

На правах рукописи

Неклюдова

НЕКЛЮДОВА Анастасия Александровна

СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ
ВЯЗКОСТИ ЖИДКИХ СРЕД В ИНТЕРВАЛЕ ТЕМПЕРАТУРЫ
ОТ МИНУС 40 °С ДО 150 °С

Специальность:

05.11.01 – Приборы и методы измерения
(по видам измерений (механические величины))

Автореферат диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Санкт-Петербург, 2019

Работа выполнена в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

Научный руководитель: Сулаберидзе Владимир Шалвович,
доктор технических наук, старший научный сотрудник,
профессор кафедры метрологического обеспечения
инновационных технологий и промышленной безопасности
ФГАОУ ВО ГУАП.

Официальные оппоненты: Мазин Валерий Дмитриевич,
доктор технических наук, профессор, профессор
кафедры измерительных информационных технологий
ФГАОУ ВО СПбПУ;

Лавров Роман Олегович,
кандидат технических наук, доцент, заместитель начальника
кафедры метрологического обеспечения вооружения военной
и специальной техники ВКА имени А.Ф. Можайского МО РФ.

Ведущая организация: Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт
метрологической службы», 119361, Москва, ул. Озерная, 46.

Защита состоится «26» ноября 2019 года в 11:00 часов на заседании диссертационного совета Д 308.004.01 на базе ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» по адресу: 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., д. 19.

С текстами автореферата и диссертации можно ознакомиться в библиотеке ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» и на сайте vniim.ru/work-sovet.html.

Автореферат разослан «___» _____ 2019 г.

Отзывы на автореферат в двух экземплярах, заверенные печатью учреждения, просим направлять по адресу: 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., д. 19, ученому секретарю диссертационного совета Д 308.004.01 Чекирде Константину Владимировичу.

Ученый секретарь
диссертационного совета Д 308.004.01
кандидат технических наук

К.В. Чекирда

1 ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования. Нефтяная промышленность играет огромную роль в экономике РФ. По данным Федеральной службы государственной статистики суммарный объём добытой сырой нефти, включая газовый конденсат, в России за 2018 год составил 556 млн. т., а суммарный экспорт нефти и нефтепродуктов увеличился до 410,3 млн. т., что на 1,7 % и 2,3% больше, чем в 2017 году.

В настоящее время в России функционируют 32 крупных нефтеперерабатывающих завода (НПЗ) с объёмами переработки более одного миллиона тонн в год и значительное количество малых нефтеперерабатывающих заводов. По общей мощности российская нефтеперерабатывающая промышленность занимает третье место в мире, уступая США и Китаю.

В пятёрку крупнейших нефтеперерабатывающих компаний России входят ПАО «Газпромнефть» («Газпромнефть-ОНПЗ»), ОАО «Сургутнефтегаз» («Киришинефтеоргсинтез»), ПАО «Роснефть» («Рязанская нефтеперерабатывающая компания»), ПАО «Нефтяная компания «Лукойл» («Лукойл-Нижегороднефтеоргсинтез», «Лукойл-волгограднефтепереработка»), ПАО АНК «Башнефть» («Башнефть-Уфанефтехим»).

По данным сайта Федеральной таможенной службы доля экспорта нефтепродуктов за 2018 год составила 17,08 % от общего объёма, а доля экспорта сырой нефти 28,52 %.

В соответствии с Государственной программой «Развитие энергетики» на период с 2013 по 2024 годы запланировано повышение глубины переработки нефти и увеличение выпуска топлива, соответствующего техническим регламентам, а также строительство, модернизация и реконструкция нефтеперерабатывающих предприятий.

Все эти мероприятия должны обеспечить не только увеличение количества производимых нефтепродуктов, снижение неэффективной переработки сырья, но и повысить качество производимой продукции.

К основным продуктам, производимым НПЗ, относят бензины, керосины, авиационное и ракетное топливо, мазуты, дизельные топлива, масла, смазки, битумы, нефтяной кокс и т. д.

При оценке качества нефтепродуктов широкое распространение наряду с такими параметрами, как плотность и фракционный состав, получил коэффициент вязкости. В свою очередь, от точности определения данного коэффициента зависит правильность принимаемого решения при технологическом контроле качества выпускаемой продукции. Наибольшее влияние на точность измерений оказывают применяемые средства измерений (СИ), методики измерений (МИ) и квалификация оператора.

На сегодняшний день существует огромное количество СИ вязкости, которые применяются в нефтеперерабатывающей промышленности, относящейся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений. Таким образом, в соответствии с Федеральным законом «Об обеспечении единства измерений» №102-ФЗ, данные СИ должны проходить первичную, периодическую, внеочередную, инспекционную или экспертную поверку.

Поверка средств измерений вязкости, в соответствии с ГОСТ 8.025-96 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений вязкости жидкостей», должна осуществляться с применением государственных эталонов второго разряда, представляющих собой стандартные образцы (СО) вязкости жидкости, либо методом непосредственного сличения с использованием жидкостей-компараторов.

Потребность в большой номенклатуре СО вязкости жидкости определяется многообразием типов приборов для измерений вязкости.

В настоящее время в РФ существуют СО вязкости жидкости, аттестуемые в интервале допускаемых аттестованных значений от 1,3 до $1,0 \cdot 10^5$ мПа·с ($\text{мм}^2/\text{с}$) и в диапазоне значений температуры от 20 °С до 100 °С, с минимальной относительной расширенной неопределённостью (0,2 – 0,3) % при коэффициенте охвата $k=2$.

Однако, существует проблема метрологического обеспечения СИ, позволяющих определять вязкость жидкости в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С. Данные средства измерений применяются при контроле качества моторных масел и смазок, что подразумевает проведение поверок этих СИ с применением СО.

Таким образом, разработка стабильных и однородных СО вязкости жидкости, аттестуемых в диапазонах значений температуры от минус 40 °С до минус 5 °С и от 100 °С до 150 °С, является актуальной задачей.

Разработка и внедрение государственных рабочих эталонов, хранящих и передающих единицы динамической и кинематической вязкости жидкости в диапазонах значений температуры от минус 40 °С до 20 °С и от 100 °С до 150 °С, позволит увеличить количество типов метрологически обеспечиваемых СИ, что, в свою очередь, создаст основу для развития системы обеспечения единства измерений в данной области.

Разработка и исследование СО решит не только проблему отсутствия средств поверки для вискозиметрических приборов в диапазонах значений температуры от минус 40 °С до 20 °С и от 100 °С до 150 °С, но и позволит применять данные образцы в качестве жидкостей-компараторов при проведении сличений, аттестации и калибровке эталонов.

Степень научной разработанности темы. Исследования в области вискозиметрии основываются на фундаментальных трудах отечественных и зарубежных учёных: М.В. Ломоносова, Д.И. Менделеева, И. Ньютона, Г. Хагена, Ж.Л. Пуазёйля, А. Навье, Дж Г. Стокса, Г. Видемана, Р. Гагенбаха, О. Рейнольдса, Н. Бора, М. Куэтта и др.

Проблемам определения вязкости жидкостей в широком температурном интервале посвящены работы известных российских и советских ученых: Н.П. Петрова, Ф.Н. Шведова, П.А. Ребиндера, М.П. Воляровича, Г.В. Виноградова и др.

Проблема метрологического обеспечения СИ вязкости в диапазонах значений температуры от минус 40 °С до 20 °С и от 100 °С до 150 °С в Российской Федерации не решена, что обуславливает актуальность проведения научных исследований и разработок в данном направлении.

В диссертационной работе использованы результаты теоретических и практических исследований учёных и специалистов ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»: Е.Ф. Долинского, Л.П. Степанова, Н.Г. Домостроевой.

Настоящее диссертационное исследование проведено в рамках совершенствования Государственного первичного эталона единицы кинематической вязкости жидкости (ГЭТ 17-96) (ГПЭ), в части разработки СО и проекта актуализированной Государственной поверочной схемы (ГПС) для средств измерений вязкости жидкостей в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С.

Целью диссертационной работы является совершенствование метрологического обеспечения измерений вязкости жидких сред в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С путём разработки и исследования государственных рабочих эталонов единиц динамической и кинематической вязкости жидкости, а также стандартных образцов.

Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие задачи:

- провести анализ состояния метрологического обеспечения измерений вязкости жидкостей для определения направлений решения проблемы отсутствия средств поверки для СИ вязкости в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С;

- провести совершенствование Государственного рабочего эталона единицы кинематической вязкости жидкости первого разряда в диапазоне значений от 0,4 до $1,0 \cdot 10^5$ мм²/с;

- разработать и исследовать Государственный рабочий эталон единиц динамической и кинематической вязкости жидкости второго разряда в диапазоне значений от 0,4 до $4,0 \cdot 10^4$ мПа·с (мм²/с);

- разработать методики калибровки эталонного комплекса, вискозиметров стеклянных капиллярных образцовых и вискозиметра Штабингера SVM 3000, а также актуализированный проект МИ 1289 «ГСИ. Жидкости градуировочные для поверки вискозиметров. Метрологическая аттестация»;

- выбрать и обосновать методы и средства измерений плотности, пригодные для проведения измерений в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С;

- разработать и исследовать государственные рабочие эталоны единиц динамической и кинематической вязкости жидкости второго разряда – стандартные образцы в интервале допускаемых аттестованных значений вязкости от 15 до $6 \cdot 10^4$ мПа·с (мм²/с) и в диапазонах значений температуры от минус 40 °С до минус 5 °С и от 100 °С до 150 °С;

– разработать проект актуализированной Государственной поверочной схемы для средств измерений вязкости жидкостей в части обеспечения прослеживаемости средств измерений, предназначенных для применения в интервале температуры от минус от 40 °С до 150 °С, к ГЭТ 17-2018.

Область исследования соответствует пункту 1 «Создание новых научных, технических и нормативно-технических решений, обеспечивающих повышение качества продукции, связанных с измерениями механических величин», пункту 2 «Совершенствование научно-технических, технико-экономических и других видов метрологического обеспечения для повышения эффективности производства современных изделий, качество которых зависит от точности, диапазонности, воспроизводимости измерений механических величин, а также их сохраняемости на заданном промежутке времени», пункту 5 «Разработка и совершенствование существующих методов и способов обеспечения единства измерений в области измерений механических величин» и пункту 6 «Разработка и внедрение новых эталонов единиц величин, относящихся к механическим измерениями» паспорта специальности 05.11.01 «Приборы и методы измерения (по видам измерений (механические величины))».

Научная новизна диссертационной работы заключается в том, что:

- проведены исследования в обоснование направлений совершенствования Государственного рабочего эталона единицы кинематической вязкости жидкости первого разряда в диапазоне значений от 0,4 до $1,0 \cdot 10^5$ мм²/с и его метрологических характеристик в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 150 °С;
- впервые исследованы метрологические характеристики вискозиметра Штабингера SVM 3000 в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 100 °С;
- впервые разработан и исследован Государственный рабочий эталон единиц динамической и кинематической вязкости жидкости второго разряда в диапазоне значений от 0,4 до $4,0 \cdot 10^4$ мПа·с (мм²/с) и в диапазоне значений температуры от минус 15 °С до 100 °С, представляющий собой средство измерений (техническое средство), а не стандартный образец;
- определены математические модели аппроксимирующих функций при исследовании зависимостей вязкости и плотности жидкостей от температуры;
- определены зависимости динамической вязкости базовых и моторных масел от скорости сдвига, в результате чего определены материалы для производства низкотемпературных СО;
- получены результаты исследований вязкости новых стандартных образцов, аттестованных в диапазонах значений температуры от минус 40 °С до минус 5 °С и от 100 °С до 150 °С, а также изучена зависимость динамической и кинематической вязкости, плотности стандартных образцов, производства ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» от температуры;
- определены средства и порядок передачи размера единиц динамической и кинематической вязкости жидкости от ГЭТ 17-2018 средствам измерений в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С.

Практическая значимость результатов работы:

- усовершенствован Государственный рабочий эталон единицы кинематической вязкости жидкости первого разряда в диапазоне значений от 0,4 до $1,0 \cdot 10^5$ мм²/с позволяющий осуществлять передачу размера единицы кинематической вязкости государственным рабочим эталонам второго разряда в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 150 °С;
- разработан Государственный рабочий эталон единиц динамической и кинематической вязкости жидкости второго разряда в диапазоне от 0,4 до $4,0 \cdot 10^4$ мПа·с (мм²/с) позволяющий осуществлять передачу размера единиц динамической и кинематической вязкости средствам измерений в диапазоне значений температуры от минус 15 °С до 100 °С;
- разработаны методики калибровки эталонного комплекса, вискозиметров стеклянных капиллярных образцовых и вискозиметра Штабингера SVM 3000, регламентирующие порядок определения и подтверждения действительных метрологических характеристик объектов калибровки;

– разработан проект актуализированных методических указаний по метрологической аттестации градуировочных жидкостей для поверки вискозиметров соответствующий современным требованиям к средствам поверки;

– разработаны Государственные рабочие эталоны второго разряда единиц динамической и кинематической вязкости жидкости в интервале допускаемых аттестованных значений вязкости от 15 до $6 \cdot 10^4$ мПа·с ($\text{мм}^2/\text{с}$) и диапазонах значений температуры от минус 40 °С до минус 5 °С и от 100 °С до 150 °С, которые позволили решить проблему отсутствия стабильных и однородных СО – средств поверки для СИ вязкости в данных диапазонах значений температуры, за счёт чего увеличилось количество типов метрологически обеспечиваемых СИ, что, в свою очередь, создало основу для развития системы обеспечения единства измерений вязкости в РФ;

– разработан проект актуализированной Государственной поверочной схемы для средств измерений вязкости жидкостей в части передачи размера величины в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С позволяющий повысить качество обеспечения единства измерений вязкости в Российской Федерации.

Основные результаты и положения, выносимые на защиту:

– состав и метрологические характеристики усовершенствованного Государственного рабочего эталона единицы кинематической вязкости первого разряда в диапазоне значений от 0,4 до $1,0 \cdot 10^5$ $\text{мм}^2/\text{с}$ и в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 150 °С и разработанного Государственного рабочего эталона единиц динамической и кинематической вязкости жидкости второго разряда в диапазоне значений от 0,4 до $4,0 \cdot 10^4$ мПа·с ($\text{мм}^2/\text{с}$) и в диапазоне значений температуры от минус 15 °С до 100 °С;

– математические модели аппроксимирующих функций, полученные при исследовании зависимости вязкости жидкостей от температуры, и позволяющие адекватно оценить вклад неопределённости измерений вязкости от температуры;

– методики калибровки эталонного комплекса, вискозиметров стеклянных капиллярных образцовых и вискозиметра Штабингера SVM 3000, а также актуализированный проект МИ 1289 «МИ. ГСИ. Жидкости градуировочные для поверки вискозиметров. Метрологическая аттестация»;

– новые стандартные образцы вязкости, аттестованные в диапазонах значений температуры от минус 40 °С до минус 5 °С и от 100 °С до 150 °С;

– результаты исследований зависимости динамической и кинематической вязкости, плотности стандартных образцов, производства ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» от температуры;

– проект актуализированной Государственной поверочной схемы для средств измерений вязкости жидкостей в части передачи размера величины в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С.

Внедрение результатов работы:

– аттестован и утверждён усовершенствованный Государственный рабочий эталон единицы кинематической вязкости первого разряда в диапазоне значений от 0,4 до $1,0 \cdot 10^5$ $\text{мм}^2/\text{с}$, регистрационный номер № 3.1.ZZB.0299.2019 от 21.05.2019 г.;

– аттестован и утверждён усовершенствованный Государственный рабочий эталон единиц динамической и кинематической вязкости жидкости второго разряда в диапазоне значений от 0,4 до $4,0 \cdot 10^4$ мПа·с ($\text{мм}^2/\text{с}$), регистрационный номер № 3.1.ZZB.0301.2019 от 21.05.2019 г.;

– разработаны и утверждены три методики калибровки №№ СК 03-2302в-01Т-2019, СК 03-2302в-02Т-2019 и СК 03-2302в-03Т-2019, а также разработан актуализированный проект МИ 1289 «МИ. ГСИ. Жидкости градуировочные для поверки вискозиметров. Метрологическая аттестация»;

– разработаны шесть новых типов СО, производимых ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», имеющих наименьшую относительную расширенную неопределённость аттестованных

значений в диапазонах значений температуры от минус 40 °С до минус 5 °С и от 100 °С до 150 °С в России;

– разработан проект актуализированной Государственной поверочной схемы для средств измерений вязкости жидкостей в части передачи размера величины в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С, утверждение которой запланировано на конец 2019 г.

Результаты диссертационного исследования в виде основных научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в работе, внедрены в деятельность ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», ФБУ «Ростест-Москва» и ООО «Реолаб», что подтверждается соответствующими актами.

Апробация результатов работы. Основные положения диссертационного исследования и отдельные результаты работы докладывались и обсуждались на международных и всероссийских конференциях, семинарах, симпозиумах и конкурсах: Одиннадцатой сессии международной научной школы «Фундаментальные и прикладные проблемы надёжности и диагностики машин и механизмов» (Россия, г. Санкт-Петербург, 2013 г.); Третьей всероссийской конференции «Метрология и стандартизация нефтегазовой отрасли – 2013 г.» (Россия, г. Санкт-Петербург, 2013 г.); IV Научно-практической конференции «Инновационные технологии и технические средства специального назначения – Специальные технологии для освоения глубин Мирового океана» (Россия, Санкт-Петербург, 2013 г.); IV Общероссийской научно-технической конференции «Молодежь. Техника. Космос» (Россия, г. Санкт-Петербург, 2014 г.); XXVII Симпозиуме по реологии, Реологическое общество им. Г.В. Виноградова, ФГБУН Институт нефтехимического синтеза им. А.В. Виноградова, МГУ им. М.В. Ломоносова (Россия, г. Тверь, 2014 г.); II Международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях» (Россия, г. Екатеринбург, 2015 г.); XXVIII Симпозиуме по реологии, Реологическое общество им. Г.В. Виноградова, ФГБУН Институт нефтехимического синтеза им. А.В. Виноградова, МГУ им. М.В. Ломоносова (Россия, г. Москва, 2016 г.); XXIX Симпозиуме по реологии, Реологическое общество им. Г.В. Виноградова, ФГБУН Институт нефтехимического синтеза им. А.В. Виноградова, МГУ им. М.В. Ломоносова (Россия, г. Тверь, 2018 г.); VII Международном конкурсе «The Best Young Metrologist of COOMET» (Казахстан, г. Астана, 2017 г.); Международном научно-техническом семинаре «Математическая, статистическая и компьютерная поддержка качества измерений» (Россия, г. Санкт-Петербург, 2018 г.); VII Тихоокеанской конференции по реологии (Южная Корея, Чеджу, 2018 г.); II Всероссийской научно-практической конференции молодых учёных и специалистов организаций – ассоциированных членов РАРАН (Россия, г. Екатеринбург, 2018 г.); VI Международной метрологической конференции «Актуальные вопросы метрологического обеспечения измерений расхода и количества жидкостей и газов» (Россия, г. Казань, 2018 г.); III международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях» (Россия, г. Екатеринбург, 2018 г.); XXV Санкт-Петербургской ассамблеи молодых учёных и специалистов (Россия, г. Санкт-Петербург, 2018 г.).

Публикации. По результатам диссертационных исследований опубликовано 30 научных работ (5 без соавторов), в том числе, 7 в рецензируемых научных изданиях, из них 3 в изданиях, входящих в международные реферативные базы данных и системы цитирования (Web of Science и Scopus), 1 в международном рецензируемом журнале, 2 в периодических российских издаваемых журналах, 14 в сборниках трудов и тезисов докладов, 1 в Российской метрологической энциклопедии, утверждено 3 нормативных документа, а также поданы и зарегистрированы 2 заявки на полезные модели.

Личный вклад автора. Автором самостоятельно выполнено совершенствование, разработка и исследование государственных рабочих эталонов. Все приведённые в работе результаты исследований получены лично автором либо при его непосредственном участии. Во всех работах, которые выполнены в соавторстве, соискатель непосредственно участвовал в постановке задач, в экспериментальных исследованиях, в обработке, обобщении и анализе полученных результатов.

Объем и структура диссертации. Диссертационная работа состоит из введения, 4 разделов, заключения, списка использованных источников из 127 наименований и 8 приложений. Общий

объём работы составляет 179 страниц машинописного текста, включая 56 рисунков и 57 таблиц.

II ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность диссертационного исследования, сформулированы цель, задачи и научная новизна, а также определена практическая значимость полученных результатов и сформулированы основные положения, выносимые на защиту.

В первом разделе «Анализ состояния метрологического обеспечения измерений вязкости жидких нефтепродуктов» проанализировано состояние обеспечения единства измерений и подробно рассмотрены основные методы измерений вязкости жидких сред, такие как: капиллярный, ротационный, метод падающего шара, вибрационный, условный, показаны достоинства и ограничения методов. Представлено соподчинение эталонов, стандартных образцов и средств измерений, регламентированное ГОСТ 8.025-96. Приведён новый состав и метрологические характеристики усовершенствованного Государственного первичного эталона единиц динамической и кинематической вязкости жидкости (ГЭТ 17-2018), утверждённого Приказом Росстандарта № 2843 от 29.12.2018 г.

Проведён анализ современных СИ и СО вязкости жидкости, рабочих эталонов единиц динамической и кинематической вязкости жидкости первого и второго разряда, который показал, что в настоящее время существует острая потребность в разработке средств поверки и сличений, представляющих собой СО (градуировочные жидкости и жидкости-компараторы), аттестованные значения вязкости которых будут определяться в диапазонах значений температуры от минус 40 °С до минус 5 °С и от 100 °С до 150 °С.

Обоснована необходимость пересмотра документа МИ 1289-86, регламентирующего методику приготовления и аттестации градуировочных жидкостей, жидкостей-компараторов и СО, и актуализации морально устаревшего ГОСТ 8.025-96 в части обеспечения прослеживаемости средств измерений, предназначенных для применений вязкости в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С, к ГЭТ 17-2018.

Материалы 1 раздела опубликованы в работах [5, 6, 9, 10, 16, 17, 19 – 21].

Во втором разделе «Разработка и совершенствование государственных рабочих эталонов единиц динамической и кинематической вязкости жидкости» предложен состав усовершенствованного Государственного рабочего эталона единицы кинематической вязкости жидкости первого разряда в диапазоне значений от 0,4 до 1,0 · 10⁵ мм²/с, включающий:

- двадцать вискозиметров капиллярных стеклянных образцовых с «висячим уровнем» и с длиной капилляра 300 мм (вискозиметров Уббелодде);
- термостатические ванны, предназначенные для установления и поддержания температуры жидкости в эталонных вискозиметрах в диапазоне от минус 40 °С до 150 °С;
- аппаратуру для измерения времени истечения жидкости (счетчики времени);
- эталонные платиновые термометры сопротивления первого разряда с прецизионным преобразователем температуры МИТ 8.15;
- аппаратуру для контроля параметров окружающей среды;
- устройства для установки стеклянных капиллярных вискозиметров в термостатирующую ванну (термостат) (заявка на полезную модель № 2019100656 от 10.01.2019 г.);
- вспомогательное оборудование: отвес, блок подсветки и комплект держателей.

Уравнение измерений кинематической вязкости капиллярным методом, на котором основан усовершенствованный эталон, имеет следующий вид:

$$\nu = C\tau \frac{g_{\text{ми}}}{g_{\text{н}}} - \frac{B}{\tau}, \quad (1)$$

где ν – кинематическая вязкость жидкости, м²/с; C – постоянная вискозиметра, определяемая экспериментально, м²/с²; B – постоянная вискозиметра, зависящая от потери жидкостью кинетической энергии, м² (определяется до вискозиметров с диаметрами капилляра (0,33 – 0,97) мм); τ – время истечения жидкости из измерительного резервуара, с; $g_{\text{н}}$ – нормальное ускорение свободного падения, м²/с; $g_{\text{ми}}$ – ускорение свободного падения в

месте определения постоянной, м/с².

$$B = \frac{mV}{8\pi L}, \quad (2)$$

где m – безразмерный коэффициент, учитывающий поправку на кинетическую энергию коэффициента Гагенбаха, равный 0,581; V – объем измерительного резервуара, м³; L – длина капилляра, м.

Относительная расширенная неопределённость постоянной B калибруемых вискозиметров определена по формуле:

$$U_{RB} = \frac{U_{rB}}{B} = k \sqrt{\left(\frac{\partial B}{\partial m} \cdot m \cdot u_{rm}\right)^2 \frac{1}{B^2} + \left(\frac{\partial B}{\partial V} \cdot V \cdot u_{rV}\right)^2 \frac{1}{B^2} + \left(\frac{\partial B}{\partial L} \cdot L \cdot u_{rL}\right)^2 \frac{1}{B^2}}, \quad (3)$$

где u_{rm} – относительная стандартная неопределённость коэффициента Гагенбаха, равная $1,0 \cdot 10^{-8}$; u_{rV} – относительная стандартная неопределённость измерений объёма измерительного резервуара вискозиметра; u_{rL} – относительная стандартная неопределённость измерений длины капилляра вискозиметра.

Относительная расширенная неопределённость постоянных B вискозиметров из состава эталонного комплекса не превышает $9,96 \cdot 10^{-4}$.

Постоянные C вискозиметров, зависящие от геометрических размеров, определены экспериментально, методом сличения с применением градуировочных жидкостей (компараторов) (ГЖ) и ГЭТ 17-2018.

Постоянные C вискозиметров с диаметрами капилляра (0,33 – 0,97) мм рассчитаны как среднее арифметическое C_1 и C_2 , вычисленных по формулам:

$$C_1 = \left(\frac{v_1}{\bar{\tau}_1} + \frac{B}{\bar{\tau}_1^2}\right) \frac{g_H}{g_{MK}}, \quad (4)$$

$$C_2 = \left(\frac{v_2}{\bar{\tau}_2} + \frac{B}{\bar{\tau}_2^2}\right) \frac{g_H}{g_{MK}}, \quad (5)$$

где C_1 и C_2 – значения постоянных вискозиметра, измеренные по двум ГЖ, мм²/с²; g_H – нормальное ускорение свободного падения, м²/с; g_{MK} – ускорение свободного падения в месте проведения калибровки, м/с²; v_1 и v_2 – кинематическая вязкость ГЖ, мм²/с; $\bar{\tau}_1$ и $\bar{\tau}_2$ – средние арифметические значения времени истечения ГЖ, с.

Постоянные C вискозиметров с диаметрами капилляра от 1,33 мм рассчитаны как среднее арифметическое C_1 и C_2 , вычисленных по формулам:

$$C_1 = \frac{v_1 g_H}{\bar{\tau}_1 g_{MK}}, \quad (6)$$

$$C_2 = \frac{v_2 g_H}{\bar{\tau}_2 g_{MK}}, \quad (7)$$

Относительная расширенная неопределённость постоянных C вискозиметров рассчитана по формуле:

$$U_{CR} = \frac{U_{Cr}}{C} = k \sqrt{\left(\frac{\partial C}{\partial v} \cdot v \cdot u_{rv}\right)^2 \frac{1}{C^2} + \left(\frac{\partial C}{\partial B} \cdot B \cdot u_{rB}\right)^2 \frac{1}{C^2} + \left(\frac{\partial C}{\partial \bar{\tau}} \cdot \bar{\tau} \cdot u_{r\bar{\tau}}\right)^2 \frac{1}{C^2} + \left(\frac{\partial C}{\partial g_H} \cdot g_H \cdot u_{Rg_H}\right)^2 \frac{1}{C^2} + \left(\frac{\partial C}{\partial g_{MK}} \cdot g_{MK} \cdot u_{Rg_{MK}}\right)^2 \frac{1}{C^2}}, \quad (8)$$

где u_{rv} – относительная стандартная неопределённость измерений вязкости ГЖ; u_{rB} – относительная стандартная неопределённость постоянной B (учитывается только для вискозиметров с диаметрами капилляра (0,33 – 0,97) мм); $u_{r\bar{\tau}}$ – относительная стандартная неопределённость измерений времени истечения ГЖ; u_{Rg_H} – относительная стандартная неопределённость измерений нормального ускорения свободного падения; $u_{Rg_{MK}}$ – относительная стандартная неопределённость измерений ускорения свободного падения в месте проведения калибровки.

Слагаемыми $\left(\frac{\partial C}{\partial g_H} \cdot g_H \cdot u_{Rg_H}\right)^2 \frac{1}{C^2}$ и $\left(\frac{\partial C}{\partial g_{MK}} \cdot g_{MK} \cdot u_{Rg_{MK}}\right)^2 \frac{1}{C^2}$ из формулы (8) пренебрегали, так как они имеют порядок не более 10^{-11} и не вносят существенного вклада в значение относительной расширенной неопределённости постоянных C .

Относительная стандартная неопределённость измерений времени истечения ГЖ рассчитана по формуле:

$$u_{R\bar{\tau}} = \sqrt{(u_{R\bar{\tau}A})^2 + (u_{R\bar{\tau}CI})^2}, \quad (9)$$

где $u_{R\bar{\tau}A}$ – относительная стандартная неопределённость измерений времени истечения ГЖ через

капилляр вискозиметра (неопределенность по типу А); $u_{R\bar{\tau}_{СИ}}$ – относительная стандартная неопределённость измерений времени на СТС-2М, формула 10.

$$u_{R\bar{\tau}_{СИ}} = \frac{\pm(15 \cdot 10^{-6} \cdot \bar{\tau} + C)}{\bar{\tau} \sqrt{3}}, \quad (10)$$

где $C=0,01$ с при цене деления секундомера 0,01 с; $C=0,0002$ с при цене деления секундомера 0,0001 с; $C=1$ с при цене деления секундомера 1 с.

Исследование поправок и градиента температуры по высоте рабочего объёма термостатических ванн производилось в позиционных точках представленных на рисунке 1.

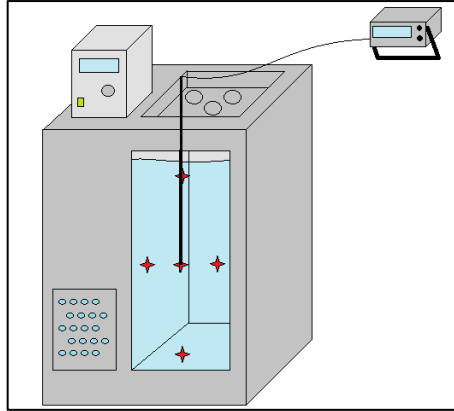


Рисунок 1 – Позиционные точки определения градиента температуры

Результаты исследований поправок и градиента температуры по высоте рабочего объёма термостатических ванн TV7000LT Mk.II и TV7000 Mk.II представлены в таблицах 1 и 2.

Таблица 1 – Результаты исследований поправок и градиента температуры TV7000LT Mk.II

Параметр	Показания												
Заданное значение температуры, °С	-40,00	-35,00	-30,00	-25,00	-20,00	-15,00	-10,00	-5,00	0,00	10,00	20,00		
Поправка, °С	-0,02	-0,04	-0,05	0,05	-0,05	-0,08	-0,09	-0,10	-0,12	-0,12	-0,13		
Градиент температуры по высоте рабочего объёма, °С	0,02						0,01						

Таблица 2 – Результаты исследований поправок и градиента температуры TV7000 Mk.II

Параметр	Показания														
Заданное значение температуры, °С	40,00	50,00	60,00	70,00	80,00	90,00	100,00	110,00	120,00	125,00	130,00	135,00	140,00	150,00	
Поправка, °С	-0,20	-0,27	-0,35	-0,38	-0,42	-0,47	-0,48	-0,49	-0,49	-0,49	-0,54	-0,54	-0,54	-0,58	
Градиент температуры по высоте рабочего объёма, °С	0,01							0,05							

Результаты измерений постоянных C вискозиметров из состава эталонного комплекса приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Результаты измерений постоянных C вискозиметров

Зав. номер вискозиметра	Диаметр капилляра, мм	Постоянная B , мм ²	Постоянная C , мм ² /с ²	Относительная расширенная неопределённость постоянной C , при $k=2$
Набор № 1				
861204	0,33	0,16	0,0017412	$4,3 \cdot 10^{-4}$
870306	0,48	0,22	0,0058390	$5,0 \cdot 10^{-4}$
850107	0,65	0,22	0,018661	$6,3 \cdot 10^{-4}$
020386	0,97	0,38	0,048311	
230808	1,33	-	0,17987	$9,5 \cdot 10^{-4}$
631003	1,88	-	0,44334	
810702	2,55	-	1,7027	$9,9 \cdot 10^{-4}$
66126(6)	4,15	-	5,1741	
740337	5,50	-	16,835	
030601	7,25	-	52,368	
				$1,1 \cdot 10^{-3}$

Продолжение таблицы 3

Зав. номер вискозиметра	Диаметр капилляра, мм	Постоянная В, мм ²	Постоянная С, мм ² /с ²	Относительная расширенная неопределённость постоянной С, при $k=2$
Набор № 1				
861230	0,33	0,15	0,0019019	$4,3 \cdot 10^{-4}$
860107	0,48	0,22	0,0060823	$5,0 \cdot 10^{-4}$
870203	0,65	0,23	0,016020	$6,3 \cdot 10^{-4}$
831201	0,97	0,37	0,048580	
170893	1,33	-	0,15644	$9,5 \cdot 10^{-4}$
120808	1,88	-	0,42237	
060491	2,55	-	1,5113	$9,9 \cdot 10^{-4}$
110808	4,15	-	4,8274	$1,1 \cdot 10^{-3}$
0210(12)	5,50	-	14,908	
810115	7,25	-	50,179	

Относительная расширенная неопределённость измерений кинематической вязкости жидкости рассчитана по формуле:

$$U_{RVPЭ} = k \sqrt{\left(\frac{\partial v}{\partial C} \cdot C \cdot u_{rC}\right)^2 \frac{1}{v^2} + \left(\frac{\partial v}{\partial B} \cdot B \cdot u_{rB}\right)^2 \frac{1}{v^2} + \left(\frac{\partial v}{\partial \bar{\tau}} \cdot \bar{\tau} \cdot u_{r\bar{\tau}}\right)^2 \frac{1}{v^2} + \left(\frac{\partial v}{\partial T} \cdot T \cdot u_{rT}\right)^2 \frac{1}{v^2}}, \quad (11)$$

где $U_{RVPЭ}$ – относительная расширенная неопределённость измерений кинематической вязкости исследуемой жидкости; k – коэффициент охвата; u_{rC} – относительная стандартная неопределённость постоянной C вискозиметра; u_{rB} – относительная стандартная неопределённость определения постоянной B (учитывается только для вискозиметров с диаметрами капилляра (0,33 – 0,97) мм); $u_{r\bar{\tau}}$ – относительная стандартная неопределённость измерений времени истечения исследуемой жидкости; u_{rT} – относительная стандартная неопределённость установления и поддержания температуры в термостатической ванне.

Относительные стандартные неопределённости измерений постоянных C и B вискозиметров приведены в документах на эталонный комплекс.

Коэффициент чувствительности из слагаемого $\left(\frac{\partial v}{\partial T} \cdot T \cdot u_{rT}\right)^2 \frac{1}{v^2}$ определялся путём аппроксимации экспоненциальной функцией, полученной по измеренным с высокой точностью значениям кинематической вязкости исследуемой жидкости при различных температурах.

При проведении исследований, направленных на выбор аппроксимирующей функции установлено, что аппроксимация экспоненциальной функцией в интервале значений, в котором находятся данные, используемые для аппроксимации, даёт относительную погрешность больше, чем при полиномиальной функции (рисунок 2, пример для образца РЭВ-100 в диапазоне значений температуры от 20 °С до 100 °С), однако, при проведении проверки в точках, не вошедших в диапазон значений при аппроксимации, даёт меньшую относительную погрешность: 61 % при температуре 20 °С и значении кинематической вязкости 166,68 мм²/с, 1,8 % при температуре 100 °С и значении кинематической вязкости 4,6432 мм²/с, 22 % при температуре 150 °С и значении кинематической вязкости 20,067 мм²/с), чем при полиномиальной (70 % при температуре 20 °С и значении кинематической вязкости 166,68 мм²/с, 10 % при температуре 100 °С и значении кинематической вязкости 4,6432 мм²/с, 816 % при температуре 150 °С и значении кинематической вязкости 20,067 мм²/с).

В таблице 4 приведены оценки относительной расширенной неопределённости измерений кинематической вязкости жидкости на усовершенствованном эталонном комплексе для некоторых исследованных жидкостей.

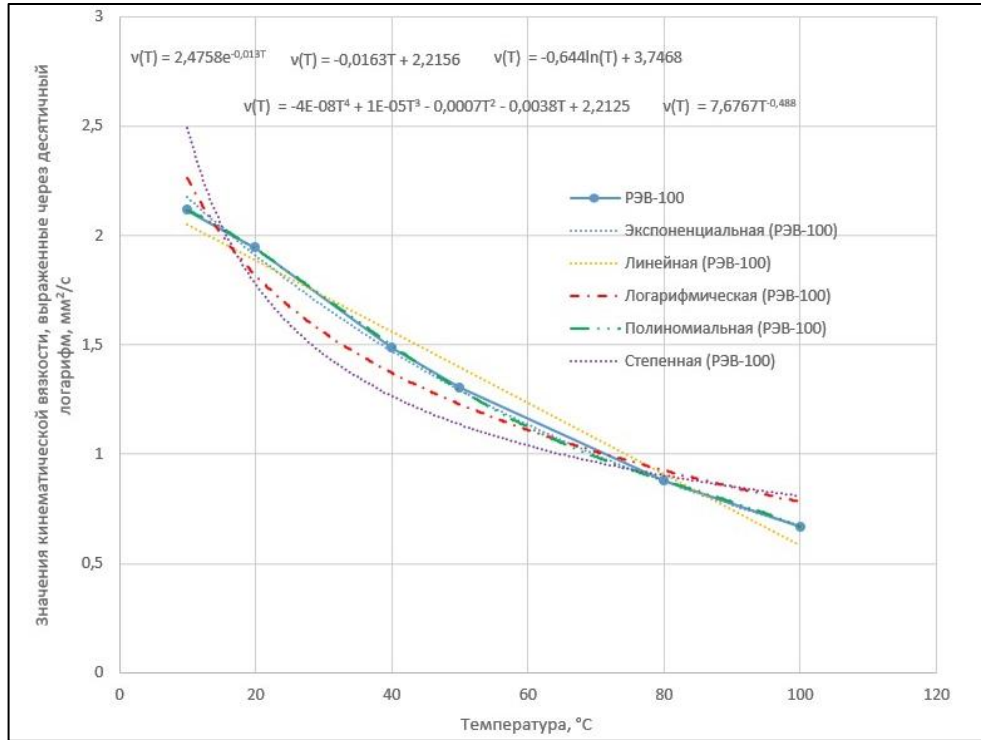


Рисунок 2 – Выбор функции аппроксимации

Таблица 4 – Оценки относительной расширенной неопределённости измерений кинематической вязкости жидкости на усовершенствованном эталонном комплексе

Параметр	Жидкость							
	ПАО-170		РЭВ-20		РЭВ-100000		РЭВ-30000	
Постоянная C , $\text{мм}^2/\text{с}^2$	52,368	50,179	0,04831	0,048580	52,368	50,179	0,17987	0,15644
Относительная стандартная неопределённость постоянной C , u_{rC}	$5,68 \cdot 10^{-4}$		$3,15 \cdot 10^{-4}$		$1,14 \cdot 10^{-3}$		$4,74 \cdot 10^{-4}$	
Коэффициент чувствительности, $\frac{\partial v}{\partial C} = \bar{\tau} \frac{g_{\text{ми}}}{g_{\text{н}}}$	659,39	688,15	420,16	417,71	659,39	688,15	420,16	416,23
Постоянная B , мм^2			0,38	0,38				
Относительная стандартная неопределённость постоянной B , u_{rB}			$9,56 \cdot 10^{-4}$	$9,59 \cdot 10^{-4}$				
Коэффициент чувствительности, $\frac{\partial v}{\partial B} = -\frac{1}{\bar{\tau}}$			$-2,38 \cdot 10^{-3}$	$-2,40 \cdot 10^{-3}$				
Время истечения, $\bar{\tau}$, с	658,58	687,31	419,65	417,20	1954,12	2039,19	361,55	415,72
Относительная стандартная неопределённость измерений времени истечения, $u_{r\bar{\tau}}$	$1,01 \cdot 10^{-4}$	$1,01 \cdot 10^{-4}$	$1,02 \cdot 10^{-4}$	$1,02 \cdot 10^{-4}$	$1,01 \cdot 10^{-4}$	$1,01 \cdot 10^{-4}$	$1,03 \cdot 10^{-4}$	$1,03 \cdot 10^{-4}$
Коэффициент чувствительности, $\frac{\partial v}{\partial \bar{\tau}} = C \frac{g_{\text{ми}}}{g_{\text{н}}} + \frac{B}{\bar{\tau}^2}$	52,43	50,24	0,05	0,05	52,43	50,24	0,18	0,16
Температура измерений, $^{\circ}\text{C}$	$-40,00 \pm 0,02$		$20,00 \pm 0,01$		$20,00 \pm 0,01$		$150,00 \pm 0,05$	
Относительная стандартная неопределённость температуры, u_{rT}	$-2,74 \cdot 10^{-4}$		$2,89 \cdot 10^{-4}$		$2,89 \cdot 10^{-4}$		$1,92 \cdot 10^{-4}$	
Коэффициент чувствительности, $\frac{\partial v}{\partial T}$	-3402,77		-0,30		-5564,03		-1,99	
Кинематическая вязкость исследуемой жидкости, ν , $\text{мм}^2/\text{с}$	34531		20,294		102455		65,114	
Относительная стандартная неопределённость измерений кинематической вязкости исследуемой жидкости, $u_{r\nu}$	$1,23 \cdot 10^{-3}$		$3,42 \cdot 10^{-4}$		$1,19 \cdot 10^{-3}$		$1,01 \cdot 10^{-3}$	
Относительная расширенная неопределённость измерений кинематической вязкости, $U_{R\nu}$, при $k=2$	$2,4 \cdot 10^{-3}$		$6,8 \cdot 10^{-4}$		$2,4 \cdot 10^{-3}$		$2,0 \cdot 10^{-3}$	

В целях совершенствования метрологического обеспечения измерений вязкости жидких сред в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С и на основании результатов теоретических исследований разработаны и утверждены документы:

– СК 03-2302в-01Т-2019 «Методика калибровки вискозиметров стеклянных капиллярных образцовых, входящих в состав эталонных комплексов, предназначенных для хранения и передачи единицы кинематической вязкости жидкости»;

– СК 03-2302в-02Т-2019 «Методика калибровки эталонных комплексов, предназначенных для хранения и передачи единицы кинематической вязкости жидкости».

По результатам совершенствования и исследований метрологических характеристик в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 150 °С эталонный комплекс, предназначенный для хранения и передачи единицы кинематической вязкости жидкости, признан соответствующим уровню рабочих эталонов первого разряда по ГОСТ 8.025-96, регистрационный номер эталона № 3.1.ZZB.0299.2019.

Усовершенствованный Государственный рабочий эталон единицы кинематической вязкости жидкости первого разряда в диапазоне значений от 0,4 до $1,0 \cdot 10^5$ мм²/с и диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 150 °С прослеживается к Государственному первичному эталону единиц динамической и кинематической вязкости жидкости (ГЭТ 17-2018).

При разработке и исследовании Государственного рабочего эталона единиц динамической и кинематической вязкости жидкости в диапазоне значений от 0,4 до $4,0 \cdot 10^4$ мПа·с (мм²/с) и в диапазоне значений температуры от минус 15 °С до 100 °С в качестве основного средства, входящего в состав создаваемого эталона, выбран вискозиметр Штабингера SVM 3000 производства фирмы «Anton Paar GmbH», Австрия.

SVM определяет динамическую вязкость и плотность исследуемой жидкости одновременно и при одних и тех же условиях, а также автоматически осуществляет расчёт кинематической вязкости.

Внешний вид основных и вспомогательных технических средств эталонного комплекса приведён на рисунке 3.



Рисунок 3 – Внешний вид основных и вспомогательных технических средств эталонного комплекса

Процедура определения действительных метрологических характеристик и оценки соответствия создаваемого государственного рабочего эталона уровню второго разряда подробно изложена в разработанной и утвержденной методике калибровки СК-03-2302в-03Т-2019 «Методика калибровки вискозиметра Штабингера SVM 3000».

В таблице 5 представлены результаты определения относительной погрешности и относительной расширенной неопределённости измерений динамической и кинематической вязкости жидкости SVM.

Таблица 5 – Результаты определения относительной погрешности и относительной расширенной неопределённости измерений динамической и кинематической вязкости жидкости на вискозиметре Штабингера SVM 3000

T, °C	$\delta\eta(v)_{SVM}, \%$	$U_{R\eta(v)SVM}, \%$	T, °C	$\delta\eta(v)_{SVM}, \%$	$U_{R\eta(v)SVM}, \%$
-40	$\pm 1,9$	1,8	-15	$\pm 0,5$	0,5
-35	$\pm 1,6$	1,5	-10	$\pm 0,4$	0,4
-30	$\pm 1,4$	1,4	20	$\pm 0,3$	0,2
-25	$\pm 1,1$	1,0	40	$\pm 0,3$	0,3
-20	$\pm 0,7$	0,6	100	$\pm 0,4$	0,4

По результатам калибровки установлено, что вискозиметр Штабингера SVM 3000 заводской номер № 81217496 соответствует уровню эталона второго разряда по ГОСТ 8.025-96 в диапазоне значений температуры от минус 15 °C до 100 °C.

Таким образом, на основании положительных результатов калибровки данный вискозиметр аттестован в качестве Государственного рабочего эталона единиц динамической и кинематической вязкости жидкости в диапазоне значений от 0,4 до $4,0 \cdot 10^4$ мПа·с ($\text{мм}^2/\text{с}$) в диапазоне температуры от минус 15 °C до 100 °C, регистрационный номер эталона № 3.1.ZZV.0301.2019.

На основе полученных результатов исследований метрологических характеристик усовершенствованного государственного рабочего эталона первого разряда и разработанного государственного эталона второго разряда проведена актуализация документа МИ 1289-89 «МИ. ГСИ. Жидкости градуировочные для поверки вискозиметров. Метрологическая аттестация».

На основе анализа современных СИ плотности, основанных на вибрационном методе, с учётом требований, предъявляемых к характеристикам точности СО, выбраны два СИ:

- вискозиметр Штабингера SVM 3000, предназначенный для применения в диапазоне значений температуры от минус 40 °C до 20 °C;
- анализатор плотности DMA 4200M, предназначенный для применения в диапазоне значений температуры от 20 °C до 150 °C.

С применением усовершенствованного и разработанного государственных рабочих эталонов первого и второго разряда проведены исследования зависимости динамической, кинематической вязкости и плотности СО, производимых ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» и определены математические модели аппроксимирующих функций.

Материалы 2 раздела опубликованы в работах [11, 12, 26].

В третьем разделе «Разработка и исследование стандартных образцов в интервале допускаемых аттестованных значений вязкости от 15 до $6 \cdot 10^4$ мПа·с ($\text{мм}^2/\text{с}$) и в диапазонах значений температуры от минус 40 °C до минус 5 °C и от 100 °C до 150 °C» проанализированы метрологические характеристики отечественных и зарубежных СО и установлено, что в настоящее время в РФ не производятся стабильные и однородные СО, аттестуемые в диапазонах значений температуры от минус 40 °C до минус 5 °C и от 100 °C до 150 °C.

По результатам анализа материалов СО, аттестуемых при температурах ниже 0 °C, установлено, что в качестве материала образца ВЖ-НТ-ПА применяется моторное масло ТНК Revolut D2 SAE 10W-40. Однако, моторные масла представляют собой смазочные материалы, состоящие из основы (базовых масел) и комплекса присадок, позволяющего улучшить эксплуатационные свойства конечного продукта.

Несмотря на основное назначение присадок – предотвращение изменения свойств масла и защиты поверхностей рабочей среды – при длительном использовании свойства присадок все же претерпевают изменения, поэтому применение моторных масел в качестве материала СО является не самым удачным решением.

О непригодности применения моторного масла в качестве материала СО свидетельствуют и экспериментальные результаты исследования сходимости измеренных значений и зависимости вязкости от скорости сдвига.

По результатам проведённых исследований также было установлено, что данное моторное масло, содержащее пакет присадок, является неньютоновской жидкостью, т.е. имеется

зависимость динамической вязкости моторного масла ТНК 10W-40 от скорости сдвига.

На рисунке 4 приведены результаты исследований повторяемости измеренных значений и зависимость динамической вязкости ТНК 10W-40 от скорости вращения измерительного ротора в диапазоне значений от 0 до 60 мин⁻¹. При проведении данных исследований применялся разработанный защитный кожух, предназначенный для минимизации влияния внешних факторов (заявка на полезную модель № 2019124276 от 30.07.2019 г.).

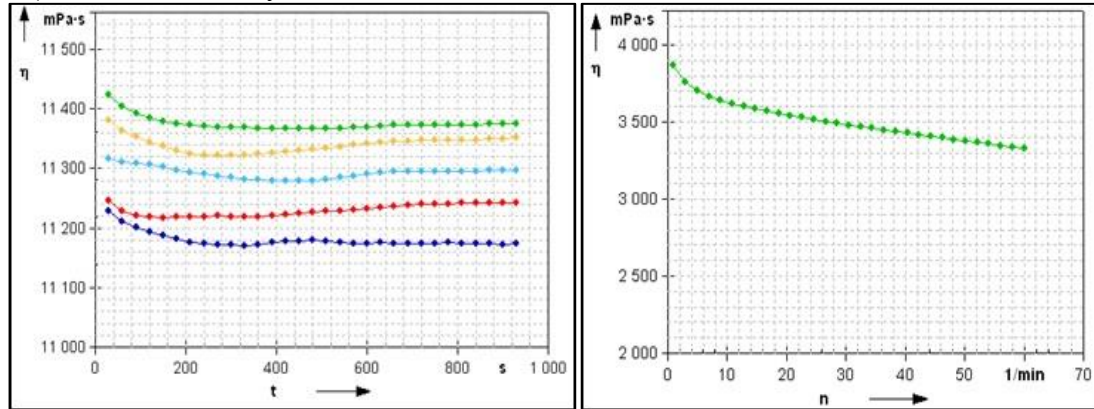


Рисунок 4 – Результаты исследований повторяемости измеренных значений динамической вязкости образца, произведённого на основе моторного масла ТНК при постоянной скорости сдвига (слева) и зависимость динамической вязкости образца на основе моторного масла ТНК 10W-40 от скорости вращения измерительного ротора (сдвига (справа))

Таким образом, сделан вывод о том, что применение готовых моторных масел является неприемлемым вариантом для производства СО вязкости жидкости, так как содержащиеся в масле присадки негативно влияют на стабильность и однородность такого материала, к тому же такие масла являются неньютоновскими жидкостями, что влечет за собой необходимость чёткой фиксации в эксперименте скорости сдвига.

Для производства низкотемпературных СО были отобраны базовые синтетические моторные масла 4-й группы – полиальфаолефины.

На рисунке 5 представлены результаты исследований повторяемости измеренных значений и зависимости динамической вязкости исследованных образцов на основе моторного масла и полиальфаолефина от скорости сдвига.

В ходе проведения исследований также было установлено, что данное базовое масло, не содержащее пакета присадок, является ньютоновской жидкостью, т.е. не имеется зависимости динамической вязкости от скорости сдвига (исследование проведено в диапазоне скоростей вращения измерительного ротора от 1 до 60 мин⁻¹).

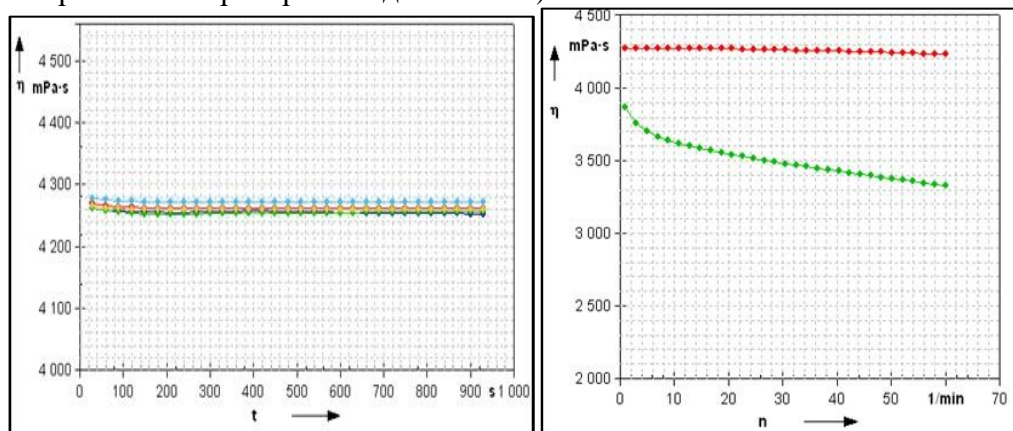


Рисунок 5 – Результаты исследований повторяемости измеренных значений динамической вязкости образцов, произведённых на основе моторного масла ТНК и полиальфаолефина при постоянной скорости сдвига (слева) и зависимость динамической вязкости образцов на основе моторного масла ТНК 10W-40 и полиальфаолефина от скорости вращения измерительного ротора (сдвига (справа))

При проведении измерений кинематической вязкости синтетических базовых и моторных масел визуально было установлено, что в материале моторного масла, залитого в капиллярный стеклянный вискозиметр и помещенного в термостатическую ванну, в которой была установлена температура минус 30 °С, происходят изменения структуры, т.е. масло из жёлтой прозрачной жидкости превращается в бело-жёлтую помутневшую субстанцию. Такого эффекта не наблюдается при помещении в те же условия полиальфаолефиновых масел (рисунок 6).

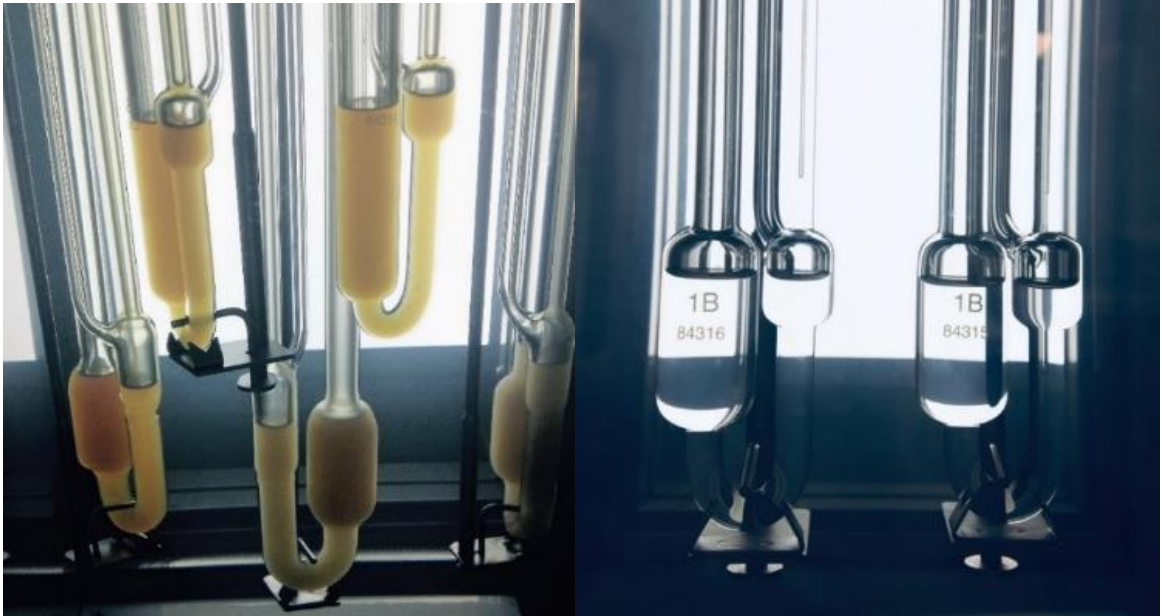


Рисунок 6 – Моторные масла и полиальфаолефины, помещённые в капиллярном стеклянном вискозиметре в термостатическую ванну при температуре минус 30 °С

В результате проведенных исследований были разработаны три низкотемпературных образца вязкости: РЭВ-ВНИИМ 50, РЭВ-ВНИИМ-100 и РЭВ-ВНИИМ-200.

Для производства образцов в диапазоне значений температуры от 100 °С до 150 °С выбраны утверждённые СО РЭВ-10000, РЭВ-30000 и РЭВ-60000 с целью их исследования и обоснования применимости в качестве СО, аттестуемых в диапазоне значений температуры от 20 °С до 150 °С.

Определение аттестованных значений динамической и кинематической вязкости образцов проводилось с применением усовершенствованного Государственного рабочего эталона единицы кинематической вязкости жидкости первого разряда.

Измерение плотности образцов в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 20 °С проводилось на вискозиметре Штабингера, а в диапазоне значений от 20 °С до 150 °С на анализаторе плотности DMA 4200 М.

Методика аттестации партий низкотемпературных и высокотемпературных СО вязкости жидкости подробно изложена в ТУ 4381-053-02566450-2019.

Относительная расширенная неопределённость аттестованных значений кинематической вязкости разработанных стандартных образцов определялась по уравнению 12:

$$U_{Rv} = k \sqrt{u_{rchar}^2 + u_{rib}^2 + u_{rbb}^2 + u_{rts}^2}, \quad (12)$$

где k – коэффициент охвата; u_{rchar} – относительная стандартная неопределённость измеренного значения кинематической вязкости СО; u_{rib} – относительная стандартная неопределённость, обусловленная внутриэкземплярной неоднородностью; u_{rbb} – относительная стандартная неопределённость, обусловленная межэкземплярной неоднородностью; u_{rts} – относительная стандартная неопределённость, обусловленная нестабильностью материала СО.

Метрологические характеристики разработанных СО, предназначенных для поверки, калибровки, градуировки СИ, испытаний СИ в целях утверждения типа, а также для контроля точности методов и методик измерений, представлены в таблице 6.

Таблица 6 – Метрологические характеристики СО

Наименование СО	Аттестованная характеристика	Интервал допускаемых аттестованных значений	Относительная расширенная неопределённость аттестованных значений, $k=2$, %, не превышает	Срок годности
СО РЭВ-ВНИИМ 50	динамическая вязкость, мПа·с кинематическая вязкость, мм ² /с	230 – 9300	0,4	1 год
СО РЭВ-ВНИИМ-100		395 – 20210		
СО РЭВ-ВНИИМ-200		530 – 39710		
СО РЭВ-ВНИИМ-10000		15 – 11 890	0,3	
СО РЭВ-ВНИИМ-30000		30 – 36260		
СО РЭВ-ВНИИМ-60000		45 – 64 900		

Разработанные СО были опробованы в более чем 10 метрологических работах, таких, как поверка, калибровка, испытания в целях утверждения типа СИ, что подтверждается соответствующими актами о внедрении результатов диссертации.

Материалы раздела опубликованы в работах [1 – 4, 7, 13 – 15, 18, 22 – 25, 27].

В четвёртом разделе «Актуализация государственной поверочной схемы для средств измерений вязкости жидкостей в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С» представлены результаты анализа, направленного на выявление иерархических связей эталонов, применяемых при передаче единиц динамической и кинематической вязкости от ГЭТ 17-2018 средствам измерений в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С, а также результаты исследований, позволяющие установить оптимальные соотношения погрешностей поверяемых и эталонных СИ.

При проведении анализа метрологических характеристик существующих СИ вязкости и эталонов, применяемых для их поверки, принимались во внимание такие характеристики, как:

- диапазон измерений вязкости;
- диапазон установления и поддержания температуры;
- пределы допускаемой погрешности средств измерений вязкости.

Приоритетные направления актуализации ГПС были сформированы на основе данных Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений (ФГИС «АРШИН», раздел СИ утверждённых типов) с учётом современных, поставляемых на мировой рынок СИ вязкости и тенденций развития измерительной техники в данной области измерений.

Предлагаемый проект актуализированной Государственной поверочной схемы для средств измерений вязкости жидкостей в части передачи размера величины в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С представлен на рисунке 7.

Проект актуализированной ГПС для СИ вязкости жидкостей содержит такую обновлённую информацию, как значения допускаемых погрешностей и относительной расширенной неопределённости, уточнённые названия и описания эталонов и СИ.

В проект внесены данные о том, что в качестве рабочих эталонов второго разряда могут быть признаны не только СО, но и СИ, обладающие соответствующими метрологическими характеристиками.

Актуализация Государственной поверочной схемы позволит повысить качество обеспечения единства измерений вязкости в Российской Федерации в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С.

Материалы 4 раздела опубликованы в работе [8].

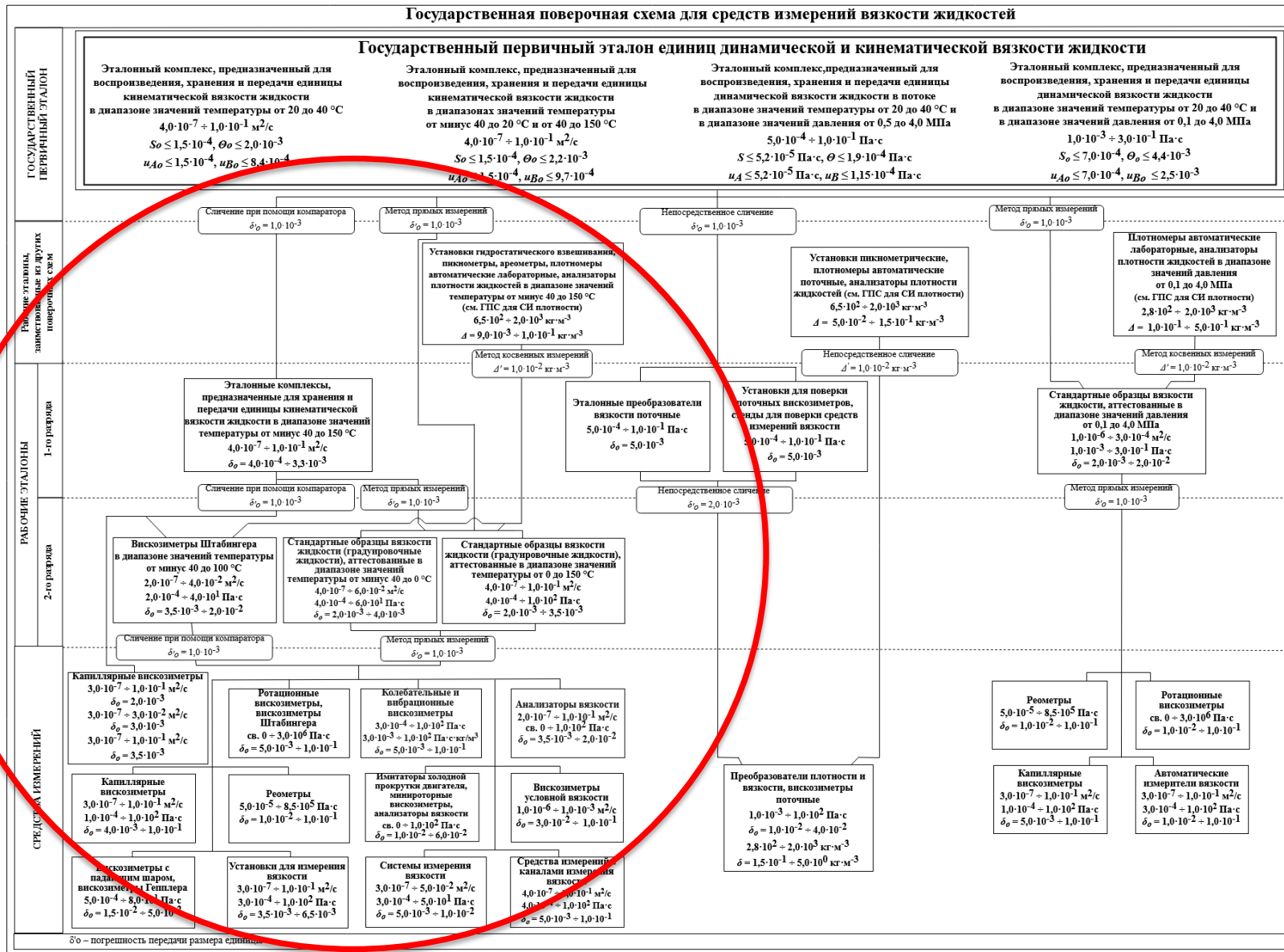


Рисунок 7 – Проект актуализированной ГПС для средств измерений вязкости жидкости

III ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В рамках выполненной диссертационной работы проведен комплекс исследований, направленных на совершенствование метрологического обеспечения измерений вязкости жидких сред в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С.

В диссертационной работе получены следующие результаты, имеющие научную новизну и практическую значимость:

- проведено совершенствование Государственного рабочего эталона единицы кинематической вязкости жидкости первого разряда в диапазоне значений от 0,4 до $1,0 \cdot 10^5$ мм²/с и исследованы его метрологические характеристики в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 150 °С;

- впервые исследованы метрологические характеристики вискозиметра Штабингера SVM 3000 в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 100 °С и разработан Государственный рабочий эталон единиц динамической и кинематической вязкости жидкости второго разряда в диапазоне значений от 0,4 до $4,0 \cdot 10^4$ мПа·с (мм²/с), представляющий собой средство измерений (техническое средство), а не стандартный образец;

- определены математические модели аппроксимирующих функций при исследовании зависимости вязкости и плотности жидкостей от температуры;

- разработаны методики калибровки эталонного комплекса, вискозиметров стеклянных капиллярных образцовых и вискозиметра Штабингера SVM 3000 регламентируют порядок определения и подтверждения действительных метрологических характеристик объектов калибровки;

- разработан проект актуализированных методических указаний по метрологической аттестации градуировочных жидкостей для поверки вискозиметров, соответствующий современным требованиям к средствам поверки;

- проведено исследование зависимости динамической вязкости базовых и моторных масел от скорости сдвига измерительного ротора, по результатам которого определены материалы для производства низкотемпературных СО;

- получены результаты исследований вязкости новых стандартных образцов в диапазонах значений температуры от минус 40 °С до минус 5 °С и от 100 °С до 150 °С, а также изучена зависимость динамической и кинематической вязкости, плотности стандартных образцов, производства ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» от температуры;

- разработаны Государственные рабочие эталоны второго разряда единиц динамической и кинематической вязкости жидкости в интервале допускаемых аттестованных значений вязкости от 15 до $6 \cdot 10^4$ мПа·с (мм²/с) и диапазонах значений температуры от минус 40 °С до минус 5 °С и от 100 °С до 150 °С, которые позволили решить проблему отсутствия стабильных и однородных СО – средств поверки для СИ вязкости в данных интервалах температуры, за счёт чего увеличилось количество типов метрологически обеспечиваемых СИ, что, в свою очередь, создало основу для развития системы обеспечения единства измерений вязкости в РФ;

- разработан проект актуализированной Государственной поверочной схемы для средств измерений вязкости жидкостей в части передачи размера величины в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С позволяющий повысить качество обеспечения единства измерений вязкости в Российской Федерации.

Разработанные и внедренные государственные разрядные эталоны, хранящие и передающие единицы динамической и кинематической вязкости жидкости в диапазонах значений температуры от минус 40 °С до минус 5 °С и от 100 °С до 150 °С, позволили увеличить количество типов метрологически обеспечиваемых СИ, что, в свою очередь, создало основу для развития системы обеспечения единства измерений в данной области.

Разработанные и исследованные СО решили не только проблему отсутствия средств поверки для вискозиметрических приборов в диапазонах значений температуры от минус 40 °С до минус 5 °С и от 100 °С до 150 °С, но и позволили инициировать сличения национальных эталонов единицы кинематической вязкости жидкости. Предложение об организации международных сличений было озвучено представителями ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» 13.05.2019 г. в г. Севре (Франция) на заседании рабочей группы ССМ.WGDV.

IV ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Статьи в ведущих рецензируемых научных журналах и изданиях из перечня ВАК

1. Неклюдова, А. А. Государственный первичный эталон единицы кинематической вязкости жидкости ГЭТ 17-96. / Демьянов А. А., Неклюдова А. А. // Приборы, 2016. № 5С. – 38-40.
2. Цурко, А. А. Состояние метрологического обеспечения измерений вязкости нефтепродуктов. / А. А. Цурко, А. А. Демьянов // Измерительная техника, 2014. № 4. – С. 65-66.
3. Неклюдова, А. А. Метрологическое обеспечения измерений вязкости жидкостей. / А. А. Неклюдова, А. А. Демьянов // Металлообработка, 2017. №5 (101)/2017. – С. 44-48.
4. Цурко, А. А. О поверке имитаторов CCS-2100 и CCS-2100LT холодной прокрутки двигателя. / А. А. Цурко // Автомобильная промышленность, 2015. – № 10, – С. 35-37.

Статьи в научных журналах, индексируемых Web of Science и Scopus

5. Tsurko, A. A. «Supplementary comparisons of COOMET in the field of measurements of liquids kinematical viscosity COOMET.M.V-S2» / A. A. Demyanov, A. A. Tsurko // Metrologia, Volume 54, Technical Supplement.
6. Tsurko, A. A. «Supplementary comparisons of COOMET in the field of measurements of liquids kinematical viscosity COOMET.M.V-S1» / A. A. Demyanov, A. A. Tsurko // Metrologia, Volume 54, Technical Supplement.
7. Tsurko, A. A., Dem'yanov A. A. «The state of measurement assurance of measurements of the viscosity of petroleum products». Measurement Techniques, 2014. – Т. 56, № 4. – р. 466-467.

Статьи в прочих изданиях и материалы конференций

8. Неклюдова, А. А. Обеспечение единства измерений вязкости – важнейшее условие повышения качества нефтепродуктов. / Неклюдова, А. А., Демьянов А. А., Сулаберидзе В. Ш. // Качество. Инновации. Образование, 2017. – № 3(142). – С. 28-33.
9. Цурко, А. А. Государственный первичный эталон единицы кинематической вязкости жидкости в диапазоне от $4 \cdot 10^{-7} \div 1 \cdot 10^{-1} \text{ м}^2/\text{с}$ (ГЭТ 17-96). / А. А. Демьянов, А. А. Цурко // Российская метрологическая энциклопедия. В двух томах. 2-е издание. СПб.: Гуманистика, 2015. – С. 380-382.
10. Неклюдова, А.А. Совершенствование обеспечения единства измерений вязкости жидких сред в диапазоне температур от минус 40 °С до 150 °С /А.А. Неклюдова, А.А. Демьянов, В.Ш. Сулаберидзе // Мир измерений, 2017. – №2, – С. 16-21.
11. Неклюдова А. А. Совершенствование обеспечения единства измерений вязкости жидких сред в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С /А.А. Неклюдова, А.А. Демьянов, В.Ш. Сулаберидзе // Международный научно-исследовательский журнал «Евразийский Союз Учёных». N 6(63), 1 ч., 2019. – с. 48-53.
12. Цурко, А. А. Исследование метрологических характеристик ротационного метода определения динамической вязкости жидкости. / А. А. Цурко, А. А. Демьянов // Сб. трудов XI сессии международной научной школы «Фундаментальные и прикладные проблемы надёжности и диагностики машин и механизмов». — ИП МАШ РАН. СПб, 2013. – С. 78-82.
13. Цурко, А. А. Состояние метрологического обеспечения измерений вязкости. / А. А. Демьянов, А. А. Цурко // Сборник тезисов Третьей Всероссийской конференции «Метрология и стандартизация нефтегазовой отрасли – 2013». СПб, 2013. – С. 44.
14. Цурко, А. А. Проблемы метрологического обеспечения измерений вязкости. / А. А. Цурко // Сборник трудов VI Научно-практической конференции «Инновационные технологии и технические средства специального назначения – Специальные технологии для освоения глубин Мирового Океана», БГТУ. СПб., 2013. – С. 104-106.
15. Цурко, А. А. Исследование метрологических характеристик реометра Physica MCR 301. / А. А. Цурко // Сборник трудов VI ОМНТК "Молодежь. Техника. Космос", СПб., 2013. – С. 246-247.
16. Цурко, А. А. История развития измерений вязкости. / А. А. Цурко // Материалы 27 симпозиума по реологии, Реологическое общество им. Г.В. Виноградова, ФГБУН Институт нефтехимического синтеза им. А.В. Топчиева РАН, МГУ им. М. В. Ломоносова. Тверь, 2014. – С. 70-71.

17. Цурко, А. А. Государственный первичный эталон единицы вязкости жидкостей. / А. А. Демьянов, А. А. Цурко // Материалы 27 симпозиума по реологии, Реологическое общество им. Г.В. Виноградова, ФГБУН Институт нефтехимического синтеза им. А.В. Топчиева РАН, МГУ им. М. В. Ломоносова. Тверь, 2014. – С. 72-73.
18. Цурко, А. А. Стандартные образцы для контроля метрологических характеристик средств измерений параметров нефти и нефтепродуктов. / А. А. Цурко, А. А. Демьянов // Материалы 27 симпозиума по реологии, Реологическое общество им. Г.В. Виноградова, ФГБУН Институт нефтехимического синтеза им. А.В. Топчиева РАН, МГУ им. М. В. Ломоносова. Тверь, 2014. –С. 186-187.
19. Цурко, А. А. Стандартные образцы для контроля метрологических характеристик средств измерений параметров нефти и нефтепродуктов. / А. А. Демьянов, А. А. Цурко // Сборник трудов Второй международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях». Екатеринбург, 2015. – С. 151.
20. Неклюдова, А. А. Государственный первичный эталон единицы кинематической вязкости жидкости ГЭТ 17-96. / А. А. Демьянов, А. А. Неклюдова // Материалы 28 симпозиума по реологии, Реологическое общество им. Г. В. Виноградова, ФГБУН Институт нефтехимического синтеза им. А. В. Топчиева РАН, МГУ им. М. В. Ломоносова. Москва, 2016. – С. 74-75.
21. Неклюдова, А. А. Роль ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» в области обеспечения единства измерений вязкости жидкостей. / А. А. Демьянов, А. А. Неклюдова // Материалы 28 симпозиума по реологии, Реологическое общество им. Г. В. Виноградова, ФГБУН Институт нефтехимического синтеза им. А. В. Топчиева РАН, МГУ им. М. В. Ломоносова. Москва, 2016. – С. 76-77.
22. Neklyudova, A. Improvement unity of measurement of the viscosity liquid medium in the ranges of temperature minus 40 °C to minus 5 °C and 100 °C to 150 °C. / A. Neklyudova, A. Demyanov // Proceedings of VII International Competition of COOMET «The Best Young Metrologist». Astana, Kazakhstan, 2017. – С. 45-48.
23. Неклюдова, А. А. Стандартные образцы вязкости жидкости в интервалах температуры от минус 35 °C до минус 5 °C и от 100 °C до 150 °C / А. А. Неклюдова, А. А. Демьянов, В. Ш. Сулаберидзе // Тезисы Международного научно-технического семинара «Математическая, статистическая и компьютерная поддержка качества измерений». СПб., 2018. – С. 106-109.
24. Neklyudova, A. A. Standard samples of liquid viscosity, certified in the temperature range from minus 35 °C to minus 5 °C and from 100 °C to 150 °C. / A. Neklyudova, A. Demyanov, V. Sh. Sulaberidze // Program book «The 7th pacific Rim Conference on Rheology». JEJU, 2018. – p. 70.
25. Неклюдова, А. А. Стандартные образцы состава и свойств для определения параметров качества нефти и нефтепродуктов / А. А. Демьянов, А. А. Неклюдова // Тезисы докладов III Международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях». Екатеринбург, 2018. – С. 56-57.

Список заявок на регистрацию интеллектуальной собственности

26. Устройство для установления стеклянных капиллярных вискозиметров в термостатическую ванну (термостат), заявка на полезную модель № 2019100656 от 10.01.2019 г.;
27. Защитный кожух для измерительной ячейки типа коаксиальные цилиндры, заявка на полезную модель № 2019124276 от 30.07.2019 г.

Список разработанных нормативных документов

28. СК 03-2302в-01Т-2019 «Методика калибровки вискозиметров стеклянных капиллярных образцовых, входящих в состав эталонных комплексов, предназначенных для хранения и передачи единицы кинематической вязкости жидкости»;
29. СК 03-2302в-02Т-2019 «Методика калибровки эталонных комплексов, предназначенных для хранения и передачи единицы кинематической вязкости жидкости»;
30. СК 03-2302в-03Т-2019 «Методика калибровки вискозиметра Штабингера SVM 3000».