

ИССЛЕДОВАНИЕ ПОГРЕШНОСТИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССЫ СЫПУЧИХ МАТЕРИАЛОВ

Галина Вячеславна Симонова

Сибирский государственный университет геосистем и технологий, 630108, г. Новосибирск, ул. Плахотного, 10, кандидат технических наук, доцент кафедры специальных устройств, инноватики и метрологии, тел. (913)724-67-47, e-mail: simgal@list.ru

Статья посвящена оценке погрешности определения массы навески сыпучих материалов при использовании значений их насыпной плотности. Именно точность результатов измерений необходима во многих сферах деятельности для обеспечения эффективности и безопасности технологических процессов, а также повышения качества продукции. Актуальность данной работы связана с оценкой неизбежных отклонений значений насыпной плотности одного и того же материала в заданном объёме в результате не контролируемого фракционного состава навески сыпучего материала. Как следствие этих отклонений возникнет погрешность определения массы образца заданного объёма, даже если этот объём является однозначно определённой величиной. В работе приведены результаты исследований влияния фракционного состава сыпучих материалов на определение их массы при косвенном методе измерений. Выявлено существенное влияние фракционного состава сыпучих материалов на погрешность косвенного метода определения массы навески. Показана, необходимость фракционного контроля состава сыпучих материалов при разработке контрольных операций технологических процессов, а также ограничения применения насыпной плотности при повышенных требованиях к точности определения массы навески.

Ключевые слова: насыпная плотность, погрешность, масса материала, фракция, навеска, проба.

INVESTIGATION OF MEASUREMENT ACCURACY IN DETERMINING THE MASS OF BULK MATERIALS

Galina V. Simonova

Siberian State University of Geosystems and Technologies, 10, Plakhotnogo St., Novosibirsk, 630108, Russia, Ph. D., Associate Professor Department of Special-purpose Devices, Innovatics and Metrology, phone: (913)724-6747, e-mail: simgal@list.ru

The article is devoted to the assessment the error in determining the mass of a sample bulk materials when using the values of their bulk density. Precisely the accuracy of measurement results is necessary in many fields of activity to ensure the efficiency and safety of technological processes, as well as improving product quality. The relevance of this work is associated with the assessment of the inevitable deviations of the bulk density the same material in a given volume as a result of an uncontrolled fractional composition of a sample of bulk material. As a consequence of these deviations, an error arises in determining the mass of a sample of a given volume, even if this volume is an uniquely determined quantity. The paper presents the results of studies of the influence of the fractional composition of bulk materials on the determination of their mass in the indirect measurement method. A significant effect of the fractional composition of bulk materials on the error of the indirect method for determining the mass of the sample was revealed. It is shown, that there is a need for fractional control of the composition of bulk materials in the development of control operations

of technological processes, as well as restrictions on the use of bulk density with increased requirements for the accuracy of determining the mass of a sample.

Key words: bulk density, inaccuracy, mass of material, fraction, test, sample.

Введение

Одной из задач метрологического обеспечения страны является обеспечение выполнения условий для проведения точных измерений, а также оптимального расхода сырьевых и иных ресурсов. Гарантия достоверности результатов измерений не только позволяет решать конкретные прикладные задачи, но и обеспечивает качество выпускаемой продукции, а иногда и безопасность производственного персонала (например, при производстве оборонной или фармацевтической продукции или при дозировке медицинских препаратов).

Очень часто именно в перечисленных сферах деятельности точность результатов измерений определяет возможность проведения технологического процесса или обеспечивает возможность эффективного использования продукции [1]. Однако далеко не всегда определение параметров объекта исследований или контроля реализуется посредством прямых измерений, да и косвенные измерения часто бывают методически уязвимы. К таким видам измерений, в частности, относится определение массы сыпучих материалов через плотность и объём. Более того, для сыпучих материалов используется не плотность монолитного образца, а некоторая статистическая характеристика, которая получила название насыпной плотности.

Актуальность данной работы связана с оценкой неизбежных отклонений значений насыпной плотности одного и того же материала в заданном объёме в результате не контролируемого фракционного состава навески сыпучего материала. Как следствие этих отклонений возникнет погрешность определения массы образца заданного объёма, даже если этот объём является однозначно определённой величиной.

Методы и материалы

Степень дисперсности и однородности (гранулометрический состав) сыпучих материалов определяется наличием в навеске частиц разных размеров. Размер частиц гранулированных и порошкообразных материалов может измеряться в миллиметрах или микронах. Доля частиц определенного размера в данном количестве материала определяет его степень дисперсности и выражается в процентах. Однородность материала характеризуется разницей размеров отдельных частиц. Чем ближе частицы по размерам, тем однороднее материал и тем удобнее перерабатывать его в изделия [2].

Насыпная плотность является одной из важных характеристик порошкообразных материалов и используется для контроля состава формовочных масс разных партий. Этот параметр определяется отношением массы навески к ее объему и выражается в г/см^3 . Для сыпучих материалов насыпная плотность зависит от

формы и размеров отдельных частиц (гранулометрического состава), влажности, объёмной плотности, шероховатости и других факторов.

Плохая сыпучесть приводит к неравномерности распределения фракций состава навески, что нарушает точность объёмного дозирования. Как следствие нарушаются режимы переработки и увеличивается доля бракованных изделий. Оптимальным значением насыпной плотности конструкционных термопластичных материалов принято считать 600-800 кг/м³ [2].

Рост влажности материала приводит к увеличению насыпной плотности, что обусловлено скоплением влаги между частицами или в порах частиц [3].

Проведенные исследования связаны с оценкой погрешности определения массы при использовании косвенного метода её контроля через насыпную плотность, поскольку флуктуации массы навески могут существенно изменять результаты определения насыпной плотности. В данной работе эксперименты проводились с порошками промышленно выпускаемых синтетических материалов полипропилен марки 01030 и пластик марки АБС-2525-31 (ТУ 2214-043-05762341-2014). Полипропилен изготавливается в виде гранул (или порошка) с насыпной плотностью от 0,4 – до 0,5 г/см³. Размер гранул полипропилена варьируется от 2 до 5 мм. Однако действующие стандарты на поставку данной продукции допускают размер гранул до 8 мм. Допустимо спекание гранул полипропилена, но не более трех штук.

АБС пластик имеет те же допустимые размеры гранул от 2 мм до 5 мм, но допускается не более 1 % гранул размером от 5 до 8 мм и не более 1 % гранул размером от 1 до 2 мм.

Для определения объёма сыпучих материалов использовался мерный цилиндр заданного объёма (в данном случае 168,15 см³). Для определения массы полученной навески использовались аналитические весы [4].

Следует предположить, что насыпная плотность при заданном объёме будет зависеть от фракционного состава навески. Для разделения навески на фракции применялась стандартная методика и набор специальных лабораторных сит. Оценка распределения навески материала по фракциям осуществлялось просевом материала через набор стандартных сит [5], размеры ячеек которых последовательно менялись. Масса остатка вещества на каждом сите определялась взвешиванием.

Результаты

Экспериментальные результаты распределения по фракциям навески полипропилена приведены в табл. 1.

В табл. 2 приведены экспериментальные результаты распределения по фракциям материала АБС-пластик.

Полученные результаты показывают существенное фракционное отличие исследуемых материалов. При одинаковых требованиях по допустимым размерам гранул разный процент распределения по фракциям должен влиять на погрешность определения массы отдельной навески. Для проверки этого предпо-

ложения были проведены эксперименты по определению массы навески одного и того же материала, полученной насыпным методом [6]. Для формирования навески использовался стандартный цилиндр известного объёма (рис. 1) и аналитические весы AP210 (Ohaus, класс точности 2, рис. 2). Результаты определения массы цилиндра представлены в табл. 3.

Таблица 1

Распределение по фракциям навески полипропилена

Диаметр ячеек сита, мм	4,0	3,0	2,5	2,0	1,5
Исходное количество материала, г	50,020	42,465	0,880	0,025	—
Остаток материала в сите, г	7,540	41,585	0,850	0,025	—
Материал последующих фракций, г	42,480	0,880	0,030	0,000	—
Доля фракции в навеске, %	15,00	83,00	1,70	0,04	—

Таблица 2

Распределение по фракциям навески материала АБС-пластик

Диаметр ячеек сита, мм	4,0	3,0	2,5	2,0	1,5
Исходное количество материала после отсева, г	50,020	49,250	9,540	0,945	0,100
Остаток материала в сите, г	0,750	39,700	8,605	0,840	0,100
Материал последующих фракций, г	49,230	9,550	0,935	0,105	—
Доля фракции в навеске, %	1,50	79,40	17,20	1,62	0,02

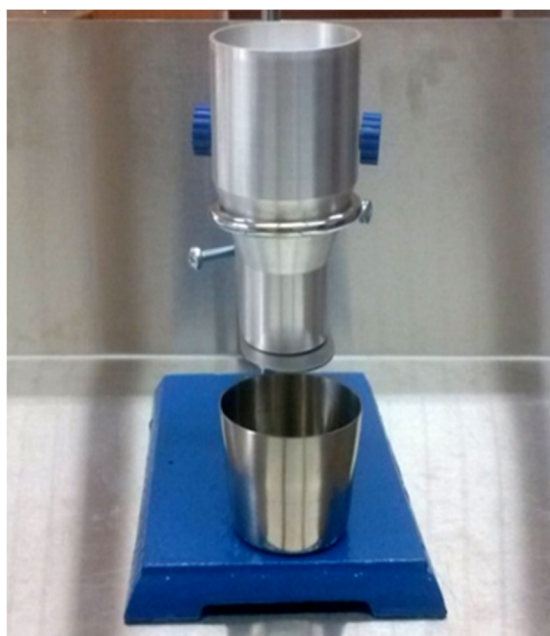


Рис.1. Установка для формирования навески



Рис. 2. Аналитические весы AP210

Таблица 3

Результаты определения массы цилиндра

Номер навески, полипропилен	1	2	3	4	5
Масса измерительного цилиндра, г	55,820				
Масса цилиндра с полипропиленом, г	127,440	127,360	127,320	127,310	127,410
Масса навески пропилена, г	71,620	71,540	71,500	71,490	71,590
Среднее значения $m_{\text{ср}}$ навески, г	71,548				
Абсолютная погрешность Δ_i , г	0,072	-0,008	-0,048	-0,058	0,042

Для данных результатов измерений среднеквадратичное отклонение s составило 0,056 г, а среднеквадратичное отклонение среднего значения – 0,025 г. Принимая коэффициент Стьюдента ($t_{\text{ст.}}$) для заданного количества измерений и доверительной вероятности 0,9 равным 2,1 получим абсолютную погрешность определения массы навески Δ , равную 0,05 г.

Результаты измерений испытуемого материала АБС-пластик представлены в табл. 4 [7]. Полученная погрешность соответствует допустимой для многих технологических процессов, учитывая очень широкий круг применения сыпучих материалов, однако для прецизионных методов контроля это значение оказывается недостаточным, т.к. для них допустимые отклонения массы образца должно составлять от 10^{-3} до 10^{-4} г.

Таблица 4

Результаты определения характеристик материала АБС-пластик

Номер испытания	1	2	3	4	5
Масса измерительного цилиндра, г	55,82				
Масса цилиндра с АБС-пластик, г	128,22	128,05	128,59	128,38	128,43
Масса навески АБС- пластик, г	72,40	72,23	72,77	72,56	72,61
Среднее значения $m_{\text{ср}}$ навески, г	72,51				
Абсолютная погрешность Δ_i , г	-0,11	-0,28	0,25	0,05	0,09

Среднеквадратичное отклонение s составило 0,21 г, а среднеквадратичное отклонение среднего значения \bar{S} – 0,094 г. Принимая коэффициент Стьюдента $t_{\text{ст.}}$ для заданного количества измерений и доверительной вероятности 0,9 равным 2,1, получим абсолютную погрешность определения массы навески Δ , равную 0,20 г. Полученные значения погрешности относятся к небольшим объёмам. При увеличении массы и усложнении структуры материала, например, при производстве керамики или взрывчатых веществ, следует ожидать значительного увеличения абсолютной погрешности [8, 9].

Обсуждение

При проведении измерений на одном и том же оборудовании, одинаковых требованиях к размеру частиц в исходном материале и одинаковых методах обработки результатов измерения среднеквадратичные отклонения определения массы навески отличается примерно в четыре раза, при этом погрешность результатов измерений на два порядка превышает погрешность средства измерений (10^{-4} г). Такой результат может быть обусловлен только влиянием разного соотношения фракций в исследуемых материалах. Сравнение результатов проведенных исследований приведено в табл. 5. Следует отметить, что часто именно точность определения массы навески определяет выбор методов контроля [10–15].

Таблица 5

Сравнение результатов для исследуемых материалов

Наименование материала	$m_{ср}$, г	s, г	\bar{S} , г	$t_{ст}$	Δ , г	Насыпная плотность, г/см ³	Удельный вес. г/см ³
Полипропилен	71,550	0,056	0,025	2,1	0,05	от 0,44 до 0,52	0,91
АБС пластик	72,510	0,210	0,094	2,1	0,20	от 0,65 до 0,75	1,05

Полученные результаты свидетельствуют о неоднозначности использовании косвенных измерений контролируемого параметра массы навески с использованием насыпной плотности.

Заключение

В результате проведенных исследований было выявлено существенное влияние фракционного состава сыпучих материалов на погрешность косвенного метода определения массы навески. Полученный результат показывает необходимость фракционного контроля при разработке контрольных операций технологических процессов, а также ограничивает возможность применения косвенных методов определения массы навески при повышенных требованиях к точности её определения, например, при производстве взрывчатых веществ, тонких плёнок [14 –17] или фармакологической продукции [18, 19].

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. ГОСТ 16504–81 Система государственных испытаний продукции. Испытания и контроль качества продукции. Основные термины и определения: нац. стандарт. – Введ. 01.01.1982 (с изм. от 15.06.2011).
2. В. А. Неронов, В. П. Перминов. Материаловедение и технология материалов: учебное пособие. – Новосибирск: СГГА, 2008. – 172 с.
3. Л. И. Попенова, Л. В. Радионова. Определение гранулометрического состава, сыпучести и насыпной плотности полуфабрикатов полимерных материалов: метод. указания к выполнению лабор. работы.– Челябинск: Учтех-Профи, 2015. – 9 с.
4. ГОСТ 29329–92 Весы для статического взвешивания: нац. стандарт. – Введ. 27.03.1992. – Стандартиформ, 2007. – 15 с.

5. ГОСТ Р 51568–99 Сита лабораторные из металлической проволочной сетки: нац. стандарт РФ. – Введ. 22.12.1999. – М.: ИПК Изд-во стандартов, 2000. – 5 с.
6. ГОСТ Р 8.563–2009 ГСИ. Методики (методы) измерений: нац. стандарт РФ. – Введ. 15.04.2010. – М.: Стандартинформ, 2010. – 22 с.
7. ГОСТ Р 8.736-2011 ГСИ. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения: нац. стандарт РФ. – Введ. 01.01.2013 – М.: Стандартинформ, 2013. – 24 с.
8. Хлебникова Е.П., Симонов Д.П. Определение количественного и качественного состава керамики методами автоматизированного дешифрирования // ГЕО-Сибирь-2011. VII Междунар. науч. конгр. : сб. материалов в 6 т. (Новосибирск, 19–29 апреля 2011 г.). – Новосибирск : СГГА, 2011. Т. 4. – С. 55–59.
9. Современное состояние исследований и технические применения / Физика тонких пленок / под ред. А. Г. Ждан, В. Б. Сандомирский. – 1978. – Т. 8, 1978. – С. 360.
10. Ruxton K., Robertson G., Miller W., Malcolm G.P.A., Maker G.T. Mid-infrared hyperspectral imaging for the detection of explosive compounds. – Proc. of SPIE Vol. 8546, 85460V (2012), pp. 1-9.
11. Bernacki B. E., Blake T.A., Mendoza A., Johnson T.J. Visible hyperspectral imaging for standoff detection of explosives on surfaces. – Proc. of SPIE Vol. 7838, 78380C (2010), pp. 1-7.
12. Hempler N., Nicholls J., Malcolm G. Active hyperspectral sensing and imaging for remote spectroscopy applications (2013) <http://www.laserfocusworld.com/articles/print/volume49/issue-11/features/spectral-imaging-active-hyperspectral-sensing-and-imaging-for-remotespectroscopy-applications.html>.
13. Спектрохимические особенности некоторых бризантных взрывчатых веществ в паробразном состоянии / Набиев Ш.Ш., Ставровский Д.Б., Палкина Л.А., Збарский В.Л., Юдин Н.В., Голубева Е.Н., Вакс В.Л., Домрачева Е.Г., Собакинская Е.А., Черняева М.Б. // Оптика атмосферы и океана, 2013, 26 №4 – С. 273-285.
14. Айрапетян В. С., Макеев А.В. Лазерное зондирование взрывчатых веществ методом дифференциального поглощения и рассеяния// интерэкспо гео-сибирь-2019. XV Междунар. науч. конгр.: Междунар. науч. конф. «Наука. Оборона. Безопасность -2019» : сб. материалов в 9 т. (Новосибирск, 13–25 апреля 2015 г.). – Новосибирск: СГУГиТ, 2019. Т. 9 – С. 120–125.
15. Оценка воспроизводимости по характеристикам неопределенности измерений / Булатицкий К.К., Лобанова А.В. Методы оценки соответствия, 2010, №11 – С.44-46.
16. Никулин Д. М., Шергин С. Л., Райхерт В. А. Технология получения дифракционных оптических элементов в виде полосковых тонкопленочных структур в свободном состоянии // интерэкспо Гео-Сибирь-2019. XV Междунар. науч. конгр.: Междунар. науч. конф. «СибОптика — 2019»: сб. материалов в 9 т. (Новосибирск, 22–24 апреля 2019 г.). – Новосибирск: СГУГиТ, 2019. Т. 8. – С. 176–182.
17. Выхристюк И. А., Куликов Р. В., Сысоев Е. В. Увеличение разрешающей способности линейных измерений поперечных размеров ступенчатых нанорельефных структур // Интерэкспо ГЕО-Сибирь. XV Междунар. науч. конгр., 24–26 апреля 2019 г., Новосибирск : сб. материалов в 9 т. Т. 9 : Нац. конф. «Наука. Оборона. Безопасность-2019». – Новосибирск : СГУГиТ, 2019. – С. 183–190.
18. Приказ Министерства здравоохранения РФ от 26 октября 2015 г. N 751н "Об утверждении правил изготовления и отпуска лекарственных препаратов для медицинского применения аптечными организациями, индивидуальными предпринимателями, имеющими лицензию на фармацевтическую деятельность"
19. Промышленная технология лекарств [Электронный ресурс]. – Режим доступа: https://ztl.nuph.edu.ua/html/medication/chapter14_04.html (дата обращения: 06.07. 2020)

© Г. В. Симонова, 2020