский ЦСМ».

4. Разработана и осуществляется в настоящее время программа на 2008 – 2009 гг. по внедрению МИ 3063-2007 для проведения контроля качества ГСО-ПГС 0-го и 1-го разрядов, выпускаемых всеми заводами отрасли.

5. Результаты проведенных теоретических и экспериментальных исследований были использованы в отчетах по постоянным метрологическим работам по ГЭТ 154-01 в соответствии с программами и календарными планами Ростехрегулирования по метрологическим исследованиям и работам в области физико-химических измерений на 2005 - 2008 гг. (госбюджетное финансирование по разделу 07 «Содержание эталонной базы ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева») и в межгосударственном стандарте ГОСТ 8.578-2008 «Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в газовых средах» в соответствии с программой национальной стандартизации (тема № 3.0.206-2.024.06).

6. Расчет экономической эффективности (интегрального эффекта и индекса эффективности) показал, что при внедрении метрологического контроля промышленно выпускаемых ГСО-ПГС 0-го и 1-го разряда затраты на контроль качества ГСО-ПГС 0-го и 1-го разрядов существенно сократятся за счет уменьшения количества используемых эталонов сравнения, аттестованных на Государственном первичном эталоне единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах (ГЭТ 154-01).

Апробация работы

Результаты работы докладывались:

- на 8 научных конференциях и семинарах, в том числе 2-х международных;

- на 2-х семинарах с участием потребителей ГСО-ПГС;

- на 2-х семинарах с участием заводов – производителей ГСО-ПГС.

Публикации

Материалы диссертации изложены в 8 публикациях, в том числе в рецензируемых ВАК ведущих научных журналах: «Измерительная техника», «Экологические системы и приборы», а также в трудах международных семинаров и всероссийских конференций.

Структура и объём работы. Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения, списка использованной литературы, приложения. Общий объём работы составляет 124 машинописных страниц, в том числе 21 рисунок, 15 таблиц.

В диссертации обобщены результаты исследований, выполненных автором в период с 2000 по 2008г.

СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении обоснована актуальность темы диссертационной работы, сформулирована цель работы. Описана структура диссертации.

В первой главе дано обоснование необходимости совершенствования методов метрологического контроля промышленно выпускаемых стандартных образцов состава газовых смесей. Проведен анализ промышленного выпуска ГСО-ПГС на территории Российской Федерации. Сформулирован подход к промышленно выпускаемым ГСО-ПГС на основе CO, CO₂, C₃H₈, CH₄ и O₂, объём выпуска которых составляет 30% от общего количества ГСО-ПГС, выпускаемых заводами отрасли, как к продукции всей совокупности заводов отрасли Российской Федерации. Рассмотрены недостатки существующих методов метрологического контроля промышленно выпускаемых ГСО-ПГС. Обоснована необходимость инструментализации контроля качества ГСО-ПГС и на этой основе разработки более эффективных способов метрологического контроля промышленно выпускаемых ГСО-ПГС. Проведен анализ процедур, регламентированных в ГОСТ Р ИСО 5725-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений», который показал возможность использования показателей повторяемости и воспроизводимости при разработке методов метрологического контроля ГСО-ПГС, выпускаемых заводами отрасли. С этой целью были сформулированы определения терминов «условия повторяемости» и «условия воспроизводимости» отличные от определений, данных в ГОСТ Р ИСО 5725: условия повторяемости – условия, при которых независимые результаты аттестации однотипных ГСО-ПГС получают на одном заводе отрасли, одним и тем же оператором, с использованием одних и тех же рабочих эталонов (для ГСО-ПГС 0-го разряда – гравиметрических установок, для ГСО-ПГС 1-го разряда – комплексов аналитической аппаратуры), за длительный промежуток времени; условия воспроизводимости – условия, при которых результаты аттестации однотипных ГСО-ПГС получают на разных заводах отрасли, разными операторами, с использованием разных рабочих эталонов (для ГСО-ПГС 0-го разряда – гравиметрических установок, для ГСО-ПГС 1-го разряда – комплексов аналитической аппаратуры).

Вторая глава посвящена теоретическим исследованиям погрешности эталонных газовых смесей. Рассмотрена процедура приготовления газовых смесей гравиметрическим методом, которая основана на дозировании в баллон исходных газов, измерении массы каждого дозированного компонента и расчете значения молярной доли целевого компонента, исходя из данных о массе, молярной массе и количественном составе исходного чистого газа. Алгоритм процедуры приготовления газовых смесей гравиметрическим методом представлен на рис. 1. Причинно-следственная диаграмма приготовления газовой смеси гравиметрическим методом представлена на рис. 2. Аттестация газовых смесей, приготовленных гравиметрическим методом, осуществляется по процедуре приготовления, то есть расчетным методом.

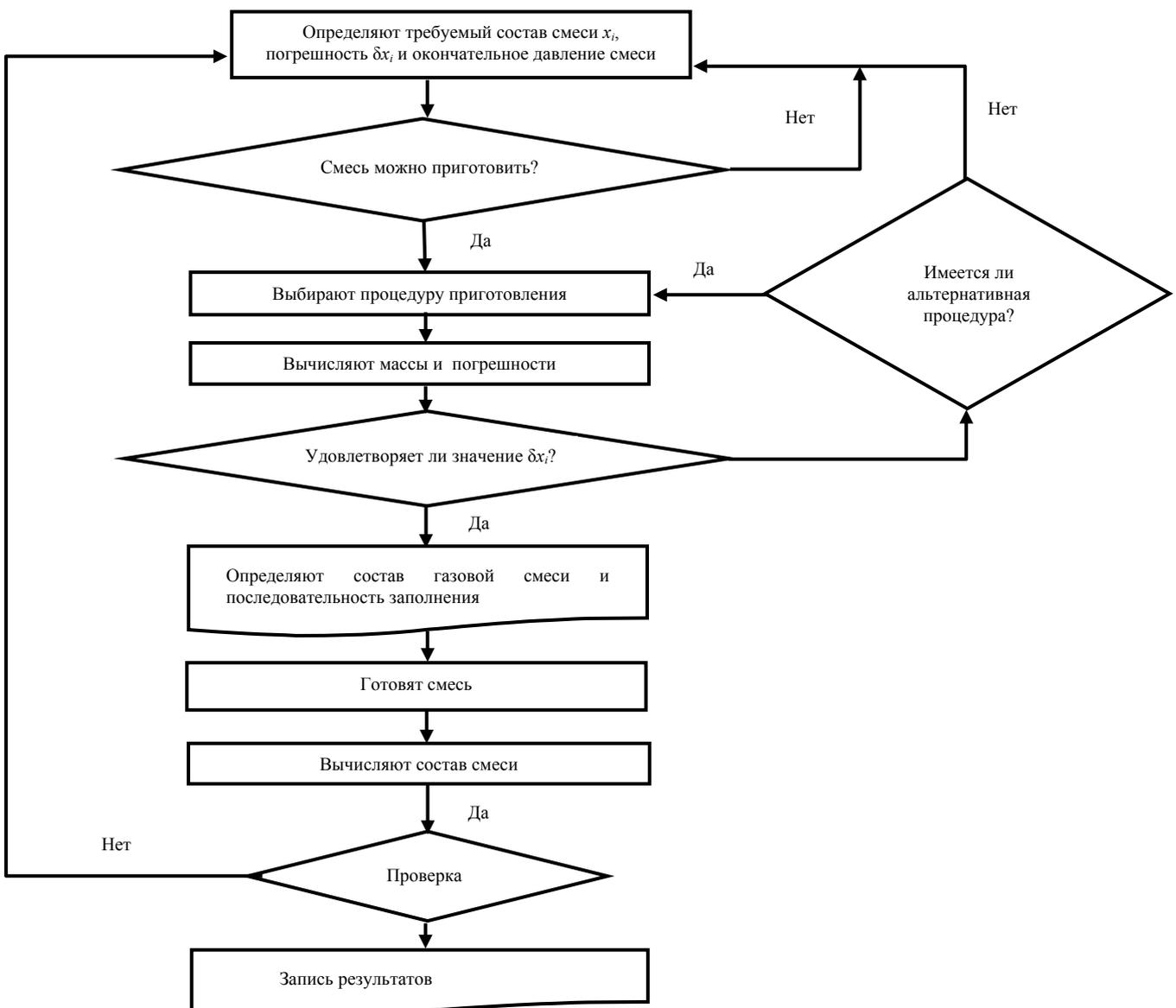


Рис. 1 – Алгоритм процедуры приготовления газовых смесей гравиметрическим методом.

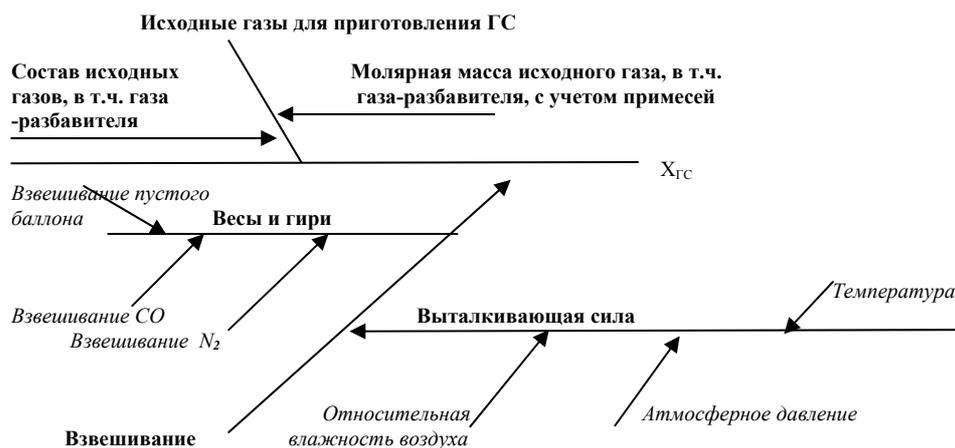


Рис. 2 - Диаграмма “причина-следствие” при приготовлении газовой смеси CO/N₂ по методу однократного разбавления.

Значение молярной доли компонентов в газовой смеси, приготовленной гравиметрическим методом, вычисляется по формуле:

$$x_i = \frac{\sum_{A=1}^p \left(x_{i,A} \cdot m_A / \sum_{i=1}^n x_{i,A} \cdot M_i \right)}{\sum_{A=1}^p \left(m_A / \sum_{i=1}^n x_{i,A} \cdot M_i \right)}$$

где x_i - значение молярной доли i -того компонента в газовой смеси, $i = 1, \dots, n$;

P - общее число исходных газов;

n - общее число компонентов в газовой смеси;

m_A - масса исходного газа A , определенная при взвешивании, $A = 1, \dots, P$;

M_i - молярная масса i -того компонента, $i = 1, \dots, n$;

$x_{i,A}$ - молярная доля i -того компонента $i = 1, \dots, n$, в исходном газе A , $A = 1, \dots, P$.

Проведен анализ всех источников и составлен бюджет погрешности аттестации по процедуре приготовления гравиметрической газовой смеси. Сформированы следующие группы погрешностей, являющиеся основными составляющими погрешности гравиметрической газовой смеси: погрешность аттестации примесей и целевого компонента в исходных чистых газах; погрешность, обусловленная механическими повреждениями поверхности баллона, абсорбцией/десорбцией на внешней поверхности баллона, физико-химическими взаимодействиями компонентов со стенками внутренней поверхности баллонов и между собой; погрешности гирь, используемых при измерении массы каждого компонента; случайная погрешность гравиметрической установки (ГУ), обусловленная изменениями, происходящими в самой ГУ, работой оператора, влиянием внешних факторов (давление, температура) в процессе взвешивания. Анализ указанных групп погрешностей для ГСО-ПГС 0-го разряда на основе CO, CO₂, CH₄, C₃H₈ или O₂ показал следующее: 1) погрешности аттестации исходных чистых газов могут быть минимизированы и условия, при которых они не превысят допустимых границ, могут быть обеспечены за счет централизованного выпуска исходных чистых газов и стандартизации методов их аттестации в соответствии с ГОСТ 8.578; 2) источники погрешности, вызываемые баллонами, могут быть минимизированы за счет централизованного выпуска баллонов, используемых

для эталонных газовых смесей, и стандартизации методов их контроля. В главе показано, что обеспечение качества ГСО-ПГС 0-го разряда при выпуске может быть осуществлено путем контроля только случайной погрешности ГУ и последующего проведения корректирующих действий. Это позволит при проведении контроля качества ГСО-ПГС 0-го разряда не использовать дорогостоящие эталоны сравнения (ЭС), а в основу контроля положить контроль показателей повторяемости и воспроизводимости.

Рассмотрены существующие методы аттестации ГСО-ПГС 1-го разряда, которые осуществляются с помощью газоаналитической аппаратуры: метод сличений при помощи компаратора, роль которого выполняет газоаналитическая аппаратура, метод прямых измерений содержания компонента в аттестуемой газовой смеси (ГСО-ПГС 1-го разряда) предварительно отградуированной газоаналитической аппаратурой. Проведен анализ всех источников и составлен бюджет погрешности аттестации ГСО-ПГС 1-го разряда, который включает в себя: погрешности эталонных газовых смесей; случайную погрешность газоаналитической аппаратуры; погрешность градуировочной характеристики газоаналитической аппаратуры, обусловленную нестабильностью газоаналитической аппаратуры, минимизация которой проводится путем корректировки, а также нелинейностью градуировочной характеристики газоаналитической аппаратуры; динамическую погрешность, т.е. случайную погрешность, обусловленную инерционными свойствами газоаналитической аппаратуры, при начале регистрации отсчетов до окончания переходного процесса. В результате анализа выявлено, что погрешность ГСО-ПГС 1-го разряда определяется в основном погрешностью эталонных газовых смесей, случайной погрешностью газоаналитической аппаратуры и при применении метода прямых измерений погрешностью градуировочной характеристики газоаналитической аппаратуры. В качестве эталонных газовых смесей могут применяться как ЭС, так и ГСО-ПГС 0-го разряда. Таким образом, для обеспечения качества ГСО-ПГС 1-го разряда необходимо контролировать качество ЭС или ГСО-ПГС 0-го разряда и инструментальные погрешности газоаналитической аппаратуры. В главе показано, что при обеспечении требуемых метрологических характеристик эталонных газовых смесей и применении узаконенных методик выполнения измерений качество ГСО-ПГС 1-го разряда целесообразно контролировать на основе показателей повторяемости и воспроизводимости.

В третьей главе излагаются результаты разработки рациональных способов метрологического контроля ГСО-ПГС, выпускаемых заводами отрасли, на основе использования показателей повторяемости и воспроизводимости, применения тестовых газовых смесей и применения высокоточной газоаналитической установки, обладающей долговременной стабильностью. В процессе разработки этих способов были решены следующие задачи:

- разработаны (взамен расчетных методов) газоаналитические способы и алгоритмы оценки случайной погрешности гравиметрической установки, учитывающие разброс действительных значений молярной доли целевого

компонента при приготовлении партии однотипных гравиметрических газовых смесей с одним номинальным значением;

- разработаны номенклатура и характеристики тестовых газовых смесей для обеспечения газоаналитического контроля универсальных гравиметрических установок на основе показателей повторяемости и воспроизводимости ГСО-ПГС 0-го разряда, выпускаемых заводами;

- сформулированы требования к нормативам на метрологические характеристики высокоточной газоаналитической аппаратуры, обеспечивающие ее применение для определения показателей повторяемости и воспроизводимости с использованием тестовых газовых смесей при метрологическом контроле промышленного выпуска ГСО-ПГС 0-го разряда, и способы достижения этих нормативов.

Основной трудностью оценки случайной погрешности приготовления партии однотипных гравиметрических газовых смесей (ГС) является невозможность достижения при приготовлении партии ГС одного номинального значения действительных значений молярной доли целевого компонента в ГС, разброс которых определялся бы только случайной погрешностью ГУ. При гравиметрическом методе разброс действительных значений определяется как случайной погрешностью ГУ, так и отклонениями действительных значений от номинального значения при дозировании исходных чистых газов в разные экземпляры баллонов. Показано, что в случае не расчетного, а экспериментального способа оценки случайной погрешности ГУ, необходимо применить методы статистической обработки выходных сигналов высокоточной газоаналитической установки, соответствующих разным действительным значениям молярной доли целевого компонента гравиметрических ГС в партии. В главе рассмотрены классический метод наименьших квадратов (МНК), обобщенный МНК с использованием критериев рекомендации ИСО 6143, метод Вальда. С целью выбора метода статистической обработки был проведен анализ возможности их применения, выявлены достоинства и недостатки методов. Анализ показал, что выбор оптимального метода может быть осуществлен только после проведения экспериментальных исследований на основе достаточно большого количества гравиметрических ГС. Для использования классического МНК и обобщенного МНК была проведена их адаптация, заключающаяся в нахождении выражений для обработки выходных сигналов высокоточной газоаналитической установки, соответствующих действительным значениям молярной доли целевого компонента однотипных гравиметрических ГС в партии. Были теоретически установлены условия применимости каждого метода статистической обработки выходных сигналов, зависящие от вида модели градуировочной характеристики применяемой высокоточной газоаналитической установки ($y = B \cdot x$ или $y = A + B \cdot x$), соотношения СКО случайной погрешности высокоточной газоаналитической установки и СКО случайной погрешности ГУ, объема партии гравиметрических ГС. Выражения для оценки СКО случайной погрешности ГУ представлены в таблице 1.

Для проведения экспериментальных исследований с целью выбора оптимального метода статистической обработки выходных сигналов было установлено:

- модель градуировочной характеристики аппаратуры должна соответствовать уравнению вида $y = A + B \cdot x$,
- погрешность аппаратуры Δy должна быть пренебрежимо мала по сравнению с погрешностью приготавливаемых для эксперимента однотипных гравиметрических газовых смесей Δx ($\Delta y \ll \Delta x$),
- количество однотипных гравиметрических ГС в партии должно быть не менее 30-ти для обеспечения достоверности результатов экспериментальных исследований,
- необходимость применения для метода Вальда четного числа однотипных гравиметрических ГС в партии.

В главе обоснована целесообразность применения гравиметрической газовой смеси на основе оксида углерода в азоте со значением молярной доли целевого компонента в интервале 2,0 – 2,9% и высокоточной оптико-акустической газоаналитической установки при проведении экспериментальных исследований с целью выбора оптимального метода статистической обработки. Оптимальность метода оценивается путем анализа экспериментальных результатов измерений по критериям максимальной достоверности и минимальной трудоемкости.

Как было показано в главе 2, основным фактором, определяющим качество ГСО-ПГС 0-го разряда, выпускаемых заводами, является случайная погрешность ГУ, обусловленная изменениями, происходящими в самой ГУ, работой оператора, влиянием внешних факторов в процессе взвешивания. Случайная погрешность ГУ не зависит от типа гравиметрической газовой смеси. Это дает возможность для нормирования и последующего контроля показателей повторяемости для каждого экземпляра заводского ГУ и воспроизводимости для совокупности ГУ всех заводов отрасли применять тестовую газовую смесь (ТГС) одного типа. Были установлены требования к СКО случайной погрешности высокоточной газоаналитической аппаратуры, в том числе при обеспечении ее долговременной стабильности, исходя из необходимости выполнения условия $\Delta y \ll \Delta x_{\text{ско}}$, где $\Delta x_{\text{ско}}$ - погрешность ГСО-ПГС 0-го разряда. Выбор типа ТГС и высокоточной газоаналитической аппаратуры проводился на основе совместного анализа особенностей ГС и возможности ее анализа с помощью высокоточной газоаналитической аппаратуры, обладающей требуемым СКО случайной погрешности, в том числе при обеспечении долговременной стабильности. Анализ показал, что установленным требованиям в части ТГС отвечает газовая смесь на основе оксида углерода в азоте, в части высокоточной газоаналитической аппаратуры - оптико-акустическая газоаналитическая установка.

Т а б л и ц а 1 - Выражения для оценки СКО случайной погрешности ГУ при применении различных методов статистической обработки выходных сигналов

№	Метод	Условия применимости	Методика расчета	Выражения для оценки СКО относительной случайной погрешности ГУ $S_o(x)$
1	Классический МНК	$y = B \cdot x$ $\Delta y \ll \Delta x$	$q_i = \frac{x_i}{y_i} - \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{x_i}{y_i}, i = 1, \dots, n$	$S_o(x) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n q_i^2} / \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{x_i}{y_i}$
2	Классический МНК	$y = A + B \cdot x$ $\Delta y \ll \Delta x$	$x_i = \frac{y_i}{B} - \frac{A}{B} + \Delta x_i, \Delta x_i = x_i - p y_i - r,$ $A = -r/p, B = 1/p.$ Определяем параметры $p, r: \left. \begin{aligned} p \sum_{i=1}^n y_i^2 + r \sum_{i=1}^n y_i &= \sum_{i=1}^n x_i y_i; \\ p \sum_{i=1}^n y_i + r n &= \sum_{i=1}^n x_i. \end{aligned} \right\}$	$S_o(x) = \sqrt{\sum_{i=1}^n \left(1 - \frac{p y_i + r}{x_i}\right)^2} / (n-2)$
3	Обобщенный МНК	$y = A + B \cdot x$ $\Delta y \leq \Delta x$	Задается $S(x)$. $Q = \sum_{i=1}^n \left(\frac{(A + B \bar{y}_i - x_i)^2}{S^2(x)} + \frac{(\bar{y}_i - y_i)^2}{S^2(y)} \right)$ Определяем значения A, B и $\bar{y}_i, i = 1, \dots, n$: $\left. \begin{aligned} nA + B \sum_{i=1}^n \bar{y}_i - \sum_{i=1}^n x_i &= 0; \\ A \sum_{i=1}^n \bar{y}_i + B \sum_{i=1}^n \bar{y}_i^2 - \sum_{i=1}^n \bar{y}_i x_i &= 0; \\ \frac{B(A + B \bar{y}_i - x_i)}{S^2(x)} + \frac{(\bar{y}_i - y_i)}{S^2(y)} &= 0, \quad i = 1, \dots, n. \end{aligned} \right\}$ $\bar{x}_i = A + B \bar{y}_i$	Находим $S_{\min}(x)$ из совокупности $S(x)$, при которых выполняются следующие условия для всех $i = 1, \dots, n$: $S(x) \geq A + B \bar{y}_i - x_i /2$ $S(y) \geq \bar{y}_i - y_i /2$ $S_o(x) = S_{\min}(x) / \bar{x},$ где $\bar{x} = \sum_{i=1}^n x_i / n.$
4	Метод Вальда	$y = A + B \cdot x$ $\Delta y \leq \Delta x$ - n - четное число ГС	$b = \left(\sum_{i=1}^{n/2} y_i - \sum_{i=n/2+1}^n y_i \right) / \left(\sum_{i=1}^{n/2} x_i - \sum_{i=n/2+1}^n x_i \right)$ $S_x^2 = \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 / n, \quad S_{xy} = \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y}) / n$ $\bar{x} = \sum_{i=1}^n x_i / n, \quad \bar{y} = \sum_{i=1}^n y_i / n$	$S_o(x) = \sqrt{\frac{n}{n-1} (S_x^2 - S_{xy}/b) / \bar{x}}$
<p>Примечание: A, B - коэффициенты градуировочной характеристики высокоточной газоаналитической аппаратуры, Δy - погрешность высокоточной газоаналитической аппаратуры, Δx - погрешность гравиметрической ГС, y_i - значение выходного сигнала высокоточной газоаналитической аппаратуры при измерении i-й ГС; x_i - действительное значение молярной доли i-й ГС; n - количество ГС, \bar{x}_i - оценка действительного значения молярной доли i-й ГС, \bar{y}_i - оценка i-го выходного сигнала.</p>				

В главе проведен анализ источников погрешности оптико-акустической газоаналитической установки с целью разработки способов их минимизации. При этом показано, что для достижения минимального значения СКО

случайной погрешности необходим высокоточный контроль давления и температуры анализируемой газовой смеси. Специфика метрологического контроля продукции заводов требует обеспечения сохранности метрологических характеристик установки в течение всего времени проведения метрологического контроля (10 – 12 месяцев). Обеспечение этого требования возможно при условии периодической корректировки градуировочной характеристики установки, компенсирующей аддитивные и мультипликативные погрешности, возникающие за счет дрейфов нуля и чувствительности, влияния давления и температуры окружающей среды. При этом погрешность корректировки должна иметь пренебрежимо малую величину, а требование к СКО случайной погрешности должно выполняться в течение длительного интервала времени. Для обеспечения долговременной стабильности этой установки предложено использовать в качестве газовых источников стабильных сигналов газовые смеси на основе CO, N₂O, CF₄, хранящиеся в специализированных баллонах объемом 40 – 50 л. Выбор этих компонентов основан на анализе спектров поглощения в ИК диапазоне и совпадении полос поглощения этих газов с полосой поглощения целевого компонента в ТГС.

Четвертая глава посвящена экспериментальным исследованиям разработанных рациональных способов метрологического контроля ГСО-ПГС, выпускаемых заводами отрасли. Для проведения экспериментальных исследований была изготовлена и введена в действие специализированная высокоточная газоаналитическая установка на основе многофункциональной оптико-акустической установки типа «АЭРОНИКА-5», предназначенной для аттестации газовых смесей, содержащих CO, CO₂, CH₄, C₃H₈ и C₆H₁₄. Достижение минимального значения СКО случайной погрешности специализированной высокоточной газоаналитической установки обеспечивается за счет:

- контроля абсолютного давления в рабочей кювете установки с помощью цифрового барометра DPI 740 с диапазоном измерений абсолютного давления от 3,5 до 130 кПа (пределы допускаемой основной погрешности ± 15 Па). Поддержание заданного абсолютного давления (на уровне ± 5 Па) осуществляется путем регулирования расхода ГС на выходе установки вентилем тонкой регулировки;

- контроля температуры ГС в рабочей кювете установки с помощью температурного датчика LM35 (нестабильность датчика при +150 °С за 1000 час не превышает ± 0.08 °С) совместно с аналого-цифровым преобразователем ADAM-4012, выводящим данные на персональный компьютер.

С целью обеспечения долговременной стабильности в состав установки был включен в качестве газового источника стабильных сигналов специализированный баллон с реперной ГС. Структурная схема специализированной высокоточной газоаналитической установки приведена на рис. 3.

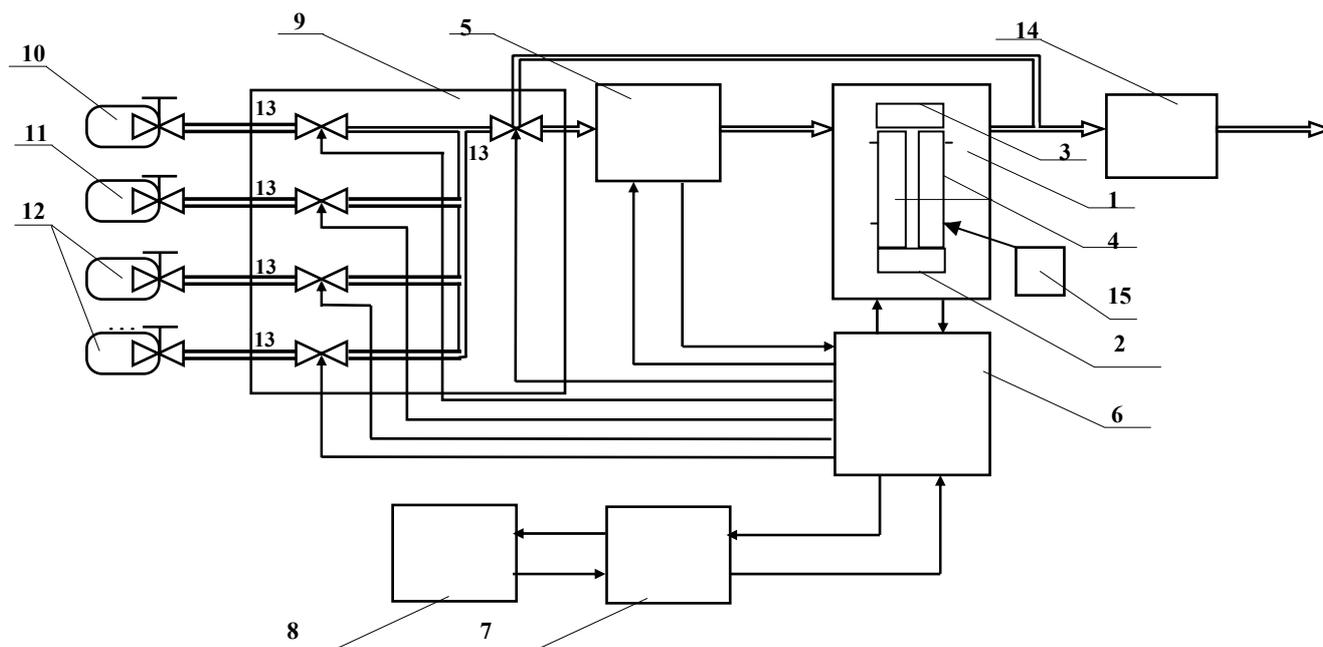


Рис. 3. Структурная схема специализированной высокоточной газоаналитической установки.

1 – Высокоточный многофункциональный газоанализатор; 2 – блок оптико-акустических приемников; 3 – источник излучения; 4 – рабочая и сравнительная кюветы; 5 – устройство подготовки и стабилизации параметров пробы; 6 – микропроцессорный контроллер; 7 – персональный компьютер; 8 – печатающее устройство; 9 – блок электропневмоклапанов; 10 – баллон с нулевым газом; 11 – ГИСС; 12 – баллоны с однотипными гравиметрическими ГС; 13 – электропневмоклапаны; 14 – средство контроля давления; 15 – средство контроля температуры

Экспериментальные исследования установки с целью определения СКО ее случайной погрешности проводились с использованием ранее выбранных в качестве тестовой газовой смеси трех экземпляров гравиметрической ГС на основе оксида углерода в азоте (CO/N_2) со значением молярной доли целевого компонента 2,5 %. Полученное значение СКО относительной погрешности результатов единичных измерений, которое составило для каждого экземпляра тестовой газовой смеси 0,02 % (при проведении 10 единичных измерений в ряду измерений), удовлетворило разработанным в главе 3 требованиям к СКО случайной погрешности высокоточной газоаналитической аппаратуры в условиях короткого интервала времени.

В соответствии с разработанными в главе 3 требованиями к проведению экспериментальных исследований с целью выбора оптимального метода статистической обработки на эталонном гравиметрическом газосмесительном комплексе, входящем в состав государственного первичного эталона ГЭТ 154-01, были приготовлены однотипные гравиметрические ГС в количестве 30 экземпляров ($n = 30$) - газные смеси CO/N_2 с номинальным значением молярной доли целевого компонента 2,5 %. С помощью специализированной высокоточной оптико-акустической газоаналитической установки, градуировочная характеристика которой на используемом участке имеет вид $y = A + B \cdot x$, были получены выходные сигналы (в результате получения 10-кратных откликов на выходе установки на каждую ГС), соответствующие

действительным значениям молярной доли целевого компонента однотипных ГС. Далее, полученные выходные сигналы были обработаны всеми методами. Результаты экспериментальных исследований, представленные в п.1 таблицы 2, подтвердили возможность применения любого из 3-х методов (при $y = A + B \cdot x$) для нахождения выражения оценки СКО случайной погрешности ГУ при $n \geq 30$. Анализ экспериментальных результатов измерений по критериям максимальной достоверности и минимальной трудоемкости показал, что оптимальным методом является обобщенный МНК, т.к. уменьшение количества гравиметрических ГС ($n=10$) (п.2 таблицы 2) не влияет на достоверность получаемой величины СКО случайной погрешности ГУ.

Т а б л и ц а 2 – Значения СКО относительной случайной погрешности ГУ

N П	n, экземп ляров	Классический МНК		Обобщенный МНК	Метод Вальда
		$y = B \cdot x$	$y = A + B \cdot x$		
1	30	0,320%	0,060%	0,054%	0,062%
2	10	0,640%	0,043%	0,053%	0,094%

Для определения СКО случайной погрешности установки на длительных интервалах времени проведены экспериментальные исследования установки с автоматизированной корректировкой градуировочной характеристики по газовым источникам стабильных сигналов (ГИСС) - газовым смесям на основе CO, N₂O, CF₄, хранящимся в специализированных баллонах объемом 40 – 50 л. Исследования показали, что выходные сигналы установки, соответствующие выходному сигналу от целевого компонента тестовой газовой смеси, должны соответствовать следующим значениям молярной доли целевого компонента в выбранных реперных ГС: CO/N₂ со значением молярной доли целевого компонента 2,5 %, N₂O/N₂ со значением молярной доли целевого компонента 6,4 %, чистый газ CF₄ со значением молярной доли 99,3 %. Экспериментальные исследования проводились в течение одного года. Результаты экспериментальных исследований представлены в таблице 3. Анализ результатов показал, что применение в качестве газового источника стабильных сигналов газовой смеси CO/N₂ в металлокомпозитном баллоне (объемом 50 л) под давлением со значением молярной доли целевого компонента 2,5 % для обеспечения долговременной стабильности специализированной высокоточной газоаналитической установки позволит обеспечить требуемое значение СКО результатов единичных измерений в условиях длительного интервала времени.

Т а б л и ц а 3 – Значения СКО относительной погрешности результатов единичных измерений в условиях длительного интервала времени при обеспечении долговременной стабильности специализированной газоаналитической установки с применением различных ГИСС

№ п	ГИСС	Значение СКО относительной погрешности результатов единичных измерений, %
1	CO/N ₂ 2,50 %	0,04
2	N ₂ O/N ₂ 6,40 %	0,25
3	CF ₄ 99,30 %	0,30

Пятая глава посвящена разработке нормативного документа МИ 3063-2007 «Рекомендация. Государственная система обеспечения единства измерений. Методы контроля соответствия серийно выпускаемых стандартных образцов состава газовых смесей в баллонах под давлением установленным метрологическим характеристикам». Определена область распространения нормативного документа - проведение метрологического контроля наиболее распространенных типов ГСО-ПГС 0-го и 1-го разрядов на основе CO, CO₂, C₃H₈, CH₄, O₂ в газе – разбавителе в диапазоне содержания целевого компонента 0,1 – 100 %. Для проведения метрологического контроля ГСО-ПГС 0-го разряда с целью нормирования и последующего контроля показателей повторяемости для каждого экземпляра заводского ГУ и воспроизводимости совокупности ГУ всех заводов отрасли разработаны алгоритмы проведения метрологического контроля и критерии соответствия ГСО-ПГС 0-го разряда установленным метрологическим характеристикам на основе использования показателей повторяемости и воспроизводимости. В главе обоснованы разработанные критерии соответствия ГСО-ПГС 1-го разряда установленным метрологическим характеристикам на основе использования показателей повторяемости и воспроизводимости необходимостью существенного уменьшения брака поверки газоаналитических приборов. Представленный в главе алгоритм метрологического контроля промышленно выпускаемых ГСО-ПГС 0-го разряда включает:

- определение пределов повторяемости r и воспроизводимости R значений молярной доли целевого компонента однотипных ТГС с применением специализированной высокоточной газоаналитической установки и проверку их соответствия установленным пределам допускаемой погрешности;

- проверку приемлемости значений молярной доли целевого компонента однотипных ТГС, полученных в условиях повторяемости и воспроизводимости, с применением специализированной высокоточной газоаналитической установки;

- контроль правильности значений молярной доли целевого компонента ГСО-ПГС 0-го разряда различных типов.

Разработанные критерии соответствия ГСО-ПГС 0-го и 1-го разрядов установленным метрологическим характеристикам представлены в таблице 4.

Т а б л и ц а 4 - Критерии соответствия ГСО-ПГС 0-го и 1-го разрядов установленным метрологическим характеристикам

№ п	Критерии	ГСО-ПГС 0-го разряда		ГСО-ПГС 1-го разряда	
		Условия повторяемости	Условия воспроизводимости	Условия повторяемости	Условия воспроизводимости
	Определение пределов повторяемости r и воспроизводимости R	$r = 2.8 \cdot \sigma_r$	$R = 2.8 \cdot \sigma_R$	$r = 2.8 \cdot \sigma_r$	$R = 2.8 \cdot \sigma_R$
		σ_r, σ_R – СКО случайной погрешности приготовления однотипных ПГС, полученные в условиях повторяемости и воспроизводимости соответственно.		σ_r, σ_R – СКО случайной погрешности приготовления однотипных экземпляров ГСО-ПГС 1-го разряда, полученные в условиях повторяемости и воспроизводимости соответственно.	
1	Критерии соответствия определенных r и R установленным пределам допускаемой погрешности	$r \leq 0.85\Delta_{ПГС}$,	$R \leq \Delta_{ПГС}$	$r \leq 0.85\Delta_{ГСОi}$,	$R \leq \Delta_{ГСОi}$
		$\Delta_{ПГС}$ - предел допускаемой погрешности ПГС.		$\Delta_{ГСОi}$ - предел допускаемой погрешности i-го типа ГСО-ПГС.	
2	Критерии приемлемости значений молярной доли целевого компонента однотипных ПГС, полученных в условиях повторяемости и воспроизводимости	$q_{n_k} \leq r$ - приемлемо $r < q_{n_k} \leq 0.85\Delta_{ПГС}$ - сомнительно $q_{n_k} > 0.85\Delta_{ПГС}$ - не приемлемо, где статистика* $q_{n_k} = \frac{2.8}{f(n_k)} b_1 - b_{n_k} $	$p_m \leq R$ - приемлемо $R < p_m \leq \Delta_{ПГС}$ - сомнительно $p_m > \Delta_{ПГС}$ - не приемлемо, где статистика* $p_m = \frac{2.8}{f(m)} a_1 - a_m $	$q_{n_k} \leq r$ - приемлемо $r < q_{n_k} \leq 0.67\Delta_{ГСОj}$ - сомнительно $q_{n_k} > 0.67\Delta_{ГСОj}$ - не приемлемо, где статистика* $q_{n_k} = \frac{2.8}{f(n_k)} b_1 - b_{n_k} $	$p_m \leq R$ - приемлемо $R < p_m \leq \Delta_{ГСОj}$ - сомнительно $p_m > \Delta_{ГСОj}$ - не приемлемо, где статистика* $p_m = \frac{2.8}{f(m)} a_1 - a_m $
3	Критерий правильности значений молярной доли целевого компонента в ГСО-ПГС различных типов	$ D_j \leq U(D_j)$, где $D_j = X_{ПЭj} - X_{ГЭTj}$, $U(D_j) = k \cdot u(D_j)$, $u(D_j) = \sqrt{u_{ПЭj}^2 + u_{ГЭTj}^2}$, где $u_{ПЭj} = \Delta_{ГСОj}/3$, $\Delta_{ГСОj}$ - предел допускаемой погрешности содержания j-го целевого компонента в ГСО-ПГС, $k = 2$ - коэффициент охвата (соответствует вероятности охвата 0,95). $X_{ПЭj}$ - содержание j-го целевого компонента, указанное в паспорте, где j - порядковый номер целевого компонента ГСО-ПГС, $X_{ГЭTj}$ - содержание j-го целевого компонента экземпляра ГСО-ПГС, определенное на эталонных комплексах ГЭТ 154-01, $u_{ГЭTj}$ - стандартная неопределенность определения содержания $X_{ГЭTj}$ на эталонном комплексе ГЭТ 154-01.			

Окончание таблицы

* $f(m)$ - коэффициент критического диапазона, значения которого приведены в таблице ГОСТ Р ИСО 5725-6, $a_1 = \min y_i (i = 1, \dots, m)$, $a_m = \max y_i (i = 1, \dots, m)$, где $y_i, i = 1, \dots, m$, - выходные сигналы прибора, где $m = \sum_{k=1}^p n_k$ - число экземпляров ТГС (ГСО-ПГС 1-го разряда), n_k - объем партии ТГС (экземпляров ГСО-ПГС 1-го разряда), приготовленной на ГУ k -го завода (аттестованный на РЭ 1-го разряда k -го завода), p - количество заводов, выпускающих ГСО-ПГС 0-го разряда (ГСО-ПГС 1-го разряда), $f(n_k)$ - коэффициент критического диапазона, значения которого приведены в таблице 1 ГОСТ Р ИСО 5725-6, $b_1 = \min y_i (i = 1, \dots, n_k)$, $b_{n_k} = \max y_i (i = 1, \dots, n_k)$, где $y_i, i = 1, \dots, n_k$

В главе приведены результаты внедрения МИ 3063-2007 для контроля качества ГСО-ПГС 0-го разряда, выпускаемых заводами отрасли, и исследований метрологических характеристик гравиметрической установки при создании нового рабочего эталона 0-го разряда в ФГУ «Нижегородский ЦСМ».

ЗАКЛЮЧЕНИЕ:

В результате выполнения диссертационной работы получены следующие основные результаты:

1. На основе анализа отечественной и международной нормативной документации, регламентирующих порядок разработки, применения и метрологического контроля промышленно выпускаемых стандартных образцов состава газовых смесей, обоснована необходимость разработки более рациональных, экономичных и достоверных способов метрологического контроля ГСО-ПГС, выпускаемых заводами отрасли, и сформулированы требования к комплексу метрологических характеристик ГСО-ПГС 0-го и 1-го разрядов, позволяющие проводить метрологический контроль ГСО-ПГС на основе показателей повторяемости и воспроизводимости.

2. На основе классического и обобщенного методов наименьших квадратов, и метода Вальда разработан и исследован газоаналитический способ оценки случайной погрешности приготовления партии однотипных гравиметрических газовых смесей одного номинального значения, учитывающий разброс действительных значений молярной доли целевого компонента гравиметрических газовых смесей, входящих в состав партии. По критериям максимальной достоверности и минимальной трудоемкости обосновано применение при проведении метрологического контроля ГСО-ПГС обобщенного метода наименьших квадратов.

3. Разработан и обоснован способ метрологического контроля около 40 типов ГСО-ПГС 0-го разряда в диапазоне значений молярной доли целевых компонентов 0,1 – 99,4 %, выпускаемых с помощью семи универсальных гравиметрических установок, функционирующих на заводах отрасли, расположенных в Центральном, Северо-Западном, Приволжском, Уральском и Сибирском регионах России, на основе тестовой газовой смеси - оксид

углерода в азоте с номинальным значением молярной доли оксида углерода в диапазоне 2 – 20%.

4. Достигнута возможность обеспечения долговременной стабильности высокоточной газоаналитической оптико-акустической установки на основе применения термобаростатирования и газового источника стабильных сигналов (ГИСС), которая позволяет проводить газоаналитический контроль гравиметрических установок заводов – производителей ГСО-ПГС 0-го разряда в условиях длительного (около года) интервала времени. Значение СКО относительной погрешности результатов единичных измерений в условиях длительного интервала времени при обеспечении долговременной стабильности специализированной газоаналитической установки с применением в качестве ГИСС CO/N_2 2,5% составило 0,04%.

5. Разработаны критерии соответствия промышленно выпускаемых ГСО-ПГС 0-го и 1-го разрядов установленным метрологическим характеристикам на основе использования показателей повторяемости и воспроизводимости, позволяющие уменьшить брак поверки газоаналитических приборов в 2,5 раза.

6. На основе критериев соответствия промышленно выпускаемых ГСО-ПГС 0-го и 1-го разрядов установленным метрологическим характеристикам разработаны способы метрологического контроля ГСО-ПГС, выпускаемых заводами отрасли, с применением тестовых газовых смесей на основе оксида углерода в азоте и высокоточной газоаналитической установки, обладающей долговременной стабильностью.

7. Проведен расчет экономической эффективности от внедрения разработанной МИ 3063-2007 «Рекомендация. Государственная система обеспечения единства измерений. Методы контроля соответствия серийно выпускаемых стандартных образцов состава газовых смесей в баллонах под давлением установленным метрологическим характеристикам», показывающий, что использование при контроле качества промышленно выпускаемых ГСО-ПГС 0-го и 1-го разрядов показателей повторяемости и воспроизводимости позволяет существенно сократить затраты на контроль качества ГСО-ПГС, что подтверждается полученным положительным интегральным эффектом и индексом эффективности, равным 5.

8. За счет внедрения (вместо расчетного метода) газоаналитического способа оценки случайной погрешности эталонной гравиметрической установки, входящей в состав ГЭТ 154-01, с применением тестовых газовых смесей на основе CO/N_2 обеспечено значительное уменьшение трудоемкости работ, выполняемых для контроля метрологических характеристик установки в процессе эксплуатации и приготовления эталонных газовых смесей, в том числе для обеспечения участия в международных ключевых сличениях.

Совокупность полученных результатов содержит решение актуальной задачи совершенствования методов контроля качества серийно выпускаемых стандартных образцов состава газовых смесей для наиболее распространенных

типов ГСО-ПГС 0-го разряда и ГСО-ПГС 1-го разряда, составляющих около 30% общего количества всех выпускаемых ГСО-ПГС.

По теме диссертации опубликованы следующие работы:

1. МИ 3063-2007 «Рекомендация. Государственная система обеспечения единства измерений. Методы контроля соответствия серийно выпускаемых стандартных образцов состава газовых смесей в баллонах под давлением установленным метрологическим характеристикам» (авт. Л.А. Конопелько, А.Э. Фридман, А.В. Колобова)

2. Конопелько Л.А., Колобова А.В., Селюков Д.Н., Фридман А.Э. Пути повышения точности аттестации гравиметрических эталонных газовых смесей
Ways of Increasing Accuracy of Certification of Gravimetric Standard Gas Mixtures // Измерительная техника. 2007. № 2. С 33 - 36

3. Колобова А.В., Селюков Д.Н. Метрологическое обеспечение контроля выбросов автотранспортных средств // Экологические системы и приборы. ООО Издательство «Научтехлитиздат», 2007. № 6, , С. 47-52

4. Конопелько Л.А. Колобова А.В. Современные требования к газоаналитическим приборам контроля выбросов автомобильного транспорта и к средствам их метрологического обеспечения // Тезисы докладов научно-практической конференции «45 лет Смоленскому производственному объединению «Аналитприбор». Достижения и направления развития, СПб. 2005, С.17 – 19

5. Конопелько Л.А., Колобова А.В., Ананьин В.Н., Ивлев С.А., Ключец А.С. Сличения эталона единиц молярной доли водорода, оксида углерода, метана, кислорода в азоте с государственным первичным эталоном России // Метрология и приборостроение. Госстандарт Республики Беларусь, БелГИМ, 2004, №3(26), С. 6-11.

6. Конопелько Л.А., Кустиков Ю.А., Колобова А.В. Метрологическое обеспечение технических регламентов // Мир измерений. Изд. РИА «Стандарты и качество». 2006. №10, С. 7-10.

7. Конопелько Л.А., Колобова А.В., Селюков Д.Н., Фридман А.Э. Пути повышения точности аттестации гравиметрических эталонных газовых смесей
Ways of Increasing Accuracy of Certification of Gravimetric Standard Gas Mixtures// Международный научно-технический семинар «Математическая, статистическая и компьютерная поддержка качества измерений», Санкт-Петербург, 28-30 июня 2006, С. 136-139

8. Анистратов О.В., Колобова А.В., Нежиховский Г.Р. Система менеджмента качества как перспективный путь повышения доверия к стандартным образцам// Тезисы докладов Всероссийской конференции с международным участием «Стандартные образцы в измерениях и технологиях», Екатеринбург, Россия, 15 – 19 мая 2006, С 118.

Подготовлено к печати 29.07.08
Объем 0,99 п.л. Заказ № _____

Формат 60x90 1/16
Тираж 100 экз

Ротапринт ВНИИМ