

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
им. Д. И. Менделеева»

На правах рукописи



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))

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель: доктор технических наук,
старший научный сотрудник,
Сулаберидзе Владимир Шалвович

Санкт-Петербург, 2019

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение.....	4
1. Анализ состояния метрологического обеспечения измерений вязкости жидких сред.....	12
1.1 Государственный первичный эталон единиц динамической и кинематической вязкости жидкости (ГЭТ 17-2018).....	14
1.2 Рабочие эталоны первого разряда.....	21
1.3 Рабочие эталоны, заимствованные из других поверочных схем.....	23
1.4 Рабочие эталоны второго разряда.....	24
1.5 Средства измерений вязкости жидкостей.....	27
Выводы к разделу 1.....	33
2 Разработка и совершенствование государственных рабочих эталонов единиц динамической и кинематической вязкости жидкости.....	35
2.1 Актуальность создания эталонов.....	35
2.2 Совершенствование Государственного рабочего эталона единицы кинематической вязкости жидкости первого разряда в диапазоне значений от 0,4 до $1,0 \cdot 10^5$ мм ² /с.....	35
2.3 Разработка и исследование Государственного рабочего эталона единиц динамической и кинематической вязкости жидкости в диапазоне значений от 0,4 до $4,0 \cdot 10^4$ мПа·с (мм ² /с) и в диапазоне значений температуры от минус 15 °С до 100 °С.....	62
2.4 Выбор и обоснование средств измерений плотности в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С.....	72
Выводы к разделу 2.....	74
3. Разработка и исследование стандартных образцов в интервале допускаемых аттестованных значений вязкости от 15 до $6 \cdot 10^4$ мПа·с (мм ² /с) и в диапазонах значений температуры от минус 40 °С до минус 5 °С и от 100 °С до 150 °С.....	76
3.1 Выбор материалов для приготовления стандартных образцов.....	76
3.2 Исследование характеристик образцов.....	94
Выводы к разделу 3.....	105
4 Актуализация государственной поверочной схемы для средств измерений вязкости жидкостей в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С.....	107
4.1 Государственный первичный эталон – эталонный комплекс, предназначенный для воспроизведения, хранения и передачи единицы кинематической вязкости жидкости в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 150 °С.....	107
4.2 Актуализация Государственной поверочной схемы для средств измерений вязкости жидкостей.....	108

Выводы к разделу 4.....	114
Заключение	115
Список сокращений	117
Список литературы	118
Приложение А. Акты о внедрении результатов диссертации	129
Приложение Б. Титульные листы разработанных и утверждённых методик калибровки СК 03-2302в-01Т-2019, СК 03-2302в-02Т-2019 и СК 03-2302в-03Т-2019.....	135
Приложение В. Свидетельство об аттестации эталона 3.1.ZZB.0299.2019	139
Приложение Г. Свидетельство об аттестации эталона 3.1.ZZB.0301.2019	141
Приложение Д. Проект актуализированного документа МИ 1289	143
Приложение Е. Результаты исследования зависимости динамической, кинематической вязкости и плотности от температуры стандартных образцов рэв, производимых ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»	155
Приложение Ж. Данные по однородности и стабильности исследованных материалов	163
Приложение И. Проекты описания типа на разработанные СО РЭВ-ВНИИМ.....	167

ВВЕДЕНИЕ

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 [1].

В настоящее время в России функционируют 32 крупных нефтеперерабатывающих завода (НПЗ) [2] 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 [3].

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») [4].

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 % [5].

В соответствии с Государственной программой «Развитие энергетики» [6] 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 и входят в сферу государственного регулирования

обеспечения единства измерений. Таким образом, в соответствии с Федеральным законом «Об обеспечении единства измерений» № 102-ФЗ [7], 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» [8], 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 и функциональностью 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) %¹ при коэффициенте охвата $k=2$ [9].

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 20 °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 диапазоне значений температуры от минус 40 °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,

¹ Значение относительной расширенной неопределённости зависит от температуры и интервала вязкости, в котором находится аттестованное значение.

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. Воларовича, Г.В. Виноградова и др.

Однако, проблема метрологического обеспечения СИ вязкости в интервалах температуры от минус 40 °С до 20 °С и от 100 °С до 150 °С в Российской Федерации не решена, что подтверждает 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 диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 150 °С, на основании нормативных документов [10 – 13].

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 ($\text{мм}^2/\text{с}$) 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 $1,0 \cdot 10^5$ $\text{мм}^2/\text{с}$ 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 ($\text{мм}^2/\text{с}$) 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 (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 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 $1,0 \cdot 10^5$ мм²/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 (мм²/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 $1,0 \cdot 10^5$ мм²/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 (мм²/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, представленными в Приложении А.

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.

1. АНАЛИЗ СОСТОЯНИЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ВЯЗКОСТИ ЖИДКИХ СРЕД

Вязкость – свойство жидкостей оказывать сопротивление перемещению одной её части относительно другой под влиянием приложенной внешней силы [14 – 17]. Таким образом, вязкость – мера внутреннего трения, которая главным образом зависит от химического состава и размера молекул вещества.

К наиболее распространённым методам измерения вязкости относят капиллярный [18], ротационный [19], метод падающего шара [20], вибрационный (колебательный или осцилляционный) [21], условный [22, 23]. В зависимости от применяемого метода измерения определяют значение кинематической, динамической или условной вязкости исследуемой жидкости [24, 25].

Многообразие методов измерения вязкости обусловило появление большой номенклатуры СИ вязкости. По состоянию на 01.06.2019 г. в Федеральном информационном фонде Росстандарта [26] содержатся сведения о более 200 утверждённых типов СИ вязкости, на каждый из которых разработана методика поверки, устанавливающая основные требования к организации и порядку её проведения.

В свою очередь, соподчинение всех этих СИ регламентируется ГОСТ 8.025-96 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений вязкости жидкостей» [8], которая имеет многоступенчатый порядок передачи размера единиц кинематической и динамической вязкости от Государственного первичного эталона и соответствует международному документу OIML D 17 «Hierarchy scheme for instruments measuring the viscosity of liquids» [27].

ГПС для средств измерений вязкости жидкостей в диапазоне от $4,0 \cdot 10^{-7}$ до $1,0 \cdot 10^{-1}$ м²/с для кинематической вязкости и от $4,0 \cdot 10^{-4}$ до $1,0 \cdot 10^2$ Па·с для динамической вязкости устанавливает порядок передачи размеров единицы кинематической вязкости – квадратного метра на секунду (м²/с) и единицы динамической вязкости – Паскаль-секунда (Па·с) от государственного первичного эталона при помощи рабочих эталонов средствам измерений с указанием погрешностей и основных методов поверки [8].

На рисунке 1.1 представлена действующая ГПС для средств измерений вязкости жидкостей.

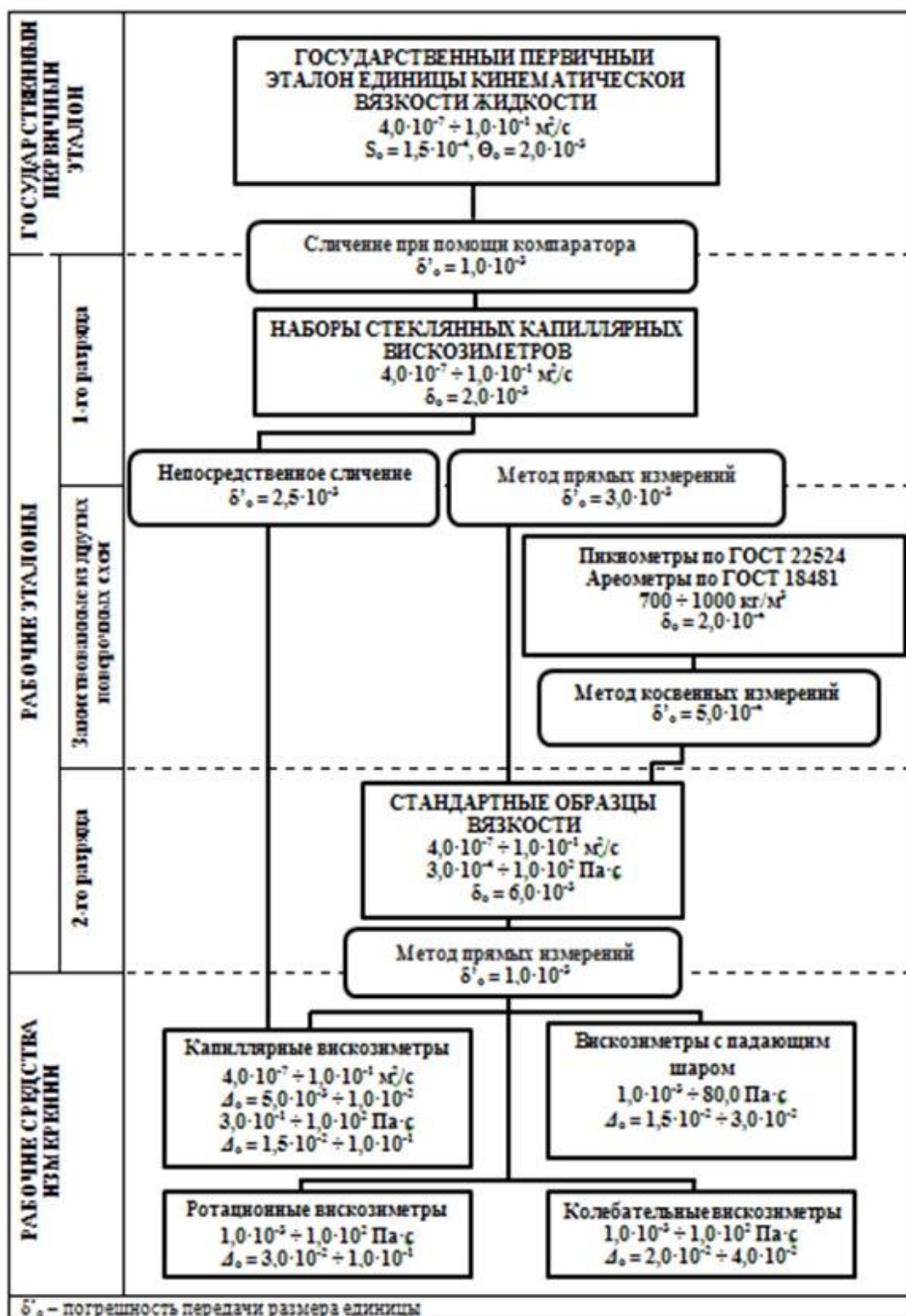


Рисунок 1.1 – Государственная поверочная схема для средств измерений вязкости жидкостей [8]

Действующая в настоящее время ГПС была разработана МТК 206, Всероссийским научно-исследовательским институтом метрологии им. Д.И. Менделеева, принята Межгосударствен-

ным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 4 октября 1966 г., введена в действие в качестве государственного стандарта РФ с 1 января 1998 г. Постановлением Комитета РФ по стандартизации, метрологии и сертификации от 21 января 1997 г.

За прошедшие 20 лет было разработано множество СИ вязкости, которые обладают лучшими метрологическими характеристиками, усовершенствованными конструкциями и интерфейсами, принципиально новыми подходами в данной области измерений. Таким образом, к настоящему времени ГОСТ 8.025-96 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений вязкости жидкостей» морально устарел, а значит, требуется его пересмотр и актуализация.

1.1 Государственный первичный эталон единиц динамической и кинематической вязкости жидкости (ГЭТ 17-2018)

Государственный первичный эталон единицы кинематической вязкости жидкости впервые в России был утверждён 25 февраля 1971 года, но имел некоторые недостатки:

- большую поправку на потерю жидкостью кинетической энергии (0,25 %);
- чувствительность к колебаниям поверхностного натяжения жидкости;
- небольшой диапазон измерений (до $3 \cdot 10^4$ мм²/с) [28].

С целью исключения вышеупомянутых недостатков дважды проводилось усовершенствование эталона в 1984 – 1985 гг. и в 1991 – 1994 гг. В результате всех проведённых мероприятий был создан эталон, состоящий из:

- набора из десяти групп, каждая из которых состоит из трёх стеклянных капиллярных эталонных вискозиметров типа Ubbelohde с «висячим уровнем» с длиной капилляра 550 мм;
- термостата жидкостного, предназначенного для установления и поддержания температуры жидкости в эталонных стеклянных капиллярных вискозиметрах;
- аппаратуры для измерения времени истечения жидкости;
- набора эталонных термометров;
- аппаратуры для контроля параметров окружающей среды, отвеса и т.д. [29].

Принцип действия эталона основан на измерении времени истечения определённого объёма жидкости через капилляр вискозиметра.

Значение кинематической вязкости исследуемой жидкости рассчитывают по формуле:

$$v = C \cdot \tau \cdot \left(1 - \frac{e}{\rho}\right) - \frac{B}{\tau}, \quad (1.1)$$

где v – кинематическая вязкость исследуемой жидкости, мм²/с; C – постоянная калибровки эталонного вискозиметра, мм²/с²; τ – время истечения исследуемой жидкости через капилляр эталонного вискозиметра, с; e – плотность воздуха, г/см³; ρ – плотность исследуемой

жидкости (г/см^3); B – постоянная вискозиметра, зависящая от потери жидкостью кинетической энергии (мм^2) [30 – 33].

Постоянная калибровки эталонного вискозиметра C определяется экспериментально по процедуре «step up», согласно которой постоянные первых двух групп эталонных вискозиметров, имеющих наименьший диаметр капилляра, определяют по известному значению кинематической вязкости свежеперегнанной дважды дистиллированной воды, принятому за опорное значение и равному $1,0034 \text{ мм}^2/\text{с}$ [34].

Постоянную вискозиметра, зависящую от потери жидкостью кинетической энергии, определяют по формуле:

$$B = \frac{m}{8 \cdot \pi \cdot (L + n \cdot R)}, \quad (1.2)$$

где r – радиус капилляра, мм; L – длина капилляра, мм; $\pi = 3,14$ – безразмерный коэффициент; m – безразмерный коэффициент, учитывающий «поправку на потерю жидкостью кинетической энергии»; n – поправка Куэтта [30].

Динамическую вязкость исследуемой жидкости определяют по формуле:

$$\eta = \nu \cdot \rho, \quad (1.3)$$

где η – динамическая вязкость исследуемой жидкости, $\text{мПа} \cdot \text{с}$ [35].

Метрологические характеристики ГЭТ 17-96 приведены в таблице 1.1.

Таблица 1.1 – Метрологические характеристики ГЭТ 17-96

Характеристика	Значение
Диапазон воспроизведения единицы, $\text{мм}^2/\text{с}$	от 0,4 до $1,0 \cdot 10^5$
Диапазон температуры, $^{\circ}\text{C}$	от 20 до 40
СКО, не превышает	$1,5 \cdot 10^{-4}$
НСП, не превышает	$2,0 \cdot 10^{-3}$
Относительная расширенная неопределённость, $k=2$, не превышает	$1,7 \cdot 10^{-3}$

Степень эквивалентности ГЭТ 17-96 подтверждена положительными результатами международных сличений, проведённых по Программе сличений Консультативного Комитета по Массе и связанных величин Международного бюро мер и весов, а также сличений КООМЕТ. По итогам сличений эталон вязкости имеет 11 СМС строк (таблица 1.3) [36].

Постоянное развитие вискозиметрии и реологии, появление новых СИ требовало актуализации действующей ГПС для средств измерений вязкости жидкостей и расширения функциональных возможностей первичного эталона.

Исследования по совершенствованию Государственного первичного эталона единицы кинематической вязкости жидкости (ГЭТ 17-96) проводились в период с 2015 по 2018 гг. включительно и были направлены на:

– расширение калибровочных и измерительных возможностей РФ в области измерений вязкости;

– создание основы для метрологического обеспечения эталонов, в том числе СО и СИ вязкости жидкости в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С и избыточного давления до 4 МПа, а также в области поточной вискозиметрии;

– актуализацию Государственной поверочной схемы для средств измерений вязкости жидкостей.

В декабре 2018 года проведены государственные приёмочные испытания усовершенствованного эталона, результаты которых признаны удовлетворительными. На заседании НТК принято решение рекомендовать утвердить первичный эталон с новым названием: «Государственный первичный эталон единиц динамической и кинематической вязкости жидкости» в связи с расширением его функциональных возможностей.

Утверждённый ГЭТ 17-2018 [37] состоит из следующих эталонных комплексов:

– ЭК ГЭТ 17/1-КВИ, предназначенного для воспроизведения, хранения и передачи единицы кинематической вязкости в диапазоне значений температуры от 20 °С до 40 °С;

– ЭК ГЭТ 17/2-КВН, предназначенного для воспроизведения, хранения и передачи единицы кинематической вязкости в диапазонах значений температуры от минус 40 °С до 20 °С и от 40 °С до 150°С;

– ЭК ГЭТ 17/3-ДВП, предназначенного для воспроизведения, хранения и передачи единицы динамической вязкости жидкости в потоке в диапазоне значений температуры от 20 °С до 40 °С и в диапазоне значений давления от 0,5 МПа до 4,0 МПа;

– ЭК ГЭТ 17/4-ДВД, предназначенного для воспроизведения, хранения и передачи единицы динамической вязкости жидкости в диапазоне значений температуры от 20 °С до 40 °С и в диапазоне значений давления от 0,1 МПа до 4,0 МПа.

Общие виды эталонных комплексов представлены на рисунках 1.2 – 1.5.



Рисунок 1.2 – Общий вид ЭК ГЭТ 17/1-КВИ



Рисунок 1.3 – Общий вид ЭК ГЭТ 17/2-КВН

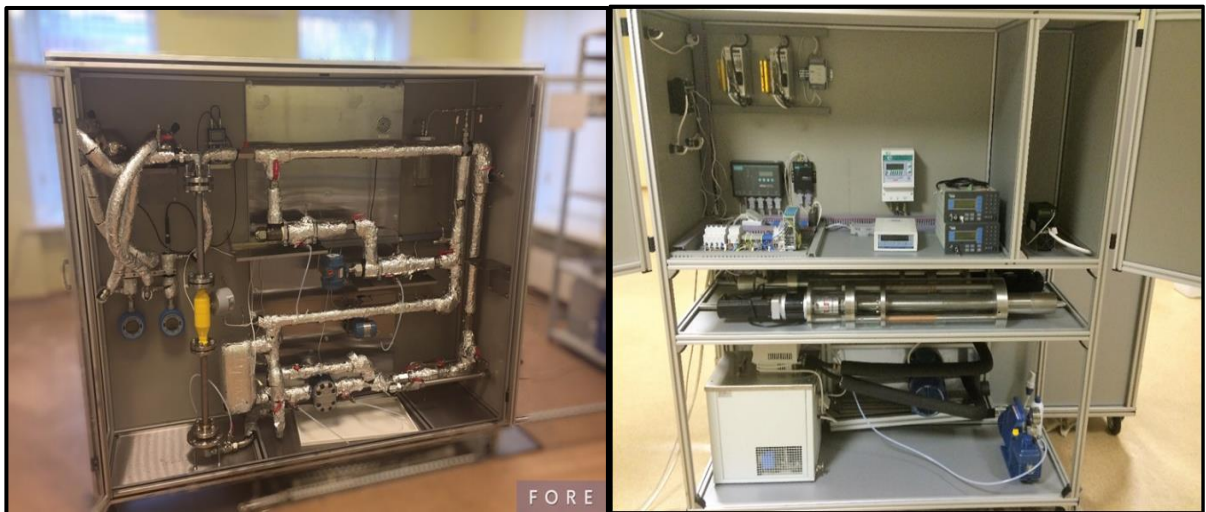


Рисунок 1.4 – ЭК ГЭТ 17/3-ДВП



Рисунок 1.5 – Общий вид ЭК ГЭТ 17/4-ДВД

Метрологические характеристики Государственного первичного эталона единиц динамической и кинематической вязкости жидкости приведены в таблице 1.2.

Таблица 1.2 – Метрологические характеристики эталона

Наименование метрологической характеристики	Значение
ЭК ГЭТ 17/1-КВИ	
Диапазон значений кинематической вязкости жидкости, в котором воспроизводится единица, мм ² /с	от $4,0 \cdot 10^{-1}$ до $1,0 \cdot 10^5$
Относительное СКО результата измерений (S_{vr}) при 10 независимых измерениях, не превышает	$1,5 \cdot 10^{-4}$
Относительная неисключённая систематическая погрешность (Θ_{vr}), не превышает	$2,0 \cdot 10^{-3}$
Относительная стандартная неопределённость по типу А, u_{vAr} , не превышает	$1,5 \cdot 10^{-4}$
Относительная стандартная неопределённость по типу В, u_{vBr} , не превышает	$8,4 \cdot 10^{-4}$
Относительная суммарная стандартная неопределённость, u_{vr} , не превышает	$8,5 \cdot 10^{-4}$
Относительная расширенная неопределённость при коэффициенте охвата, $k=2$ ($P=0,95$), U_{vR} , не превышает	$1,7 \cdot 10^{-3}$
ЭК ГЭТ 17/2-КВН	
Диапазон значений кинематической вязкости жидкости, в котором воспроизводится единица, мм ² /с	от $4,0 \cdot 10^{-1}$ до $1,0 \cdot 10^5$
Относительное СКО результата измерений (S_{vr}) при 10 независимых измерениях, не превышает	$1,5 \cdot 10^{-4}$
Относительная неисключённая систематическая погрешность (Θ_{vr}), не превышает	$2,2 \cdot 10^{-3}$
Относительная стандартная неопределённость по типу А, u_{vAr} , не превышает	$1,5 \cdot 10^{-4}$
Относительная стандартная неопределённость по типу В, u_{vBr} , не превышает	$9,7 \cdot 10^{-4}$
Относительная суммарная стандартная неопределённость, u_{vr} , не превышает	$9,8 \cdot 10^{-4}$
Относительная расширенная неопределённость при коэффициенте охвата, $k=2$ ($P=0,95$), U_{vR} , не превышает	$2,0 \cdot 10^{-3}$
ЭК ГЭТ 17/3-ДВП	
Диапазон значений динамической вязкости жидкости, в котором воспроизводится единица, мПа·с	0,5 – 100,0
СКО результата измерений (S_{η}) при 10 независимых измерениях, не превышает, мПа·с	$5,2 \cdot 10^{-2}$
Неисключённая систематическая погрешность (Θ_{η}), не превышает, мПа·с	0,19
Стандартная неопределённость по типу А, $u_{\eta A}$, не превышает, мПа·с	$5,2 \cdot 10^{-2}$
Стандартная неопределённость по типу В, $u_{\eta B}$, не превышает, мПа·с	0,115
Суммарная стандартная неопределённость, $u_{\eta r}$, не превышает, мПа·с	0,126
Расширенная неопределённость при коэффициенте охвата, $k=2$ ($P=0,95$), $U_{\eta R}$, не превышает, мПа·с	0,25
ЭК ГЭТ 17/4-ДВД	
Диапазон значений динамической вязкости жидкости, в котором воспроизводится единица, мПа·с	от 1,0 до 300,0
Относительное СКО результата измерений ($S_{\eta r}$) при 10 независимых измерениях, не превышает	$7,0 \cdot 10^{-4}$
Относительная неисключённая систематическая погрешность ($\Theta_{\eta r}$), не превышает	$4,4 \cdot 10^{-3}$
Относительная стандартная неопределённость по типу А, $u_{\eta Ar}$, не превышает	$7,0 \cdot 10^{-4}$
Относительная стандартная неопределённость по типу В, $u_{\eta Br}$, не превышает	$2,5 \cdot 10^{-3}$
Относительная суммарная стандартная неопределённость, $u_{\eta r}$, не превышает	$2,6 \cdot 10^{-3}$
Относительная расширенная неопределённость при коэффициенте охвата, $k=2$ ($P=0,95$), $U_{\eta R}$, не превышает	$5,2 \cdot 10^{-3}$

Таблица 1.3 – Калибровочные и измерительные возможности ГЭТ 17-96

МНИИ	Эталонная установка	Калибровочный, измерительный сервис				Диапазон или уровень			Неопределённость	
		код МКМВ	Измеряемая величина	Объект измерения, калибровки	Способ или метод	Min значение	Max значения	Единица	Уровень	Единица
VNIIM	ГЭТ 17-96	M.6.1.1.	Viscosity	Newtonian liquids	Reference liquids	1,2	6,0	mm ² /s	0,2	%
VNIIM	ГЭТ 17-96	M.6.1.1.	Viscosity	Newtonian liquids	Reference liquids	10	600	mm ² /s	0,25	%
VNIIM	ГЭТ 17-96	M.6.1.1.	Viscosity	Newtonian liquids	Reference liquids	1000	10000	mm ² /s	0,4	%
VNIIM	ГЭТ 17-96	M.6.1.1.	Viscosity	Newtonian liquids	Reference liquids	20000	100000	mm ² /s	0,5	%
VNIIM	ГЭТ 17-96	M.6.1.1.	Viscosity	Newtonian liquids	Reference liquids	0,9	4,8	mPa s	0,2	%
VNIIM	ГЭТ 17-96	M.6.1.1.	Viscosity	Newtonian liquids	Reference liquids	8	480	mPa s	0,25	%
VNIIM	ГЭТ 17-96	M.6.1.1.	Viscosity	Newtonian liquids	Reference liquids	800	7900	mPa s	0,4	%
VNIIM	ГЭТ 17-96	M.6.1.1.	Viscosity	Newtonian liquids	Reference liquids	16000	90000	mPa s	0,5	%
VNIIM	ГЭТ 17-96	M.6.2.1.	Viscosity	Capillary viscometers	Flow due to gravity	0,001	0,003	mm ² /s ²	0,1	%
VNIIM	ГЭТ 17-96	M.6.2.1.	Viscosity	Capillary viscometers	Flow due to gravity	0,01	0,3	mm ² /s ²	0,2	%
VNIIM	ГЭТ 17-96	M.6.2.1.	Viscosity	Capillary viscometers	Flow due to gravity	1	100	mm ² /s ²	0,3	%

В 2017 году ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» принял участие в сличениях с эталонами 24 лабораторий разных стран по программе «ASTM COOPERATIVE KINEMATIC VISCOSITY PROGRAM 2017», организатором которой являлась фирма «Cannon Instruments Company», США.

В качестве образцов жидкости применялись минеральные и полиальфаолефиновые масла, обладающие ньютоновским режимом течения.

На рисунках 1.6, 1.7 и 1.8 представлены диаграммы распределения результатов измерений кинематической вязкости образцов жидкости при температурах 20 °С, 40 °С и 100 °С.

Результаты, полученные во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», обозначены номером «53».

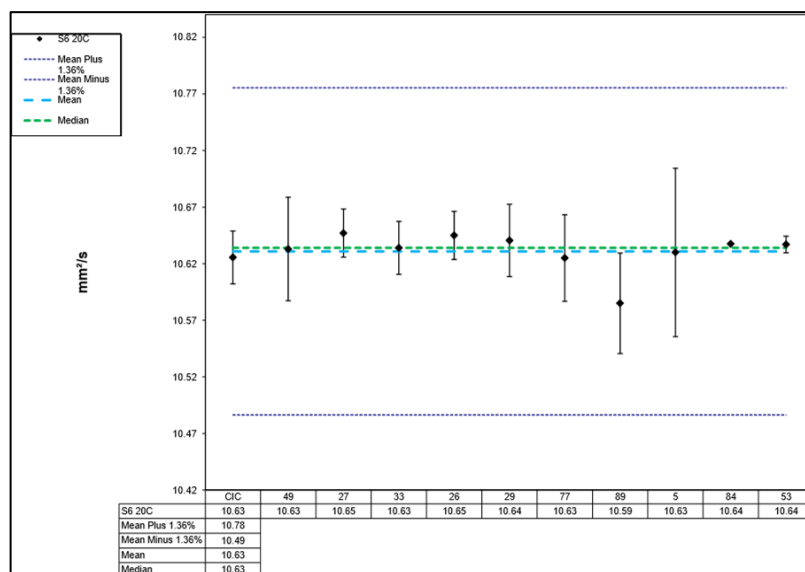


Рисунок 1.6 – Распределение результатов измерений кинематической вязкости образцов жидкости при температуре 20 °С

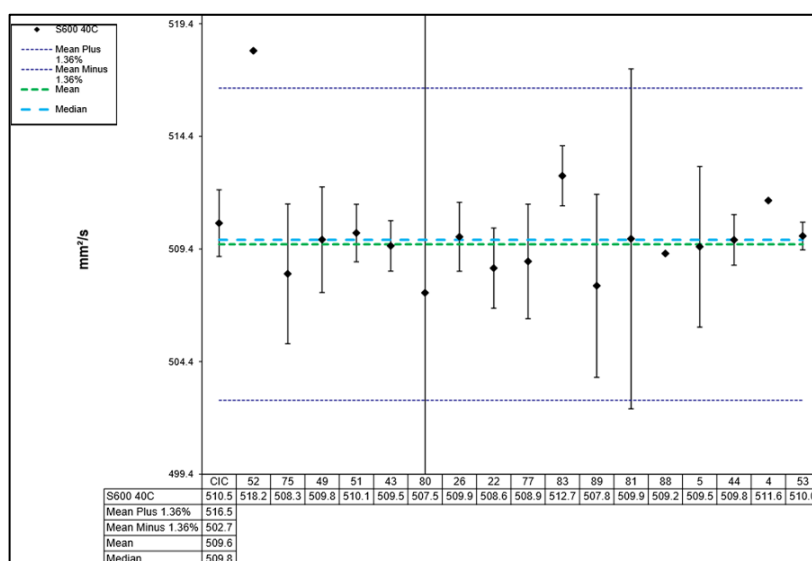


Рисунок 1.7 – Распределение результатов измерений кинематической вязкости образцов жидкости при температуре 40 °С

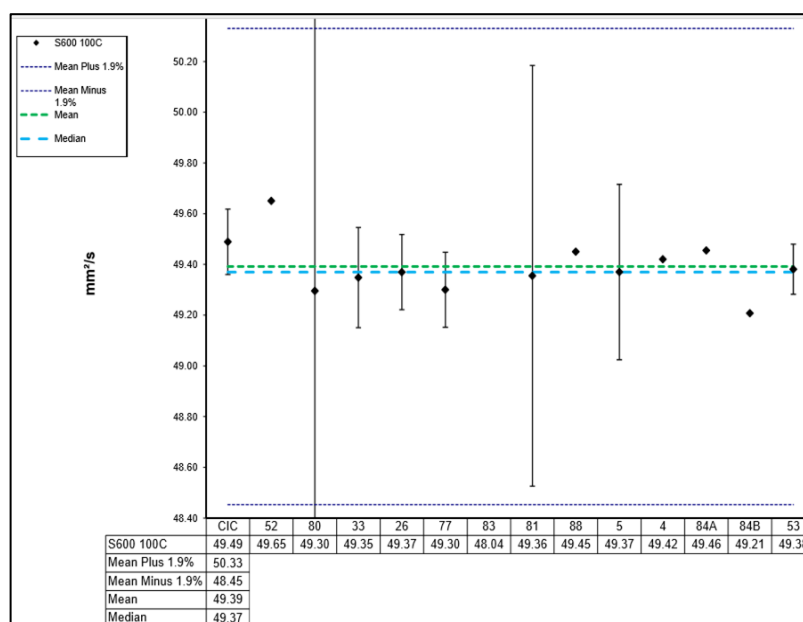


Рисунок 1.8 – Распределение результатов измерений кинематической вязкости образцов жидкости при температуре 100 °С

Результаты определения кинематической вязкости образцов жидкости, полученные во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», имеют наименьшие отклонения от опорных значений, полученных в данных сличениях, это говорит о том, что существующий и разработанный комплексы аппаратуры, основанные на капиллярном методе, позволяют воспроизводить с наивысшей в Российской Федерации точностью единицу кинематической вязкости жидкости в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С и создают основу для обеспечения единства измерений в данной области.

1.2 Рабочие эталоны первого разряда

В качестве рабочих эталонов первого разряда применяют наборы из десяти стеклянных капиллярных вискозиметров с «висячим уровнем» (рисунок 1.9) с диапазоном измерений от $4,0 \cdot 10^{-7}$ до $1,0 \cdot 10^{-1}$ м²/с [8].

Доверительные относительные погрешности рабочих эталонов первого разряда не превышают $\pm 0,2$ % при доверительной вероятности 0,95 в диапазоне значений температуры от 20 °С до 40 °С.



Рисунок 1.9 – Общий вид стеклянного капиллярного вискозиметра, входящего в состав рабочего эталона единицы кинематической вязкости жидкости первого разряда

Конструктивно данные вискозиметры отличаются от вискозиметров из состава ГПЭ геометрическими размерами – длина капилляра составляет 300 мм.

В РФ вискозиметры, входящие в состав рабочих эталонов первого разряда, изготавливают в соответствии с ГОСТ 10028-81 «Вискозиметры капиллярные стеклянные. Технические условия» [38].

Кроме стеклянных капиллярных вискозиметров, в состав эталона первого разряда обычно входят:

- термостат жидкостный, предназначенный для установления и поддержания температуры жидкости в эталонных вискозиметрах, как правило, в диапазоне от 20 °С до 40 °С или 50 °С;
- аппаратура для измерения времени истечения жидкости;
- наборы эталонных термометров;
- аппаратура для контроля параметров окружающей среды, отвеса и т.д.

Калибровку вискозиметров, входящих в состав рабочих эталонов первого разряда, проводят в соответствии с СК 03-2302в-01Т-2010 «Методика калибровки рабочих эталонов единицы вязкости» [39].

Рабочие эталоны первого разряда применяют для передачи единицы кинематической вязкости жидкости рабочим эталонам второго разряда методом прямых измерений и высокоточным средствам измерений методом непосредственного сличения [8].

Постоянное развитие науки и техники, разработка новых материалов, таких, как масла, смазки и т. д., влечёт за собой появление новых СИ для измерений вязкости жидкостей в широком интервале температуры. Следовательно, возникает необходимость в проведении калибровки стеклянных капиллярных вискозиметров в расширенном интервале температуры и, прежде всего, в актуализации СК 03-2302в-01Т-2010.

1.3 Рабочие эталоны, заимствованные из других поверочных схем

В некоторых случаях при проведении процедуры передачи размера единицы вязкости косвенным методом требуется пересчёт значений кинематической вязкости в динамическую, в таких случаях необходимо заимствование рабочих эталонов из других поверочных схем, а именно из ГОСТ 8.024-2002 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений плотности» [40].

В качестве заимствованных эталонов ГОСТ 8.025-96 определены такие СИ, как ареометры по ГОСТ 18481-81 «Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия» [41] (рисунок 1.10) и пикнометры по ГОСТ 22524-77 «Пикнометры стеклянные. Технические условия» [42] (рисунок 1.11) с диапазоном значений плотности от 700 до 1000 кг/м³, при этом документом предусмотрено, что доверительные относительные границы погрешности заимствованных рабочих эталонов не должны превышать $2,0 \cdot 10^{-4}$ при доверительной вероятности $P=0,95$.



Рисунок 1.10 – Общий вид ареометров



Рисунок 1.11 – Общий вид пикнометров

В настоящее время для определения плотности жидкостей при передаче размера единицы применяются не только ареометры и пикнометры, но и современные лабораторные плотномеры и измерители плотности, метрологические характеристики которых удовлетворяют требованиям, обозначенным в ГОСТ 8.025-96.

1.4 Рабочие эталоны второго разряда

В качестве рабочих эталонов единиц динамической и кинематической вязкости применяют СО (рисунок 1.12), а также градуировочные жидкости, аттестованные в интервале 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 относительной расширенной неопределённостью при коэффициенте охвата $k=2$, $U_{R\eta}(v)$:

0,2 % – в интервале допускаемых аттестованных значений вязкости от $1,3$ до $1,0 \cdot 10^4$ мПа·с ($\text{мм}^2/\text{с}$);

0,3 % – в интервале допускаемых аттестованных значений вязкости от $3,0 \cdot 10^4$ до $1,0 \cdot 10^5$ мПа·с ($\text{мм}^2/\text{с}$) [43].



Рисунок 1.12 – Общий вид стандартных образцов вязкости жидкости, упакованных в тёмные полимерные флаконы

Основные метрологические характеристики СО вязкости жидкости – рабочих эталонов единиц динамической и кинематической вязкости жидкости второго разряда, производимых ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», приведены в таблице 1.5.

Таблица 1.5 – Основные метрологические характеристики стандартных образцов вязкости жидкости [44]

Регистрационный номер	Индекс	Интервал допускаемых аттестованных значений кинематической вязкости, мм ² /с, при температуре T , °С					Интервал допускаемых аттестованных значений динамической вязкости, мПа·с, при 20 °С	Относительная расширенная неопределённость (U_R), $k=2$, %
		20	40	50	80	100		
ГСО 8586-2004	РЭВ-2	1,7 – 2,3	1,3 – 1,7				1,3 – 1,8	0,2
ГСО 8587-2004	РЭВ-5	4,0 – 6,0	2,4 – 3,6				3,0 – 5,0	
ГСО 8588-2004	РЭВ-10	9,0 – 12,0	4,4 – 6,6				7,0 – 10,0	
ГСО 8589-2004	РЭВ-20	17,0 – 23,0	8,0 – 12,0	5,6 – 8,4	3,0 – 4,0	2,2 – 3,4	15,0 – 21,0	
ГСО 8590-2004	РЭВ-30	26,0 – 35,0	10,4 – 15,6	8,0 – 12,0	3,8 – 5,2	2,5 – 3,7	23,0 – 31,0	
ГСО 8591-2004	РЭВ-40	34,0 – 46,0	13,5 – 19,5	9,6 – 13,6	4,4 – 6,0	2,8 – 4,2	31,0 – 38,0	
ГСО 8592-2004	РЭВ-60	51,0 – 69,0	18,4 – 27,6	13,2 – 19,8		3,6 – 5,4	46,0 – 79,0	
ГСО 8593-2004	РЭВ-80	68,0 – 92,0	24,0 – 36,0	16,0 – 24,0		4,0 – 6,0	61,0 – 77,0	
ГСО 8594-2004	РЭВ-100	85,0 – 116,0	28,0 – 42,0	18,4 – 27,6	7,6 – 10,4	4,5 – 6,7	76,0 – 104,0	
ГСО 8595-2004	РЭВ-150	127,0 – 172,0	40,0 – 60,0	27,2 – 36,8	9,6 – 11,3	5,9 – 8,1	111,0 – 155,0	
ГСО 8596-2004	РЭВ-200	170,0 – 230,0	52,0 – 76,0	32,0 – 48,0	11,0 – 15,0	6,5 – 9,7	153,0 – 207,0	
ГСО 8597-2004	РЭВ-300	255,0 – 345,0	73,0 – 109,0	44,0 – 66,0	14,4 – 19,6	8,2 – 12,2	230,0 – 310,0	

Продолжение таблицы 1.5

Регистрационный номер	Индекс	Интервал допускаемых аттестованных значений кинематической вязкости, мм ² /с, при температуре T , °С					Интервал допускаемых аттестованных значений динамической вязкости, мПа·с, при 20 °С	Относительная расширенная неопределённость (U), $k=2$, %
		20	40	50	80	100		
ГСО 8598-2004	РЭВ-600	510,0 – 690,0	132,0 – 198,0	79,0 – 117,0	22,1 – 33,1	12,0 – 18,0	459,0 – 621,0	0,2
ГСО 8599-2004	РЭВ-1000	850,0 – 1150,0	210,0 – 310,0	115,0 – 175,0	31,4 – 42,6	15,8 – 23,8	765,0 – 1035,0	
ГСО 8600-2004	РЭВ-2000	1700,0 – 2300,0	400,0 – 540,0	200,0 – 300,0	48,0 – 72,0	24,0 – 36,0	1530,0 – 2070,0	
ГСО 8601-2004	РЭВ-4000	3400,0 – 4600,0	760,0 – 1050,0	360,0 – 540,0	85,0 – 115,0	42,0 – 58,0	3060,0 – 4140,0	
ГСО 8602-2004	РЭВ-6000	5100,0 – 6900,0	1040,0 – 1560,0	469,0 – 703,0	98,0 – 148,0	50,0 – 70,0	4590,0 – 6210,0	
ГСО 8603-2004	РЭВ-10000	8500,0 – 11500,0	2080,0 – 3150,0	850,0 – 1150,0	180,0 – 270,0	84,0 – 126,0	7650,0 – 10300,0	
ГСО 8604-2004	РЭВ-30000	25500,0 – 34500,0	5100,0 – 7700,0	2210,0 – 2990,0		175,0 – 237,0	22900,0 – 31000,0	0,3
ГСО 8605-2004	РЭВ-60000	51000,0 – 69000,0	9350,0 – 12650,0			280,0 – 380,0	45900,0 – 62100,0	
ГСО 8606-2004	РЭВ-100000	85000,0 – 130000,0	17400,0 – 26200,0	8840,0 – 11960,0	1410,0 – 1910,0	500,0 – 750,0	76500,0 – 125000,0	

СО вязкости жидкости преимущественно применяются в таких областях промышленности, как нефтедобывающая и нефтеперерабатывающая, а также в химической и пищевой.

СО применяются для передачи размера единиц динамической и кинематической вязкости жидкости СИ, а также для аттестации методик измерений вязкости, контроля погрешности методик измерений вязкости в процессе их применения, для контроля метрологических характеристик СИ при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа.

Образцы вязкости, жидкости градуировочные и жидкости-компараторы готовят и аттестуют в соответствии с МИ 1289-86 «ГСИ. Жидкости градуировочные для поверки вискозиметров. Метрологическая аттестация» [45].

Однако данный документ не пересматривался с момента его утверждения в 1986 г., и ввиду того, что многие средства аттестации устарели и заменяются более точными и современными, желательно инициировать и провести актуализацию данного документа.

К тому же в настоящее время отсутствуют средства поверки, пригодные для применения в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С, так как отсутствуют однородные и стабильные СО вязкости жидкости, аттестованные в данном интервале температуры.

Таким образом, необходимо не только пересмотреть документ, регламентирующий методику приготовления и аттестации градуировочных жидкостей, жидкостей-компараторов и СО, но и разработать, исследовать и утвердить СО вязкости жидкости в качестве государственных эталонов единиц динамической и кинематической вязкости жидкости второго разряда, аттестуемых в диапазонах значений температуры от минус 40 °С до минус 5 °С и от 100 °С до 150 °С и, как следствие, актуализировать морально устаревший ГОСТ 8.025-96.

1.5 Средства измерений вязкости жидкостей

В соответствии с ГОСТ 8.025-96 в качестве СИ применяют капиллярные, ротационные, колебательные (осцилляционные и вибрационные) вискозиметры, а также вискозиметры с падающим шаром, с пределами относительной погрешности измерений вязкости жидкостей, при доверительной вероятности 0,95, составляющими $\pm (0,5 - 10,0) \%$ [8].

1.5.1 Капиллярные вискозиметры

В настоящее время существует множество типов стеклянных капиллярных вискозиметров, основанных на капиллярном методе измерений вязкости, отличающихся конструкцией и геометрическими размерами.

Некоторые типы стеклянных капиллярных вискозиметров приведены на рисунке 1.13.

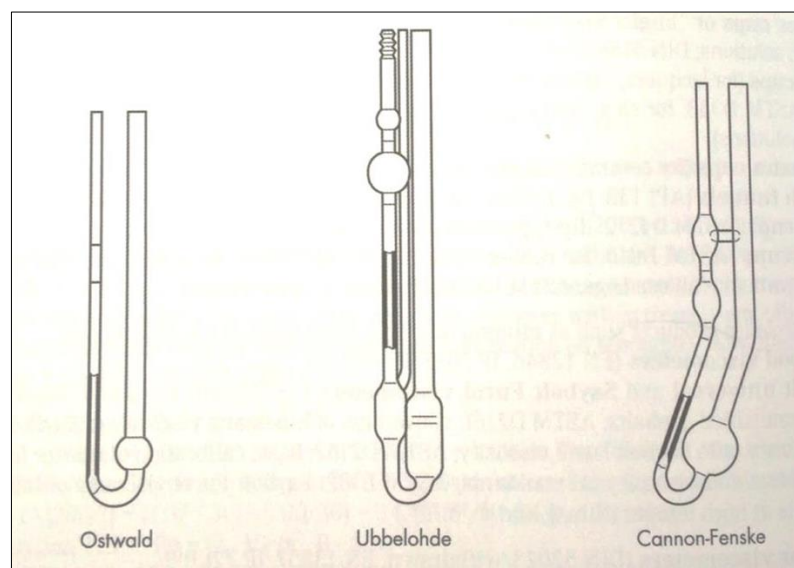


Рисунок 1.13 – Некоторые типы стеклянных капиллярных вискозиметров [21]

В лабораторной практике наиболее распространены вискозиметры со свободным истечением, или, как их ещё называют, вискозиметры «с висющим уровнем» [46].

В таких вискозиметрах разность давления на концах капилляра, наполненного исследуемой жидкостью, создаётся весом столба самой жидкости или каким-либо специальным приспособлением (сжатым воздухом, насосом и т. д.), а значение вязкости определяется по времени истечения определённого объёма жидкости через капилляр вискозиметра (формула 1.3).

С помощью капиллярных вискозиметров можно измерять вязкость жидкостей в диапазоне значений от $0,2$ до $1,0 \cdot 10^5$ мм²/с с относительной погрешностью, не превышающей (0,2 – 10,0) % в интервале температуры от минус 65 °С до 180 °С².

По состоянию на 04.06.2019 г. количество утверждённых типов капиллярных вискозиметров, позволяющих определять кинематическую вязкость в интервале температуры ниже 0 °С, составляет 10, а в интервале температуры выше 100 °С – 14.

К достоинствам капиллярных вискозиметров можно отнести простую конструкцию, достоверность, надёжность и точность получаемых результатов, а также возможность проводить измерения в широком интервале температуры и давления.

Капиллярным методом получено наиболее точное значение вязкости дистиллированной воды при 20,00 °С и атмосферном давлении 101325 Па, равное $1,0034 \cdot 10^{-6}$ м²/с, являющееся эталонной мерой для вискозиметров всех стран [34].

² Здесь и далее данные сформулированы на основе анализа метрологических характеристик СИ утверждённых типов, внесенных в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений [26].

Следует также отметить, что капиллярный метод – это наиболее точный метод [47, 48, 49], применяемый в Российской Федерации. В измерениях этим методом получают значения кинематической вязкости, а значение динамической вязкости рассчитывают по формуле (1.3), предварительно измерив плотность исследуемой жидкости [50].

Существенными недостатками капиллярного метода являются трудоёмкость, длительность и наличие систематических погрешностей при отклонениях от ламинарного режима течения жидкости по закону Пуазёйля [51].

1.5.2 Ротационные вискозиметры

Ротационные вискозиметры основаны на принципе измерения крутящего момента, создаваемого на оси чувствительного элемента определённой формы, например, двух коаксиальных цилиндров, погружённых в образец [52].

Таким образом, вязкость определяется по моменту M , действующему на жидкость, находящуюся между вращающимися поверхностями (рисунок 1.14):

$$\mu = K \cdot M, \quad (1.5)$$

где K – константа прибора.

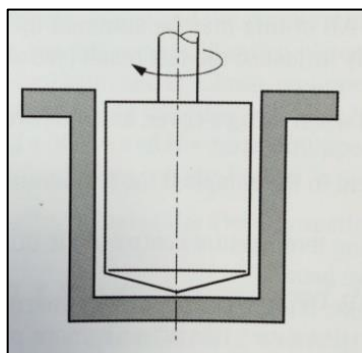


Рисунок 1.14 – Схематичное изображение ротационного метода

Описанные в литературе ротационные вискозиметры весьма разнообразны.

Их изготавливают с неподвижным наружным ($\Omega=0$) или неподвижным внутренним цилиндром ($\omega=0$) [53]. Существуют десятки методов измерения крутящего момента и способов исключения влияния концевых эффектов. Такая большая разнотипность приборов обусловлена применяемыми способами поддержания температуры, материалами и формой рабочих частей вискозиметра.

Из методов измерения моментов сил наиболее известны следующие: метод с использованием тензодатчиков; измерение по углу сдвигов между полюсами статора и ротора синхронного двигателя; с помощью электромагнитных сил; по силе тока, питающего двигатель, приводящий во вращение цилиндр и т.д. [54 – 56].

С помощью ротационных вискозиметров можно измерять вязкость в диапазоне от 0,2 до $1,0 \cdot 10^8$ мПа·с с относительной (приведённой) погрешностью, не превышающей $\pm (0,2 - 10,0) \%$ в интервале температуры от минус 150 °С до 1000 °С.

По состоянию на 04.06.2019 г. количество утверждённых типов ротационных вискозиметров, позволяющих определять динамическую вязкость в интервале температуры ниже 0 °С, составляет более 30, а в интервале температуры выше 100 °С – более 40.

Одним из наиболее распространённых типов ротационных вискозиметров, применяемых при лабораторном контроле качества производимых и используемых материалов, стали вискозиметры Брукфильда (рисунок 1.15) [57].

Применение данных вискозиметры регламентировано большим количеством международных стандартов, а также ГОСТ 1929-87 Нефтепродукты. Метод определения динамической вязкости на ротационном вискозиметре [58].



Рисунок 1.15 – Общий вид ротационных вискозиметров Брукфильда

Обычно в комплект поставки вискозиметра входит набор измерительных шпинделей, отличающихся геометрией измерительной части (рисунок 1.16).

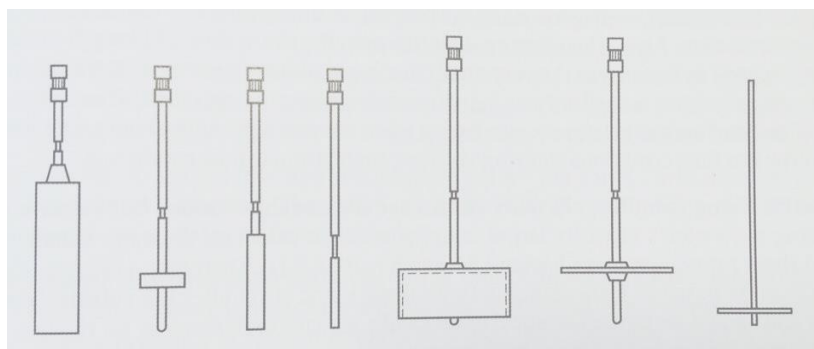


Рисунок 1.16 – Общий вид измерительных шпинделей

Для каждой конкретной исследуемой жидкости, в зависимости от её физико-химических свойств, пригоден определённый шпindel. Рекомендации по подбору шпинделя, как правило, описаны в руководстве по эксплуатации [59].

К достоинствам современных ротационных приборов, предназначенных для измерения вязкости, следует отнести:

- широкий диапазон измерений динамической вязкости;
- высокую точность;
- широкий интервал рабочей температуры.

1.5.3 Вибрационные (колебательные) вискозиметры

Вибрационные (колебательные) вискозиметры (рисунок 1.17) находят широкое применение в системах измерения количества и параметров качества нефти (узлах учёта нефти) [60], а также в лабораторных исследованиях.

Течение жидкости при измерениях вязкости вибрационным методом на узлах учёта нефти, как правило, происходит с малой скоростью, поэтому сохраняется ламинарность потока.

Для возбуждения и регистрации колебаний в этих приборах используются электроакустические и электромеханические преобразователи [61] совместно с электронными устройствами на транзисторах, а также цифровые измерители на интегральных схемах [62, 63].



Рисунок 1.15 – Общий вид вибрационного вискозиметра

Измерение вязкости вибрационным методом в условиях создания гармонических колебаний состоит в нахождении закона колебаний плоской пластины $X(t)$, помещённой в сосуд ограниченных размеров. Колебания создаются приложением возбуждающей силы f , изменяющейся по закону:

$$f = f_0 e^{i\omega t}, \quad (1.6)$$

где f_0 – амплитуда, а ω – частота колебаний этой силы.

С помощью вибрационных вискозиметров можно измерять вязкость жидкостей в диапазоне от сотых долей Паскаль-секунд до 10^6 Па·с с погрешностью, не превышающей $\pm (0,5 - 8,0) \%$.

Существенным недостатком этих приборов является нелинейность связи вязкости с измеряемым параметром.

1.5.4 Вискозиметры с падающим шаром

Из шариковых вискозиметров, выпускаемых промышленностью, наиболее распространён вискозиметр Гепплера (рисунок 1.16) [64], в котором шарик катится под углом $\varphi=10^\circ$ по стенке наклонной стеклянной трубки. Причём движение происходит не по оси, так как шарик отклоняется к стенке и на протяжении всего пути скатывается по ней.

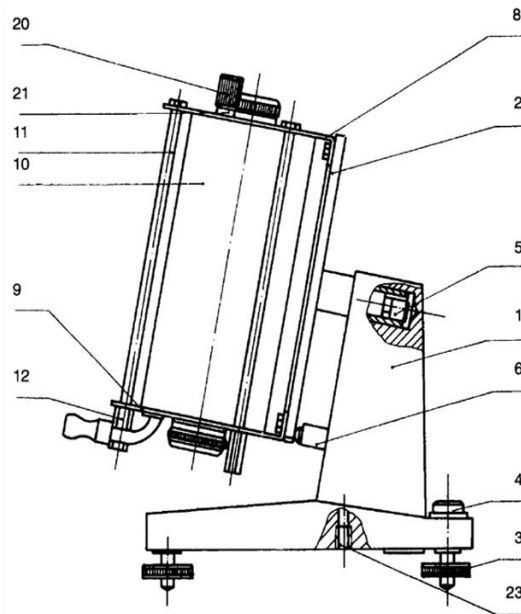


Рисунок 1.8 – Вискозиметр Гепплера

(1 – опора вискозиметра; 2 – вискозиметр; 3 – винт регулировки уровня; 4 – водяной уровень; 5 – кронштейн; 6 – фиксатор положения вискозиметра; 7 – поворотная трубка; 8 – верхняя пластина, цельная; 9 – нижняя пластина, цельная; 10 – корпус водяной бани; 11 – соединительный стержень; 12 – гайка; 13 – уплотнительное резиновое кольцо; 14 – прижимная втулка винта поворотной трубки; 15 – пробка II; 16 – крышка; 17 – пробка I; 18 – уплотнительный колпачок; 19 – прокладка; 20 – винт крепления термометра; 21 – прокладка; 22 – резиновая прокладка; 23 – предохранительный винт для транспортировки) [65]

В вискозиметре Гепплера диаметр трубки ненамного превышает диаметр шарика, так что деформирование происходит в относительно узком зазоре между шариком и стенкой трубки.

Принцип работы прибора основан на измерении времени движения шарика по наклонной трубке от одной отметки до другой, расположенных на расстоянии 100 мм. Уравнение для расчёта динамической вязкости имеет вид:

$$\mu = K \cdot (\rho_{\text{ш}} - \rho_{\text{ж}}) \cdot t, \quad (1.7)$$

где K – постоянная вискозиметра, $\text{м}^2/\text{с}^2$; t – время перемещения шарика на заданном участке, с [66].

Для определения постоянной K , прибор градуируют по жидкостям с известной вязкостью. Размеры шариков выбирают так, чтобы каждый диапазон измерения перекрывался с соседним примерно на 30 %. Время падения шарика должно составлять (30 – 300) с.

При условии ламинарного обтекания шарика жидкостью постоянная вискозиметра K будет зависеть только от геометрических размеров шарика. Тогда погрешность измерения вязкости можно представить в виде:

$$\frac{\Delta\mu}{\mu} = \pm \left[\left(\frac{\Delta K}{K} \right)^2 + \left(\frac{\Delta\rho_{ш}}{\rho_{ш} - \rho_{ж}} \right)^2 + \left(\frac{\Delta\rho_{ж}}{\rho_{ш} - \rho_{ж}} \right)^2 + \left(\frac{\Delta t}{t} \right)^2 \right]^{\frac{-1}{2}}. \quad (1.8)$$

Результирующая относительная погрешность измерений вязкости жидкости с помощью вискозиметра Гепплера в зависимости от диапазона измерений может находиться в пределах $\pm (0,5 - 2,0) \%$ [67].

С применением вискозиметра Гепплера можно измерять динамическую вязкость в диапазоне (0,6 – 70000,0) мПа·с и в интервале температуры от минус 60 °С до 150 °С.

Выводы к разделу 1

Анализ современных СИ и СО вязкости жидкости, рабочих эталонов единиц динамической и кинематической вязкости жидкости первого и второго разряда 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 интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С.

Для обеспечения достоверности результатов исследований вязкости жидкостей в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С, которые будут применяться в качестве СО, в данном интервале температуры необходимо разработать и исследовать государственные рабочие эталоны единиц динамической и кинематической вязкости.

Анализ состояния метрологического обеспечения СИ вязкости жидких сред позволил сформулировать задачи исследований:

- необходимо усовершенствовать и исследовать Государственный рабочий эталон единицы кинематической вязкости жидкости первого разряда в диапазоне значений от 0,4 мм²/с до 1,0·10⁵ мм²/с;

- разработать и исследовать Государственный рабочий эталон единиц динамической и кинематической вязкости жидкости второго разряда в диапазоне значений от 0,4 мПа·с (мм²/с) до 4,0·10⁴ мПа·с (мм²/с);

- выбрать и обосновать СИ плотности в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С;

– разработать методики калибровки эталонных комплексов, вискозиметров капиллярных стеклянных образцовых и вискозиметров Штабингера SVM 3000, проект актуализированной МИ 1289 «ГСИ. Жидкости градуировочные для поверки вискозиметров. Метрологическая аттестация»;

– разработать и исследовать Государственные рабочие эталоны единиц динамической и кинематической вязкости жидкости второго разряда – стандартные образцы в интервале 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, а также исследовать зависимость вязкости от температуры материалов СО;

– 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.

Материалы раздела 1 опубликованы в работах [28 – 33, 43, 47, 48].

2 РАЗРАБОТКА И СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ ГОСУДАРСТВЕННЫХ РАБОЧИХ ЭТАЛОНОВ ЕДИНИЦ ДИНАМИЧЕСКОЙ И КИНЕМАТИЧЕСКОЙ ВЯЗКОСТИ ЖИДКОСТИ

2.1 Актуальность создания эталонов

Для метрологического обеспечения СИ в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С необходимо разработать СО вязкости, аттестуемые в данном интервале температуры.

В свою очередь, аттестация СО должна осуществляться на государственных рабочих эталонах, которые прослеживаются к государственным первичным эталонам и по государственным поверочным схемам ГПС располагаются на ступень выше, чем аттестуемые СО.

Таким образом, потребность в совершенствовании обеспечения единства измерений вязкости жидкостей в широком интервале температуры является первостепенной и актуальной задачей в данной области измерений.

Для обеспечения единства измерений вязкости жидких сред в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С необходимо усовершенствовать Государственный рабочий эталон единицы кинематической вязкости жидкости первого разряда в диапазоне значений от 0,4 до $1,0 \cdot 10^5$ мм²/с, выбрать и обосновать средства измерений плотности в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С, разработать и исследовать 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), разработать методики калибровки и проект актуализированной МИ 1289 «ГСИ. Жидкости градуировочные для поверки вискозиметров. Метрологическая аттестация», разработать и исследовать Государственные рабочие эталоны второго разряда – СО вязкости жидкости, аттестуемые в диапазонах значений температуры от минус 40 °С до минус 5 °С и от 100 °С до 150 °С, провести актуализацию ГОСТ 8.025-96 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений вязкости жидкостей» в части обеспечения прослеживаемости средств измерений, предназначенных для применения в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С, к ГЭТ 17-2018.

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

Совершенствуемый Государственный рабочий эталон единицы кинематической вязкости жидкости первого разряда в диапазоне значений от 0,4 до $1,0 \cdot 10^5$ мм²/с получает размер единицы

кинематической вязкости от Государственного первичного эталона единиц динамической и кинематической вязкости жидкости (ГЭТ 17-2018) сличением при помощи компаратора, передаёт единицу кинематической вязкости рабочим эталонам второго разряда методом прямых измерений и высокоточным средствам измерений методом непосредственного сличения [8].

Государственный рабочий эталон единицы кинематической вязкости первого разряда был создан в 60-х годах прошлого века, неоднократно производилось его совершенствование и изменение состава. В результате всех проведённых мероприятий был создан эталон, воспроизводящий, хранящий и передающий единицу кинематической вязкости в диапазоне значений от 0,4 до $1,0 \cdot 10^5$ мм²/с и диапазоне значений температуры от 20 °С до 40 °С, представляющий собой эталонный комплекс, состоящий из:

- двадцати вискозиметров капиллярных стеклянных образцовых с «висячим уровнем» и с длиной капилляра 300 мм (вискозиметров Уббелоде);
- термостата жидкостного, предназначенного для установления и поддержания температуры жидкости в эталонных вискозиметрах в диапазоне от 20 °С до 40 °С;
- аппаратуры для измерения времени истечения жидкости;
- эталонного платинового термометра сопротивления третьего разряда с преобразователем сигналов ТС и ТП;
- аппаратуры для контроля параметров окружающей среды;
- вспомогательного оборудования: отвеса, блока подсветки и комплекта держателей.

2.2.1 Состав и описание эталонного комплекса

Совершенствуемый Государственный рабочий эталон единицы кинематической вязкости жидкости первого разряда, представляющий собой эталонный комплекс, основан на капиллярном методе измерений, согласно которому время истечения определенного объёма жидкости через капилляр вискозиметра пропорционально её вязкости.

Время истечения определяется как разность времён прохождения мениском жидкости верхней и нижней меток, нанесённых на капилляр вискозиметра.

В связи с тем, что входящие в состав СИ позволяли передавать единицу кинематической вязкости жидкости лишь в диапазоне значений температуры от 20 °С до 40 °С, подобраны и введены в состав эталонного комплекса новые СИ, позволяющие расширить диапазон значений температуры от минус 40 °С до 150 °С.

Обновлённый состав эталонного комплекса приведён в таблицах 2.1 и 2.2.

Таблица 2.1 – Основные технические средства, входящие в состав эталонного комплекса

Наименование	Номинальная длина капилляра, мм	Заводской номер	Номер в реестре СИ
Вискозиметры капиллярные стеклянные образцовые (Уббелоде)	300	861204	отсутствует
		870306	
		850107	
		020386	
		230808	
		631003	
		810702	
		661266	
		740337	
		030601	
		861230	
		860107	
		870203	
		831201	
		170893	
		120808	
060491			
110808			
021012			
810115			

Таблица 2.2 – Вспомогательные технические средства, входящие в состав эталонного комплекса

Наименование	Обозначение	Заводской номер	Номер в реестре СИ
Термостатическая ванна	TV7000 Mk.II	15TZ257	отсутствует
Термостатическая ванна	TV7000LT Mk.II	15TZ258	отсутствует
Термометры сопротивления платиновые эталонные первого разряда	Поинт-25/2	1804	отсутствует
	Поинт-25/3	1803	
Измеритель температуры многоканальный прецизионный	МИТ 8.15	277	19736-11
Секундомеры электронные с таймерным выходом	СТЦ-2М	062312	отсутствует
		065312	
		067312	
		068312	
Термогигрометр	ИВА-6, модификации ИВА-6Н-Д	9Е78	46434-11
Держатели для вискозиметров	отсутствует	б/н	отсутствует

Вискозиметры капиллярные стеклянные образцовые

Вискозиметры капиллярные стеклянные образцовые (Уббелоде) представлены на рисунке 2.1.

В РФ такие вискозиметры изготавливает ООО «Промышленная компания «Дружная горка» в соответствии с ГОСТ 10028-81 Вискозиметры капиллярные стеклянные. Технические условия (с изменениями N 1, 2) [38].



Рисунок 2.1 – Вискозиметры капиллярные стеклянные образцовые

Основной расчётной формулой капиллярного метода [68] является

$$\eta = \frac{\pi R^4 P}{8VL} \tau, \quad (2.1)$$

где η – динамическая вязкость исследуемой жидкости, мПа·с; R – радиус капилляра, мм; P – перепад давления, мПа; V – объём протекающей жидкости, см³; τ – время истечения исследуемой жидкости через капилляр вискозиметра, с; L – длина капилляра, мм.

В капиллярных вискозиметрах с «висячим уровнем» перепад давления на капилляре определяется высотой столба жидкости [69]:

$$P = Hg\rho, \quad (2.2)$$

где H – разница уровней жидкости в резервуарах, мм; g – ускорение свободного падения в месте проведения измерений вязкости исследуемой жидкости, м/с²; ρ – плотность исследуемой жидкости, г/см³.

Для кинематической вязкости формула (2.2) примет вид:

$$\nu = \frac{\pi R^4 gH}{8VL} \tau, \quad (2.3)$$

где ν – кинематическая вязкость исследуемой жидкости, мм²/с.

При этом, если умножить и разделить на нормальное ускорение свободного падения, путём нескольких преобразований можно получить уравнение для постоянной вискозиметра

$$C = \frac{\pi R^4 g_n H}{8VL}, \quad (2.4)$$

где C – постоянная вискозиметра, мм²/с²; g_n – нормальное ускорение свободного падения, м²/с [46].

Постоянную вискозиметров определяют при их калибровке при температуре (20,00 ± 0,01) °С путём одновременного измерения времени истечения жидкости-компаратора на калибруемых вискозиметрах и вискозиметрах из состава Государственного первичного эталона единиц динамической и кинематической вязкости жидкости (ГЭТ 17-2018).

Капиллярные вискозиметры с «висячим уровнем» позволяют получать результат измерения

в единицах кинематической вязкости – мм²/с, при этом процесс определения вязкости исследуемой жидкости на таких вискозиметрах условно можно разделить на следующие этапы:

- внешний осмотр вискозиметров;
- подготовка и заливка исследуемой жидкости в вискозиметр;
- измерение времени истечения определённого объёма жидкости через капилляр вискозиметра;
- обработка результатов измерений;
- слив исследуемой жидкости, мойка и сушка вискозиметров.

Вискозиметры «с висющим уровнем» имеют наиболее высокую воспроизводимость показаний из всех известных приборов, чем и обусловлен их выбор в качестве основных средств для первичного эталона и эталонов первого разряда [8].

Термостатические ванны для образцовых вискозиметров

Важное значение при проведении измерений вязкости жидкости имеет точность и стабильность установления и поддержания температуры измерений [60, 66, 69]. Поэтому термостатирующие устройства являются обязательными средствами, входящими в состав эталонов единиц динамической и кинематической вязкости.

Для обеспечения установления и поддержания температуры в требуемых интервалах в состав эталонного комплекса введены две термостатические ванны:

- TV7000LT Mk.II, предназначенная для установления и поддержания температуры жидкости в вискозиметрах в диапазоне от минус 40 °С до 20 °С;
- TV7000 Mk.II, предназначенная для установления и поддержания температуры жидкости в вискозиметрах в диапазоне от 40 °С до 150 °С.

Внешний вид термостатических ванн приведён на рисунке 2.2.

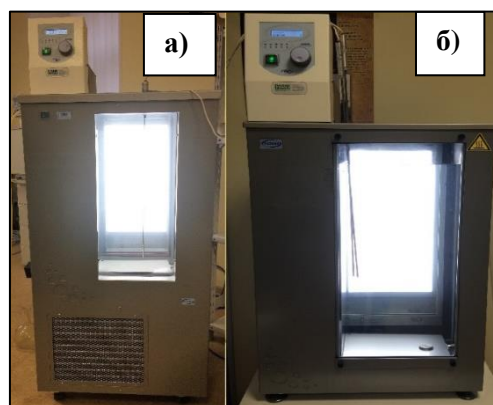


Рисунок 2.2 – Внешний вид вспомогательных технических средств, входящих в состав эталонного комплекса (а – термостатическая ванна TV7000LT Mk.II; б – термостатическая ванна TV7000 Mk.II).

Высокоточные термостатические ванны TV7000LT Mk.II и TV7000 Mk.II производства «Р. Т. Tamson Instruments bv» изготовлены из нержавеющей стали с теплоизоляцией, смотровые стекла изготовлены из двойного стеклопакета из калёного стекла с воздушной прослойкой 20 мм. Сверху ванн находятся крышки с семью отверстиями, предназначенными для установки вискозиметров, и отверстиями для установки термометров.

Основные метрологические и технические характеристики термостатических ванн приведены в таблице 2.3.

Таблица 2.3 – Основные метрологические и технические характеристики термостатических ванн TV7000LT Mk.II и TV7000 Mk.II

Модель	TV 7000LT Mk.II	TV 7000 Mk.II
Соответствие стандартам	ГОСТ 33, ASTM D445, EN ISO 3104, IP 71	
Диапазон температуры, °С	от -40,00 до 100,00	от 20,00 до 230,00
Дискретность задания температуры, °С	± 0,01	
Глубина ванны, мм	600	

Дополнительные средства контроля температуры

Термометры сопротивления платиновые эталонные ПОИНТ-25 (рисунок 2.3) производства ООО «ПОИНТ», г. Полоцк, Республика Беларусь являются рабочими эталонами единицы температуры первого разряда в соответствии с ГОСТ 8.558-2009 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений температуры» [70].

Чувствительные элементы термометров – резистор в виде спирали из платиновой проволоки с параметрами относительного сопротивления $W_{100} \geq 1.3850$ [71]. Принцип действия термометров основан на использовании зависимости электрического сопротивления платины от температуры.

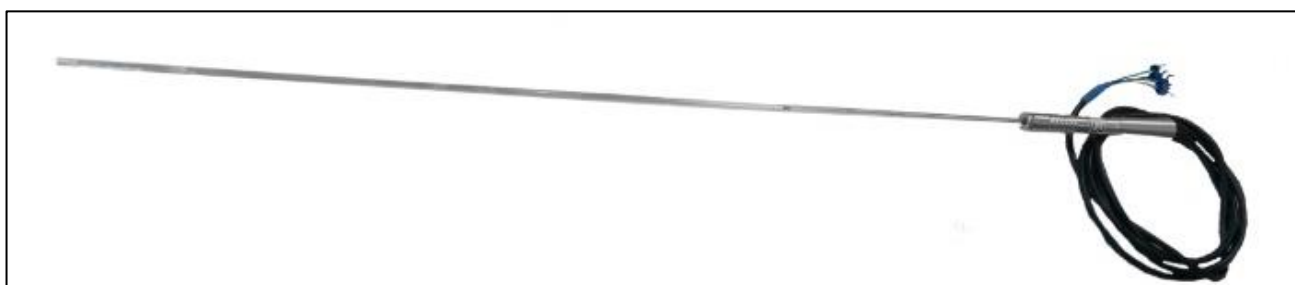


Рисунок 2.3 – Внешний вид термометра сопротивления платинового эталонного ПОИНТ-25

Основные метрологические и технические характеристики термометров сопротивления приведены в таблице 2.4.

Таблица 2.4 – Основные метрологические и технические характеристики термометров

Характеристика	Значение
Диапазон измеряемых температур, °С	от -196 до 660,323
Разряд	1
Номинальное сопротивление при 0 °С, Ом	25 ± 1
Отношение W_{100} сопротивления термометров при температуре 100 °С к их сопротивлению в тройной точке воды, не менее	1,3850
Нестабильность в тройной точке воды после отжига при температуре на 10 °С выше верхнего предела измерения, °С, не более	0,001
Пределы допускаемой доверительной абсолютной погрешности при доверительной вероятности 0,95, °С, при температуре:	
от -196 °С	$\pm 0,01$
0,01 °С	$\pm 0,002$
29,7646 °С	$\pm 0,002$
156,5986 °С	$\pm 0,005$
231,928 °С	$\pm 0,005$
419,527 °С	$\pm 0,01$
660,323 °С	$\pm 0,01$
Электрическое сопротивление изоляции между выводами и корпусом при температуре (20 ± 2) °С и относительной влажности от 30 % до 80 %, МОм, не более	100

В составе эталонного комплекса применяют измеритель температуры многоканальный прецизионный МИТ 8.15 (рисунок 2.4) производства ООО «ИзТех», Россия.



Рисунок 2.4 – Внешний вид измерителя температуры

Принцип действия измерителя основан на измерении сигналов электрического сопротивления и напряжения постоянного тока, поступающих от первичных преобразователей температуры, и преобразовании их по стандартным или индивидуальным статическим характеристикам в значение температуры.

Основные метрологические и технические характеристики измерителя приведены в таблице 2.5.

Таблица 2.5 – Основные метрологические и технические характеристики МИТ 8.15 [72]

Термопреобразователи сопротивления		Диапазоны измерений температуры, °С	Пределы допускаемой абсолютной погрешности, °С
Номинальное сопротивление при 0 °С	Токи питания ТС, мА		
$R_0 = 1 \text{ Ом}$	4,0	от -200 до 875	$\pm (0,003 + 3 \cdot 10^{-6} \cdot T)$
$R_0 = 10 \text{ Ом}$	1,0	от -200 до 625	$\pm (0,002 + 3 \cdot 10^{-6} \cdot T)$
$R_0 = 100 \text{ Ом}$	1,0	от -200 до 500	$\pm (0,001 + 3 \cdot 10^{-6} \cdot T)$
	0,7	от -200 до 750	$\pm (0,002 + 3 \cdot 10^{-6} \cdot T)$
	0,4	от -200 до 962	$\pm (0,002 + 3 \cdot 10^{-6} \cdot T)$
$R_0 = 500 \text{ Ом}$	0,4	от -200 до 125	$\pm (0,001 + 3 \cdot 10^{-6} \cdot T)$
Термоэлектрические преобразователи		определяются типом термоэлектрического преобразователя	$\pm 0,05$

Секундомеры электронные с таймерным выходом

Поскольку определение вязкости исследуемой жидкости в капиллярном методе основывается на измерении времени истечения, то неотъемлемой частью эталонного комплекса являются СИ интервалов времени – секундомеры электронные с таймерным выходом СТЦ-2М (рисунок 2.5) производства ЗАО «Завод Специальные технические системы», Россия.

Принцип действия секундомеров основан на делении опорной частоты и получения ряда частот, которые используются для формирования и измерения интервалов времени.



Рисунок 2.5 – Внешний вид секундомера электронного с таймерным выходом СТЦ-2М

Основные метрологические и технические характеристики секундомеров приведены в таблице 2.6.

Таблица 2.6 – Метрологические и технические характеристики СТЦ-2М [73]

Характеристики	Значения
Диапазоны показаний	от 0 с до 99.9999 с, от 0 с до 9999.99 с, от 0 с до 23 ч. 59 мин. 59 с
Цена деления, с	0,0001; 0,01 и 1
Параметры таймерного выхода: – коммутируемые	ток 0,3 А и напряжение (5 – 50) В
– скорость счёта в режиме счётчика импульсов, не менее, Гц	100
Параметры внешних импульсов:	
– амплитуда, В	8,5
– длительность, не менее, мкс	10
– частота, не более, Гц	100
Входное сопротивление секундомера по входу «Внешние импульсы» не менее, кОм	80

Средства измерений параметров окружающей среды

Контроль параметров окружающей среды, как правило, предусмотрен при любых лабораторных измерениях физических величин.

Для проведения измерений параметров окружающей среды, таких, как температура окружающего воздуха, относительная влажность воздуха и атмосферное давление воздуха, в состав эталонного комплекса введен термогигрометр ИВА-6 (рисунок 2.6), производства ООО «НПК «Микрофор».



Рисунок 2.6 – Внешний вид термогигрометра ИВА-6Н-Д

Принцип действия прибора основан на измерении изменения параметров чувствительных элементов – датчиков (температуры, относительной влажности, давления) и преобразования измеренных значений в частотные сигналы.

Основные метрологические и технические характеристики термогигрометра ИВА-6Н-Д приведены в таблице 2.7.

Таблица 2.7 – Метрологические и технические характеристики ИВА-6Н-Д [74]

Характеристика	Значение
Диапазон измеряемых значений температуры, °С	от -20,0 до 60,0
Предел допускаемой основной погрешности измерения температуры, °С, не более	± 0,3
Диапазон измеряемых значений относительной влажности воздуха, %	от 0 до 90
Предел допускаемой основной погрешности измерения относительной влажности воздуха, %, не более	± 2
Диапазон измеряемых значений атмосферного давления, гПа	от 700,0 до 1100,0
Предел допускаемой основной погрешности измерения давления, гПа, не более	± 2,5

Устройство для установки стеклянных капиллярных вискозиметров в термостатирующую ванну (термостат)

Отклонение капилляра от вертикали приводит к изменению высоты столба жидкости и, как следствие, к изменению времени течения жидкости по капилляру.

Для обеспечения строго вертикального положения вискозиметров разработано специальное устройство (заявка на полезную модель № 2019100656 от 10.01.2019 г.).

В конструкции устройства предусмотрена возможность установки термометра непосредственно вблизи измерительного резервуара вискозиметра, возможность регулировки направляющей шайбы по высоте под конкретный тип применяемого вискозиметра, а также обеспечено жесткое крепление СИ, что предотвращает его колебания, вызываемые перемещением термостатирующей жидкости в ванне термостата.

На рисунке 2.7 изображен общий вид устройства для установки стеклянных капиллярных вискозиметров в термостатирующую ванну.



Рисунок 2.7 – Внешний вид устройства для установки вискозиметров

2.2.2 Исследование метрологических характеристик усовершенствованного эталонного комплекса

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

$$\nu = C\tau \frac{g_{ми}}{g_H} - \frac{B}{\tau}, \quad (2.5)$$

где ν – кинематическая вязкость жидкости, м²/с; C – постоянная вискозиметра, определяемая

экспериментально, $\text{м}^2/\text{с}^2$; B – постоянная вискозиметра, зависящая от потери жидкостью кинетической энергии, м^2 ; τ – время истечения жидкости из измерительного резервуара, с; g_n – нормальное ускорение свободного падения, $\text{м}^2/\text{с}$; $g_{\text{ми}}$ – ускорение свободного падения в месте определения постоянной, $\text{м}/\text{с}^2$.

$$B = \frac{mV}{8\pi L}, \quad (2.6)$$

где m – безразмерный коэффициент, учитывающий поправку на кинетическую энергию коэффициента Гагенбаха, равный 0,581; V – объём измерительного резервуара, м^3 ; L – длина капилляра, м.

Неопределённость измерений времени истечения

Неопределённость измерений времени истечения жидкости через капилляр вискозиметра является следствием нескольких причин:

- реакции наблюдателя, которая обычно составляет 0,2 с [75];
- неопределённость (погрешность) электронного счётчика времени;
- визуальной ошибки фиксирования момента (параллакс и др.) прохождения мениском жидкости рисок (M_1 и M_2), нанесённых на капилляр вискозиметра (рисунок 2.8).

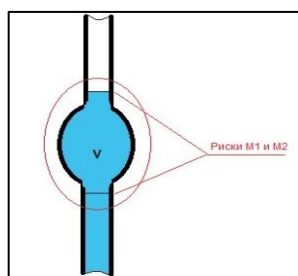


Рисунок 2.8 – Схема расположения рисок на капилляре вискозиметра

Для уменьшения данной неопределённости при проведении высокоточных измерений вязкости проводили не менее десяти измерений времени истечения исследуемой жидкости, а также подбирали вискозиметры с диаметром капилляра таким, чтобы время истечения было не менее 200 секунд [39].

Неопределённость измерений постоянной B

Постоянную вискозиметра, зависящую от потери жидкостью кинетической энергии [46], определяли по формуле 2.6, предварительно измерив длину капилляра и объём измерительного резервуара.

Измерение длины капилляра от его начала до места впаивания в резервуар вискозиметра проводили дважды с применением измерительной линейки с ценой деления 1 мм по ГОСТ 427-75 «Линейки измерительные металлические. Технические условия» [76].

Для измерения объёма измерительного резервуара применяли бюретки исполнения 1 или 2

вместимостью 10 см³ с ценой деления 0,05 см³ по ГОСТ 29251-91 «Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования» [77].

За действительные значения длины капилляра и вместимости измерительного резервуара вискозиметра принимали среднее арифметическое результата измерений.

Влияние второго члена уравнения (2.5) на результат измерения вязкости признавалось минимальным при условии:

$$\frac{mV}{8\pi L\tau} \leq 0,0005. \quad (2.7)$$

В соответствии с СК 03-2302В-01Т-2010 «Методика калибровки рабочих эталонов единицы вязкости» [39] измерение постоянной B проведено для вискозиметров с диаметрами капилляров (0,33 – 0,97) мм.

Уравнение для расчёта относительной расширенной неопределённости измерений постоянных B калибруемых вискозиметров имеет вид:

$$U_{RB} = \frac{u_{rB}}{B} = k \sqrt{\left(\frac{\partial B}{\partial m} \cdot m \cdot u_{rm}\right)^2 \frac{1}{B^2} + \left(\frac{\partial B}{\partial V} \cdot V \cdot u_{rV}\right)^2 \frac{1}{B^2} + \left(\frac{\partial B}{\partial L} \cdot L \cdot u_{rL}\right)^2 \frac{1}{B^2}}, \quad (2.8)$$

где u_{rm} – относительная стандартная неопределённость определения 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 стандартная неопределённость измерений объёма измерительного резервуара вискозиметров определена по формуле:

$$u_{rV} = \frac{\pm \Delta V}{\bar{V}\sqrt{3}}, \quad (2.9)$$

где ΔV – пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений вместимости бюреткой, см³; \bar{V} – среднее арифметическое измеренное значение объёма измерительного резервуара, см³.

Относительная стандартная неопределённость измерений длины капилляра вискозиметров определена по формуле:

$$u_{rL} = \frac{\pm \Delta L}{\bar{L}\sqrt{3}}, \quad (2.10)$$

где ΔL – пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений длины линейкой, мм; \bar{L} – среднее арифметическое измеренное значение длины капилляра, мм.

Результаты измерений постоянных B вискозиметров из состава эталонного комплекса приведены в таблице 2.8.

Бюджет относительной стандартной неопределённости измерений постоянных B вискозиметров из состава эталонного комплекса представлен в таблице 2.9.

Таблица 2.8 – Результаты измерений постоянных B вискозиметров из состава эталонного комплекса

Зав. номер вискозиметра	Диаметр капилляра, d , мм	Длина капилляра, L , мм	Вместимость измерительного резервуара, V , см ³	Постоянная B , мм ²	Относительная стандартная неопределённость измерений постоянной B
Набор № 1 диаметры капилляра (0,33 – 0,97) мм					
861204	0,33	297	2,1	0,16	$9,93 \cdot 10^{-4}$
870306	0,48	298	2,9	0,22	$9,91 \cdot 10^{-4}$
850107	0,65	299	2,9	0,22	$9,84 \cdot 10^{-4}$
020386	0,97	302	5,0	0,38	$9,63 \cdot 10^{-4}$
Набор № 2 диаметры капилляра (0,33 – 0,97) мм					
861230	0,33	298	1,9	0,15	$9,52 \cdot 10^{-4}$
860107	0,48	298	2,8	0,22	$9,56 \cdot 10^{-4}$
870203	0,65	300	3,0	0,23	$9,67 \cdot 10^{-4}$
831201	0,97	301	5,0	0,37	$9,96 \cdot 10^{-4}$

Таблица 2.9 – Бюджет относительной стандартной неопределённости измерений постоянных B вискозиметров из состава эталонного комплекса

Параметр	Заводской номер вискозиметра / значение параметра							
	861204	870306	850107	020386	861230	860107	870203	831201
Постоянная B , мм ²	0,16	0,22	0,22	0,38	0,15	0,22	0,23	0,37
Относительная стандартная неопределённость коэффициента Гагенбаха, u_{rm}	1,000·10 ⁻⁸							
Коэффициент чувствительности, $\frac{\partial B}{\partial m}$	0,281	0,387	0,386	0,659	0,254	0,374	0,389	0,661
Относительная стандартная неопределённость измерений объёма измерительного резервуара, u_{rV}	1,375·10 ⁻⁵	9,954·10 ⁻⁶	9,954·10 ⁻⁶	5,774·10 ⁻⁶	1,519·10 ⁻⁵	1,031·10 ⁻⁵	9,623·10 ⁻⁶	5,774·10 ⁻⁶
Коэффициент чувствительности, $\frac{\partial B}{\partial V}$	7,784·10 ⁻⁵	7,757·10 ⁻⁵	7,732·10 ⁻⁵	7,655·10 ⁻⁵	7,757·10 ⁻⁵	7,757·10 ⁻⁵	7,706·10 ⁻⁵	7,680·10 ⁻⁵
Относительная стандартная неопределённость измерений длины капилляра, u_{rL}	9,720·10 ⁻⁴	9,687·10 ⁻⁴	9,655·10 ⁻⁴	9,559·10 ⁻⁴	9,687·10 ⁻⁴	9,687·10 ⁻⁴	9,623·10 ⁻⁴	9,591·10 ⁻⁴
Коэффициент чувствительности, $\frac{\partial B}{\partial L}$	-5,504·10 ⁻⁴	-7,549·10 ⁻⁴	-7,499·10 ⁻⁴	-1,267·10 ⁻³	-4,946·10 ⁻⁴	-7,289·10 ⁻⁴	-7,706·10 ⁻⁴	-1,276·10 ⁻³
Относительная стандартная неопределённость измерений постоянной B , u_{rB}	9,93·10 ⁻⁴	9,91·10 ⁻⁴	9,84·10 ⁻⁴	9,63·10 ⁻⁴	9,52·10 ⁻⁴	9,56·10 ⁻⁴	9,67·10 ⁻⁴	9,96·10 ⁻⁴
Относительная расширенная неопределённость измерений постоянной B , U_{RB} , при $k=2$	1,99·10 ⁻³	1,98·10 ⁻³	1,97·10 ⁻³	1,93·10 ⁻³	1,90·10 ⁻³	1,91·10 ⁻³	1,93·10 ⁻³	1,99·10 ⁻³

Неопределённость измерений постоянной С

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

Время истечения ГЖ в калибруемом вискозиметре и эталонном вискозиметре измеряли одновременно, при одних и тех же условиях. При этом эталонные вискозиметры подобраны так, чтобы значения постоянных C вискозиметров из состава ГЭТ 17-2018 были близки к номинальным значениям постоянных C калибруемых вискозиметров, а время истечения ГЖ находилось в пределах (200 – 2000) с [39].

Постоянные C калибруемых вискозиметров измеряли не менее, чем по двум ГЖ, при этом их вязкость отличалась не менее, чем в полтора раза.

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

$$C_1 = \left(\frac{v_1}{\bar{\tau}_1} + \frac{B}{\bar{\tau}_1^2} \right) \frac{g_H}{g_{МК}}, \quad (2.11)$$

$$C_2 = \left(\frac{v_2}{\bar{\tau}_2} + \frac{B}{\bar{\tau}_2^2} \right) \frac{g_H}{g_{МК}}, \quad (2.12)$$

где C_1 и C_2 – значения постоянных вискозиметра, определённые по двум ГЖ, мм²/с²; g_H – нормальное ускорение свободного падения, м²/с; $g_{МК}$ – 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 капилляров от 1,33 мм рассчитывали как среднее арифметическое C_1 и C_2 , вычисленных по формулам:

$$C_1 = \frac{v_1}{\bar{\tau}_1} \frac{g_H}{g_{МК}}, \quad (2.13)$$

$$C_2 = \frac{v_2}{\bar{\tau}_2} \frac{g_H}{g_{МК}}, \quad (2.14)$$

Относительная расширенная неопределённость измерений постоянных C вискозиметров определена по формуле:

$$U_{CR} = \frac{u_{Cr}}{C} = k \sqrt{\left(\frac{\partial C}{\partial v} \cdot v \cdot u_{rv} \right)^2 \frac{1}{C^2} + \left(\frac{\partial C}{\partial B} \cdot B \cdot u_{rB} \right)^2 \frac{1}{C^2} + \left(\frac{\partial C}{\partial \bar{\tau}} \cdot \bar{\tau} \cdot u_{r\bar{\tau}} \right)^2 \frac{1}{C^2} + \left(\frac{\partial C}{\partial g_H} \cdot g_H \cdot u_{rg_H} \right)^2 \frac{1}{C^2} + \left(\frac{\partial C}{\partial g_{МК}} \cdot g_{МК} \cdot u_{rg_{МК}} \right)^2 \frac{1}{C^2}}, \quad (2.15)$$

где u_{rv} – относительная стандартная неопределённость измерений вязкости ГЖ; u_{rB} – относительная стандартная неопределённость измерений постоянной B (учитывалась 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; $u_{Rg_{МК}}$ – 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 (2.15)

пренебрегали, так как они имеют порядок не более 10^{-11} и не вносят существенного вклада в результирующее значение относительной расширенной неопределённости.

Относительная стандартная неопределённость измерений времени истечения ГЖ рассчитана по формуле:

$$u_{R\bar{\tau}} = \sqrt{(u_{R\bar{\tau}A})^2 + (u_{R\bar{\tau}СИ})^2}, \quad (2.16)$$

где $u_{R\bar{\tau}A}$ – относительная стандартная неопределённость измерений времени истечения ГЖ через капилляр вискозиметра (неопределённость по типу А); $u_{R\bar{\tau}СИ}$ – относительная стандартная неопределённость измерений времени на СТИЦ-2М, формула 2.17.

$$u_{R\bar{\tau}СИ} = \frac{\pm(15 \cdot 10^{-6} \cdot \bar{\tau} + C)}{\bar{\tau} \sqrt{3}}, \quad (2.17)$$

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.

Определение поправок и градиента температуры по высоте рабочего объёма термостатических ванн TV7000 Mk.II и TV7000LT Mk.II

На рисунке 2.9 схематично показано расположение точек измерений температуры по высоте рабочего объёма термостатических ванн.

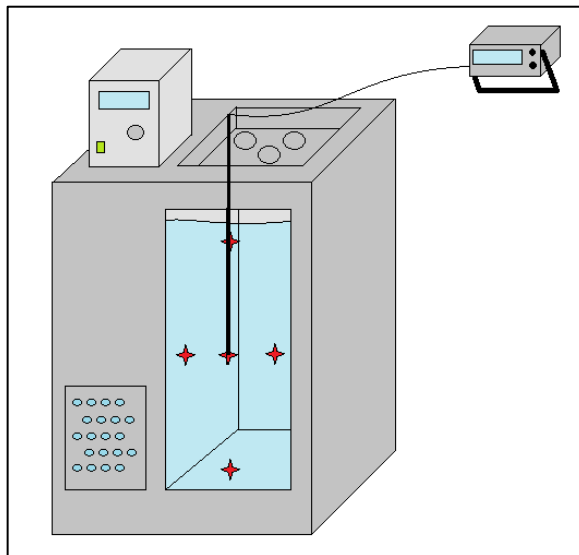


Рисунок 2.9 – Позиционные точки исследований градиента температуры по высоте рабочего объёма термостатических ванн

Результаты исследований поправок и градиента температуры по высоте рабочего объёма термостатических ванн TV7000LT Mk.II и TV7000 Mk.II представлены в таблицах 2.10 и 2.11.

Таблица 2.10 – Результаты исследований поправок и градиента температуры по высоте рабочего объема 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
Установившееся значение температуры, °С	-39,98	-34,96	-29,95	-25,05	-19,95	-14,92	-9,91	-4,90	0,12	10,12	20,13
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 объема, °С	0,02					0,01					

Таблица 2.11 – Результаты исследований поправок и градиента температуры по высоте рабочего объема 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
Установившееся значение температуры, °С	40,20	50,27	60,35	70,38	80,42	90,47	100,48	110,49	120,49	125,49	130,54	135,54	140,54	150,58
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 объема, °С	0,01							0,05						

**Результаты измерений постоянных C вискозиметров из состава
эталонного комплекса**

Результаты измерений постоянных C вискозиметров из состава эталонного комплекса приведены в таблице 2.12.

Бюджет относительной расширенной неопределённости измерений постоянных C вискозиметров из состава эталонного комплекса для наборов № 1 и № 2 представлены в таблицах 2.13 и 2.14 соответственно.

Таблица 2.12 – Постоянные B и C вискозиметров из состава эталонного комплекса

Зав. номер вискозиметра	Диаметр капилляра, мм	Постоянная B , мм ²	Постоянная C , мм ² /с ²
Набор № 1			
861204	0,33	0,16	0,0017412
870306	0,48	0,22	0,0058390
850107	0,65	0,22	0,018661
020386	0,97	0,38	0,048311
230808	1,33	–	0,17987
631003	1,88	–	0,44334
810702	2,55	–	1,7027
66126(6)	4,15	–	5,1741
740337	5,50	–	16,835
030601	7,25	–	52,368
Набор № 2			
861230	0,33	0,15	0,0019019
860107	0,48	0,22	0,0060823
870203	0,65	0,23	0,016020
831201	0,97	0,37	0,048580
170893	1,33	–	0,15644
120808	1,88	–	0,42237
060491	2,55	–	1,5113
110808	4,15	–	4,8274
0210(12)	5,50	–	14,908
810115	7,25	–	50,179

Таблица 2.12 – Бюджет относительной стандартной неопределённости измерений постоянных C вискозиметров из набора № 1

Параметр	Заводской номер вискозиметра / значение параметра									
	861204	870306	850107	020386	230808	631003	810702	661266	740337	030601
Кинематическая вязкости жидкости-компаратора, ν , мм ² /с	0,98853	1,2628	9,9270	9,9270	102,39	102,39	324,47	1056,7	10551	10551
Относительная стандартная неопределённость измерений кинематической вязкости жидкости-компаратора, u_{ν}	$1,89 \cdot 10^{-4}$	$2,29 \cdot 10^{-4}$	$2,96 \cdot 10^{-4}$	$2,96 \cdot 10^{-4}$	$4,63 \cdot 10^{-4}$	$4,63 \cdot 10^{-4}$	$4,85 \cdot 10^{-4}$	$5,15 \cdot 10^{-4}$	$5,58 \cdot 10^{-4}$	$5,58 \cdot 10^{-4}$
Коэффициент чувствительности, $\frac{\partial C}{\partial \nu} = \frac{1}{\bar{\tau}} \frac{g_H}{g_{MK}}$	$1,76 \cdot 10^{-3}$	$4,62 \cdot 10^{-3}$	$1,88 \cdot 10^{-3}$	$4,87 \cdot 10^{-3}$	$1,76 \cdot 10^{-3}$	$4,33 \cdot 10^{-3}$	$4,99 \cdot 10^{-3}$	$4,90 \cdot 10^{-3}$	$1,60 \cdot 10^{-3}$	$4,96 \cdot 10^{-3}$
Постоянная B , мм ²	0,16	0,22	0,22	0,38						
Относительная стандартная неопределённость измерений постоянной B , u_{rB}	$9,93 \cdot 10^{-4}$	$9,91 \cdot 10^{-4}$	$9,84 \cdot 10^{-4}$	$9,63 \cdot 10^{-4}$						
Коэффициент чувствительности, $\frac{\partial C}{\partial B} = \frac{1}{\bar{\tau}^2} \frac{g_H}{g_{MK}}$	$3,10 \cdot 10^{-6}$	$2,14 \cdot 10^{-5}$	$3,54 \cdot 10^{-6}$	$2,37 \cdot 10^{-5}$						
Время истечения, $\bar{\tau}$, с	567,20	216,18	531,35	205,27	568,54	230,67	200,33	203,98	625,96	201,23
Относительная стандартная неопределённость измерений времени истечения, $u_{r\bar{\tau}}$	$1,02 \cdot 10^{-4}$	$1,06 \cdot 10^{-4}$	$1,02 \cdot 10^{-4}$	$1,07 \cdot 10^{-4}$	$1,02 \cdot 10^{-4}$	$1,06 \cdot 10^{-4}$	$1,07 \cdot 10^{-4}$	$1,07 \cdot 10^{-4}$	$1,02 \cdot 10^{-4}$	$1,07 \cdot 10^{-4}$
Коэффициент чувствительности, $\frac{\partial C}{\partial \tau} = \left(-2 \frac{B}{\bar{\tau}^3} - \frac{\nu}{\bar{\tau}^2}\right) \frac{g_H}{g_{MK}}$	$-3,07 \cdot 10^{-6}$	$-2,69 \cdot 10^{-5}$	$-3,51 \cdot 10^{-5}$	$-2,35 \cdot 10^{-4}$	$-3,16 \cdot 10^{-4}$	$-1,92 \cdot 10^{-4}$	$-8,08 \cdot 10^{-3}$	$-2,54 \cdot 10^{-2}$	$-2,69 \cdot 10^{-2}$	$-2,60 \cdot 10^{-2}$
Постоянная C , мм ² /с ²	0,0017412	0,0058390	0,018661	0,048311	0,17987	0,44334	1,7027	5,1741	16,835	52,368
Относительная стандартная неопределённость измерений постоянной C , u_{rC}	$2,15 \cdot 10^{-4}$	$2,52 \cdot 10^{-4}$	$3,13 \cdot 10^{-4}$	$3,15 \cdot 10^{-4}$	$4,74 \cdot 10^{-4}$	$4,74 \cdot 10^{-4}$	$4,97 \cdot 10^{-4}$	$5,26 \cdot 10^{-4}$	$5,67 \cdot 10^{-4}$	$5,68 \cdot 10^{-4}$
Относительная расширенная неопределённость измерений постоянной C , U_{rC} , при $k=2$	$4,3 \cdot 10^{-4}$	$5,0 \cdot 10^{-4}$	$6,3 \cdot 10^{-4}$	$6,3 \cdot 10^{-4}$	$9,5 \cdot 10^{-4}$	$9,5 \cdot 10^{-4}$	$9,9 \cdot 10^{-4}$	$1,1 \cdot 10^{-3}$	$1,1 \cdot 10^{-3}$	$1,1 \cdot 10^{-3}$

Таблица 2.13 – Бюджет относительной стандартной неопределённости измерений постоянных C вискозиметров из набора № 2

Параметр	Заводской номер вискозиметра / значение параметра									
	861230	860107	870203	831201	170893	120808	060491	110808	021012	810115
Кинематическая вязкости жидкости-компаратора, ν , мм ² /с	0,98853	1,2628	9,9270	9,9270	102,39	102,39	324,47	1056,7	10551	10551
Относительная стандартная неопределённость измерений кинематической вязкости жидкости-компаратора, u_{ν}	$1,89 \cdot 10^{-4}$	$2,29 \cdot 10^{-4}$	$2,96 \cdot 10^{-4}$	$2,96 \cdot 10^{-4}$	$4,63 \cdot 10^{-4}$	$4,63 \cdot 10^{-4}$	$4,85 \cdot 10^{-4}$	$5,15 \cdot 10^{-4}$	$5,58 \cdot 10^{-4}$	$5,58 \cdot 10^{-4}$
Коэффициент чувствительности, $\frac{\partial C}{\partial \nu} = \frac{1}{\bar{\tau}} \frac{g_H}{g_{MK}}$	$1,92 \cdot 10^{-3}$	$4,81 \cdot 10^{-3}$	$1,61 \cdot 10^{-3}$	$4,89 \cdot 10^{-3}$	$1,53 \cdot 10^{-3}$	$4,13 \cdot 10^{-3}$	$4,66 \cdot 10^{-3}$	$4,57 \cdot 10^{-3}$	$1,41 \cdot 10^{-3}$	$4,76 \cdot 10^{-3}$
Постоянная B , мм ²	0,15	0,22	0,23	0,38						
Относительная стандартная неопределённость измерений постоянной B , u_{rB}	$9,52 \cdot 10^{-4}$	$9,56 \cdot 10^{-4}$	$9,67 \cdot 10^{-4}$	$9,96 \cdot 10^{-4}$						
Коэффициент чувствительности, $\frac{\partial C}{\partial B} = \frac{1}{\bar{\tau}^2} \frac{g_H}{g_{MK}}$	$3,70 \cdot 10^{-6}$	$2,32 \cdot 10^{-5}$	$2,61 \cdot 10^{-6}$	$2,40 \cdot 10^{-6}$						
Время истечения, $\bar{\tau}$, с	519,27	207,54	618,91	204,13	653,70	242,12	214,43	218,63	706,87	210,01
Относительная стандартная неопределённость измерений времени истечения, $u_{r\bar{\tau}}$	$1,02 \cdot 10^{-4}$	$1,06 \cdot 10^{-4}$	$1,02 \cdot 10^{-4}$	$1,07 \cdot 10^{-4}$	$1,02 \cdot 10^{-4}$	$1,05 \cdot 10^{-4}$	$1,06 \cdot 10^{-4}$	$1,06 \cdot 10^{-4}$	$1,01 \cdot 10^{-4}$	$1,06 \cdot 10^{-4}$
Коэффициент чувствительности, $\frac{\partial C}{\partial \tau} = \left(-2 \frac{B}{\bar{\tau}^3} - \frac{\nu}{\bar{\tau}^2}\right) \frac{g_H}{g_{MK}}$	$-3,66 \cdot 10^{-6}$	$-2,92 \cdot 10^{-5}$	$-2,59 \cdot 10^{-5}$	$-2,38 \cdot 10^{-5}$	$-2,39 \cdot 10^{-4}$	$-1,74 \cdot 10^{-3}$	$-7,05 \cdot 10^{-3}$	$-2,21 \cdot 10^{-3}$	$-2,11 \cdot 10^{-2}$	$-2,39 \cdot 10^{-1}$
Постоянная C , мм ² /с ²	0,0019019	0,0060823	0,016020	0,048580	0,15644	0,42237	1,5113	4,8274	14,908	50,179
Относительная стандартная неопределённость измерений постоянной C , u_{rC}	$2,15 \cdot 10^{-4}$	$2,52 \cdot 10^{-4}$	$3,13 \cdot 10^{-4}$	$3,15 \cdot 10^{-4}$	$4,74 \cdot 10^{-4}$	$4,75 \cdot 10^{-4}$	$4,79 \cdot 10^{-4}$	$5,26 \cdot 10^{-4}$	$5,67 \cdot 10^{-4}$	$5,68 \cdot 10^{-4}$
Относительная расширенная неопределённость измерений постоянной C , U_{RC} , при $k=2$	$4,3 \cdot 10^{-4}$	$5,0 \cdot 10^{-4}$	$6,3 \cdot 10^{-4}$	$6,3 \cdot 10^{-4}$	$9,5 \cdot 10^{-4}$	$9,5 \cdot 10^{-4}$	$9,9 \cdot 10^{-4}$	$1,1 \cdot 10^{-3}$	$1,1 \cdot 10^{-3}$	$1,1 \cdot 10^{-3}$

2.2.3 Оценка относительной расширенной неопределённости измерений кинематической вязкости жидкости на усовершенствованном эталонном комплексе

При оценивании относительной расширенной неопределённости измерений кинематической вязкости жидкости на усовершенствованном эталонном комплексе использованы способы, описанные в ГОСТ 34100.3 «Неопределённость измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределённости измерения» [78].

Относительная расширенная неопределённость измерений кинематической вязкости жидкости определена по формуле:

$$U_{RVPЭ} = k \sqrt{\left(\frac{\partial v}{\partial C} \cdot C \cdot u_{rC}\right)^2 \frac{1}{v^2} + \left(\frac{\partial v}{\partial B} \cdot B \cdot u_{rB}\right)^2 \frac{1}{v^2} + \left(\frac{\partial v}{\partial \bar{t}} \cdot \bar{t} \cdot u_{r\bar{t}}\right)^2 \frac{1}{v^2} + \left(\frac{\partial v}{\partial T} \cdot T \cdot u_{rT}\right)^2 \frac{1}{v^2}}, \quad (2.18)$$

где $U_{RVPЭ}$ – относительная расширенная неопределённость измерений кинематической вязкости исследуемой жидкости; k – коэффициент охвата; u_{rC} – относительная стандартная неопределённость измерений постоянной C вискозиметра; u_{rB} – относительная стандартная неопределённость измерений постоянной B (учитывается только для вискозиметров с диаметрами капилляра (0,33 – 0,97) мм); $u_{r\bar{t}}$ – 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.

Выбор функции аппроксимации

Выбор функции аппроксимации производился по результатам измерений кинематической вязкости трёх жидкостей, представляющих собой

- полиальфаолефиновое масло Durasyn 166 (ПАО-166);
- смесь трансформаторного масла по ТУ 38.1011025 [79] и индустриального масла по ГОСТ 20799-88 «Масла индустриальные. Технические условия» [80] (РЭВ-100);
- смесь авиационного масла по ГОСТ 21743 «Масла авиационные. Технические условия» [81] и октола по ТУ 38.001179-74 «Октол» [82] (РЭВ-10000).

Измеренные значения кинематической вязкости при различных температурах представлены в таблицах 2.14 – 2.16.

Таблица 2.14 – Измеренные значения кинематической вязкости ПАО-166

Температура, °С	Измеренное значение кинематической вязкости, мм ² /с
-40	8084,1
-35	4374,3
-30	2582,8
-20	1020,7
-15	675,56
-10	461,16
-5	322,55

Таблица 2.15 – Измеренные значения кинематической вязкости РЭВ-100

Температура, °С	Измеренное значение кинематической вязкости, мм ² /с
10	130,02
20	87,631
40	30,685
50	20,113
80	7,5560
100	4,6432

Таблица 2.16 – Измеренные значения кинематической вязкости РЭВ-10000

Температура, °С	Измеренное значение кинематической вязкости, мм ² /с
20	10500
40	2066,3
50	1047,6
80	206,42
100	91,931

На рисунках 2.10 – 2.12 представлены зависимости измеренных значений кинематической вязкости, выраженные через десятичный логарифм от температуры и линии тренда аппроксимации такими функциями, как экспоненциальная, логарифмическая, линейная, степенная и полиномиальная.

Проанализировав полученные линии тренда аппроксимирующих функций, сделан вывод о том, что наилучшим образом зависимость кинематической вязкости исследуемых и подобных им жидкостей от температуры описывают такие функции, как полиномиальная и экспоненциальная.

Для выбора оптимальной функции был произведен расчёт относительной погрешности значений, полученных путём аппроксимации от измеренных при различных температурах. Результаты расчётов приведены в таблицах 2.17 – 2.22.

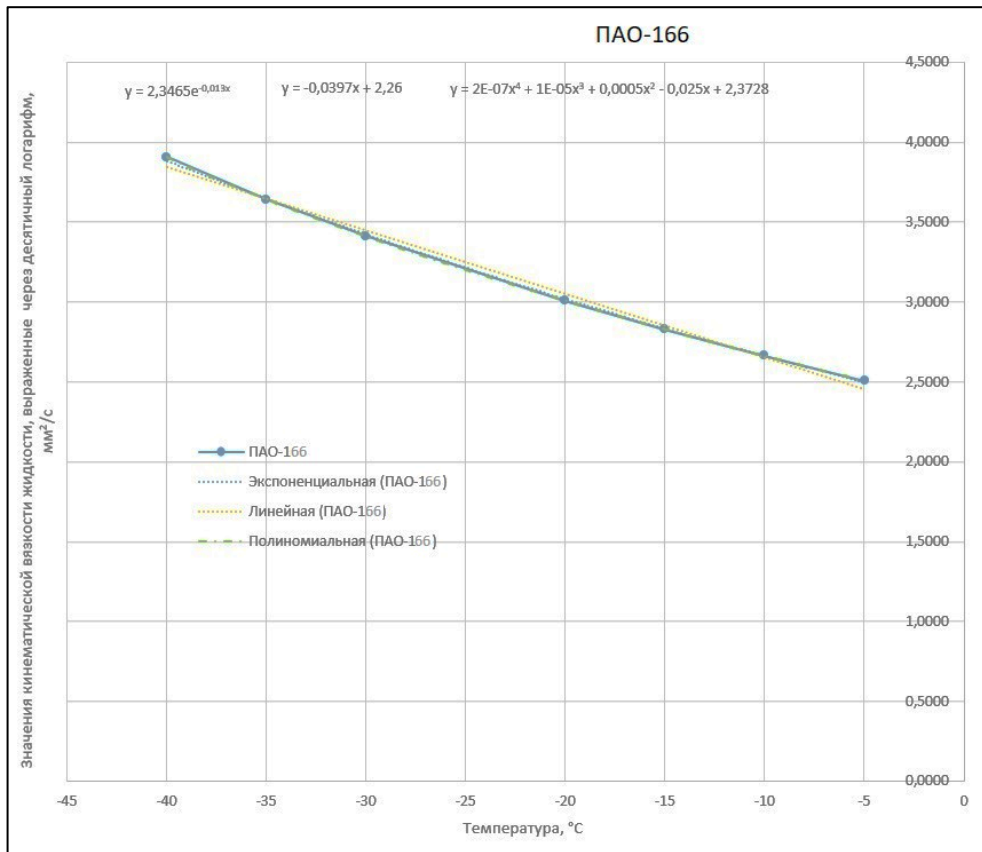


Рисунок 2.10 – Зависимость измеренных значений кинематической вязкости ПАО-170, выраженных через десятичный логарифм от температуры

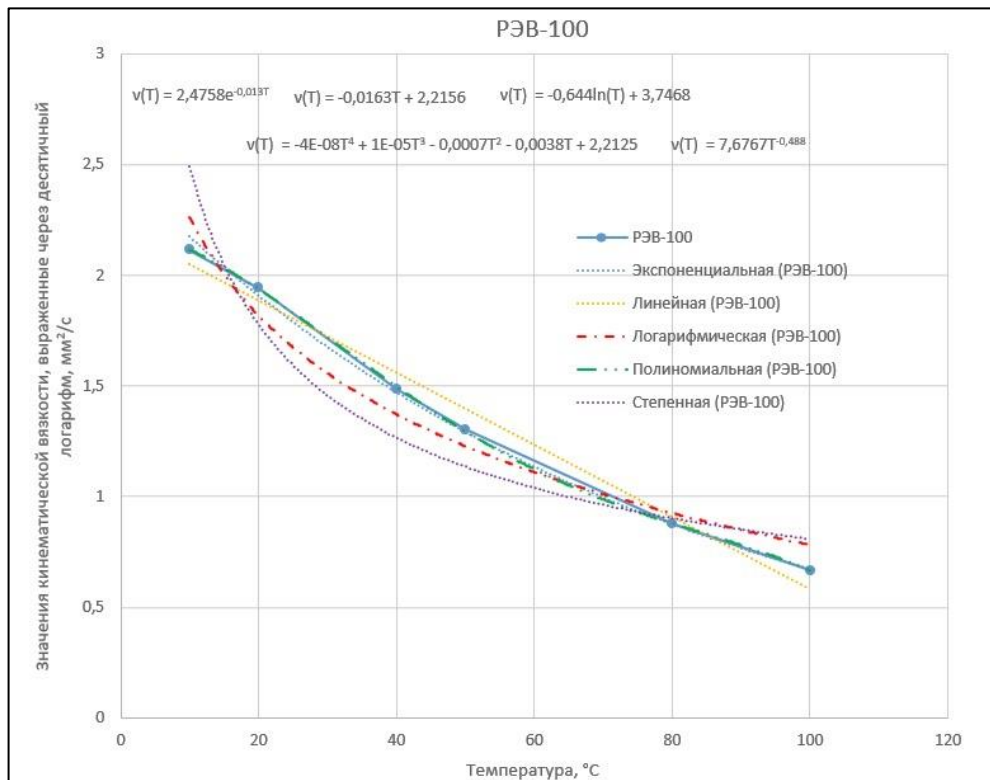


Рисунок 2.11 – Зависимость измеренных значений кинематической вязкости РЭВ-100, выраженных через десятичный логарифм от температуры

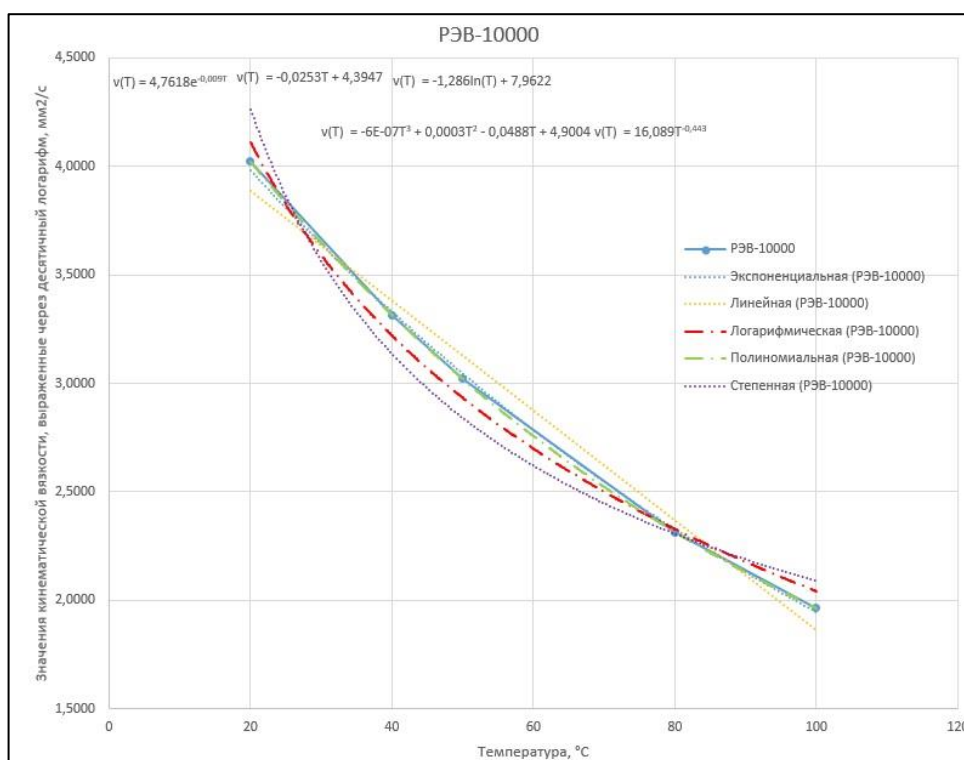


Рисунок 2.12 – Зависимость измеренных значений кинематической вязкости РЭВ-10000, выраженных через десятичный логарифм от температуры

Таблица 2.17 – Относительная погрешность значений, полученных путём аппроксимации полиномиальной функцией от измеренных значений кинематической вязкости ПАО-166

Температура, °C	Измеренное значение кинематической вязкости жидкости, мм ² /с	Рассчитанное значение кинематической вязкости жидкости, мм ² /с	Относительная погрешность, %
-40	8084,1	7780,4	-3,8
-35	4374,3	4313,2	-1,4
-30	2582,8	2536,9	-1,8
-20	1020,7	1013,4	-0,7
-15	675,56	676,55	0,15
-10	461,16	462,91	0,38
-5	322,55	321,96	-0,18
20	166,68	49,41	-70,36

Таблица 2.18 – Относительная погрешность значений, полученных путём аппроксимации полиномиальной функцией от измеренных значений кинематической вязкости РЭВ-100

Температура, °C	Измеренное значение кинематической вязкости жидкости, мм ² /с	Рассчитанное значение кинематической вязкости жидкости, мм ² /с	Относительная погрешность, %
10	130,02	135,21	3,99
20	87,631	80,928	-7,649
40	30,685	31,110	1,385
50	20,113	20,147	0,169
80	7,5560	6,8438	-9,4256
100	4,6432	4,1850	-9,8682

Таблица 2.19 – Относительная погрешность значений, полученных путём аппроксимации полиномиальной функцией от измеренных значений кинематической вязкости РЭВ-10000

Температура, °С	Измеренное значение кинематической вязкости жидкости, мм ² /с	Рассчитанное значение кинематической вязкости жидкости, мм ² /с	Относительная погрешность, %
20	10500	10965	4
40	2066,3	2456,9	18,9
50	1047,6	1367,1	30,6
80	206,42	407,00	97,19
100	91,931	263,51	186,64
150	20,067	202,21	816,35

Таблица 2.20 – Относительная погрешность значений, полученных путём аппроксимации экспоненциальной функцией от измеренных значений кинематической вязкости ПАО-166

Температура, °С	Измеренное значение кинематической вязкости жидкости, мм ² /с	Рассчитанное значение кинематической вязкости жидкости, мм ² /с	Относительная погрешность, %
-40	8084,1	8849,1	9,5
-35	4374,3	4994,6	14,2
-30	2582,8	2922,1	13,1
-20	1020,7	1104,6	8,2
-15	675,56	710,62	5,20
-10	461,16	470,22	1,96
-5	322,55	319,23	-1,03
20	166,68	64,461	-61,326

Таблица 2.21 – Относительная погрешность значений, полученных путём аппроксимации экспоненциальной функцией от измеренных значений кинематической вязкости РЭВ-100

Температура, °С	Измеренное значение кинематической вязкости жидкости, мм ² /с	Рассчитанное значение кинематической вязкости жидкости, мм ² /с	Относительная погрешность, %
10	130,02	149,28	14,81
20	87,631	81,096	-7,46
40	30,685	29,642	-3,40
50	20,113	19,611	-2,50
80	7,5560	7,5007	-0,73
100	4,6432	4,7282	1,83

Таблица 2.22 – Относительная погрешность значений, полученных путём аппроксимации экспоненциальной функцией от измеренных значений кинематической вязкости РЭВ-10000

Температура, °С	Измеренное значение кинематической вязкости жидкости, мм ² /с	Рассчитанное значение кинематической вязкости жидкости, мм ² /с	Относительная погрешность, %
20	10500	9492,9	-9,6
40	2066,3	2099,9	1,6
50	1047,6	1087,2	3,8
80	206,42	207,87	0,70
100	91,931	86,298	-6,127
150	20,067	17,159	-22,241

Проанализировав полученные результаты, сделан вывод о том, что полиномиальная аппроксимация позволяет получить наиболее достоверную функциональную зависимость в том интервале значений, в котором находятся данные, используемые для аппроксимации, при этом погрешность либо возрастает с ростом температуры, либо убывает к середине интервала введённых данных и значительно возрастает с ростом температуры.

Аппроксимация экспоненциальной функцией в интервале значений, в котором находятся данные, используемые для аппроксимации, даёт относительную погрешность больше, чем при полиномиальной функции, однако, при проведении проверки в точках, не вошедших в интервал 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).

Оценки относительной расширенной неопределённости измерений кинематической вязкости жидкости на усовершенствованном эталонном комплексе для некоторых исследованных жидкостей

В таблице 2.23 приведены оценки относительной расширенной неопределённости измерений кинематической вязкости жидкости на усовершенствованном эталонном комплексе для некоторых исследованных жидкостей.

При оценивании относительной расширенной неопределённости измерений кинематической вязкости исследуемой жидкости применялись консервативные оценки таких вносящих вклад в неопределённость величин, как:

- относительная стандартная неопределённость измерений постоянных C вискозиметров;
- относительная стандартная неопределённость измерений времени истечения определённого объёма исследуемой жидкости через капилляр применяемого вискозиметра.

Таблица 2.23 – Оценки относительной расширенной неопределённости измерений кинематической вязкости жидкости на усовершенствованном эталонном комплексе

Параметр	Жидкость							
	ПАО-170		РЭВ-20		РЭВ-100000		РЭВ-30000	
Постоянная C , мм ² /с ²	52,368	50,179	0,048311	0,048580	52,368	50,179	0,17987	0,15644
Относительная стандартная неопределённость измерений постоянной C , u_C	$5,68 \cdot 10^{-4}$		$3,15 \cdot 10^{-4}$		$1,14 \cdot 10^{-3}$		$4,74 \cdot 10^{-4}$	
Коэффициент чувствительности, $\frac{\partial v}{\partial C} = \bar{\tau} \frac{g_{ми}}{g_n}$	659,39	688,15	420,16	417,71	1956,52	2041,69	361,99	416,23
Постоянная B , мм ²			0,38	0,38				
Относительная стандартная неопределённость измерений постоянной B , u_B			$9,56 \cdot 10^{-4}$	$9,59 \cdot 10^{-4}$				
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, $u_{\bar{\tau}}$	$1,01 \cdot 10^{-4}$	$1,01 \cdot 10^{-4}$	$1,02 \cdot 10^{-4}$	$1,02 \cdot 10^{-4}$	$1,01 \cdot 10^{-4}$	$1,01 \cdot 10^{-4}$	$1,03 \cdot 10^{-4}$	$1,03 \cdot 10^{-4}$
Коэффициент чувствительности, $\frac{\partial v}{\partial \bar{\tau}} = C \frac{g_{ми}}{g_n} + \frac{B}{\bar{\tau}^2}$	52,43	50,24	0,05	0,05	52,43	50,24	0,18	0,16
Температура измерений, °С	-40,00±0,02		20,00±0,01		20,00±0,01		150,00±0,05	
Относительная стандартная неопределённость измерений температуры, u_T	$-2,74 \cdot 10^{-4}$		$2,89 \cdot 10^{-4}$		$2,89 \cdot 10^{-4}$		$1,92 \cdot 10^{-4}$	
Коэффициент чувствительности, $\frac{\partial v}{\partial T}$	-3402,77		-0,30		-5564,03		-1,99	
Кинематическая вязкость исследуемой жидкости, ν , мм ² /с	34531		20,294		102455		65,114	
Относительная стандартная неопределённость измерений кинематической вязкости исследуемой жидкости, u_{ν}	$1,23 \cdot 10^{-3}$		$3,42 \cdot 10^{-4}$		$1,19 \cdot 10^{-3}$		$1,01 \cdot 10^{-3}$	
Относительная расширенная неопределённость измерений кинематической вязкости исследуемой жидкости, $U_{R\nu}$, 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».

Титульные листы разработанных и утверждённых методик приведены в Приложении Б.

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 [8, 83], свидетельство об аттестации эталона 3.1.ZZB.0299.2019 приведено в Приложении В.

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).

2.3 Разработка и исследование 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

2.3.1 Обоснование выбора основного средства, входящего в состав эталона

Выбор основного средства, входящего в состав эталона, осуществлялся на основе анализа метрологических характеристик современных СИ, определяющих вязкость в интервале температуры ниже 0 °С, таких, как:

- диапазон измерений вязкости;
- диапазон установления и поддержания температуры;
- предел допускаемой относительной погрешности измерений,

а также с учётом функциональности, универсальности и удобства эксплуатации.

В ходе анализа современных СИ вязкости рассматривались приборы с пределами допускаемой относительной погрешности не более 0,6 %, исходя из априорной информации – требований к метрологическим характеристикам эталонов, соответствующих уровню второго разряда по ГОСТ 8.025-96 [8].

В таблице 2.24 представлен перечень отобранных типов СИ вязкости.

Таблица 2.24 – Основные метрологические характеристики современных СИ, определяющих вязкость при температурах ниже 0 °С

Наименование	Тип	Определяемая величина	Диапазон измерений	Тип нормируемой погрешности	Пределы допускаемой погрешности измерений	Диапазон рабочих температур, °С
Вискозиметры капиллярные автоматические	VH мод. VH1, VH2	кинематическая, мм ² /с	от 3 до 2000	Относительная погрешность, %	± 0,5	от -20 до 100
Вискозиметр	Rheomat RM 180	динамическая, мПа·с	от 1,0 до 1,0·10 ⁶	Относительная погрешность, %	± 0,5	от -20 до 120
Вискозиметры Штабингера	SVM 3000	динамическая, мПа·с кинематическая, мм ² /с	от 0,20 до св. 10000,00	Относительная погрешность, %	± 0,5 и более в не калиброванного диапазона	от -40 до 100
Вискозиметры капиллярные стеклянные	Cannon Fenske Routine	кинематическая, мм ² /с	от 0,4 до 20000,0	Относительная погрешность, %	± 0,3	от -40 до 150
Вискозиметры капиллярные автоматические	HVU 481, HVU 482	кинематическая, мм ² /с	от 1,00 до 50000,00	Относительная погрешность, %	± 0,54	от -40 до 150
Вискозиметры капиллярные стеклянные	Ubbelohde, Cannon-Fenske opaque, Cannon-Fenske Routine, BS/IP/RF U, BS/IP SL, Houillon	кинематическая, мм ² /с	от 0,30 до 3,00·10 ⁵	Относительная погрешность, %	± 0,35	от -60 до 150
Системы измерения вязкости автоматические	PVS и iVisc	кинематическая, мм ² /с	от 0,3 до 50000,0	Относительная погрешность, %	± 0,5	от -65 до 180

Таким образом, в качестве основного средства, входящего в состав разрабатываемого эталона, выбран вискозиметр Штабингера SVM 3000 производства фирмы «Anton Paar GmbH», Австрия [84].

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

Общий вид вискозиметра приведён на рисунке 2.13.



Рисунок 2.13 – Общий вид вискозиметра Штабингера SVM 3000

Ротационный метод определения вязкости на данном приборе основан на измерении вращающего момента, а также скорости вращения ротора.

Измерительная ячейка представляет собой цилиндр – внешний ротор, заполненный образцом, который вращается с постоянной скоростью. В образце находится измерительный ротор со встроенным магнитом, центрирование которого происходит за счёт его низкой плотности и как следствие центробежной силы [85].

На рисунке 2.14 приведено схематичное строение вискозиметра.

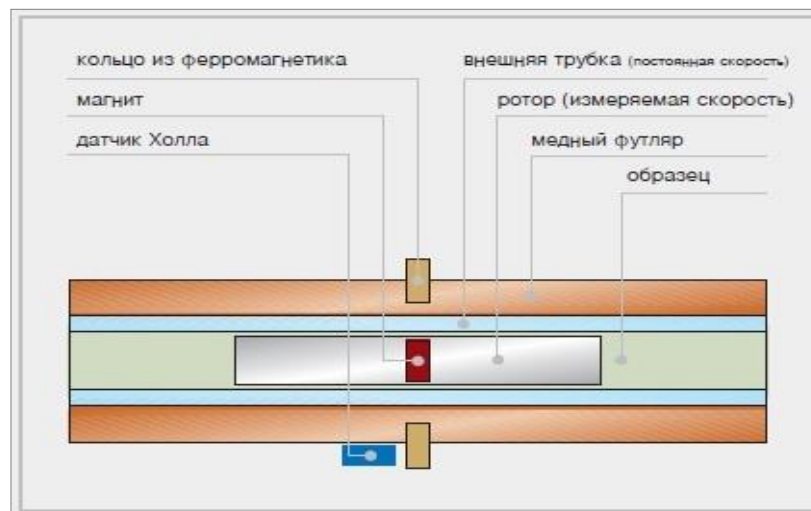


Рисунок 2.14 – Схематичное строение вискозиметра

Магнитный ток вызывается вращающимся магнитом. Разгоняющий момент обусловлен действием усилия сдвига со стороны вращающегося образца, а тормозящий обеспечивает вихревые токи. Таким образом, из определения скорости ротора рассчитывается динамическая вязкость.

Измерение плотности образца выполняется с помощью встроенной измерительной ячейки, в которой используется проверенный принцип колеблющейся *U*-образной трубки, что обеспечивает возможность автоматического пересчёта результатов измерений из динамической вязкости в кинематическую.

Для быстрого изменения и точного регулирования температуры измерения используется твердотельный термостат Пелтье. Это встроенный термостат с последовательно соединёнными термоэлектрическими элементами и платиновым термометром.

Для расширения диапазона температуры используется внешнее противоточное охлаждение, которое состоит из внешнего охлаждающего термостата, воздушного компрессора, воздушного фильтра, а также соединительных шлангов.

Основные метрологические и технические характеристики вискозиметра при стандартной заводской настройке приведены в таблице 2.25.

Таблица 2.25 – Основные метрологические и технические характеристики вискозиметра

Характеристика	Значение
Диапазон измерений динамической вязкости жидкости, мПа·с	от 0,2 до 10 000,0 и выше
Диапазон измерений кинематической вязкости жидкости, мм ² /с	от 0,2 до 10 000,0 и выше
Диапазон измерений плотности, г/см ³	от 0,65 до 2,00
Диапазон температуры, °С	от -40 до 100
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений динамической и кинематической вязкости, %, не более, в диапазоне температуры от 20 °С до 100 °С	± 0,5
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений плотности, г/см ³ , не более, в диапазоне температуры от 20 °С до 100 °С	± 0,0005
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры, °С	± 0,02
Материал внешнего ротора	хастеллой С 276
Материал измерительного ротора	титан марки 2

Для обеспечения достоверных результатов измерений вязкости и плотности исследуемых жидкостей в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 100 °С в состав эталона введены вспомогательные технические средства:

- внешний блок охлаждения – термостат жидкостный циркуляционный;

- компрессор воздушный;
- воздушный фильтр;
- термогигрометр.

Внешний вид основных и вспомогательных технических средств эталонного комплекса приведён на рисунке 2.15.



Рисунок 2.15 – Внешний вид основных и вспомогательных технических средств эталонного комплекса

2.3.2 Калибровка вискозиметра Штабингера SVM 3000

Функциональные возможности вискозиметра Штабингера позволяют проводить дополнительные настройки: расширять диапазон измерений вязкости и температуры [86].

В связи с тем, что вискозиметр Штабингера выбран в качестве основного средства, входящего в состав Государственного эталона единиц динамической и кинематической вязкости жидкости второго разряда, проведена его дополнительная настройка с целью расширения диапазона измерений вязкости в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 100 °С.

Дополнительная настройка вискозиметра осуществлялась путём градуировки и автоматического определения градуировочных постоянных вискозиметра с применением высокоточных эталонных стандартов (образцов).

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». Титульный лист

разработанной и утвержденной методики калибровки представлен в Приложении Б.

Методикой предусмотрены такие операции калибровки, как:

- подготовка образцов и жидкостей-компараторов, применяемых при калибровке вискозиметра;
- подготовка вискозиметра и вспомогательного оборудования;
- проведение процедуры калибровки вискозиметра;
- обработка результатов калибровки вискозиметра;
- оформление результатов калибровки вискозиметра.

В соответствии с методикой проведена калибровка SVM в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 100 °С, целью которой являлось определение относительной погрешности и относительной расширенной неопределённости измерений динамической и кинематической вязкости по аттестованным значениям СО и ГЖ.

При проведении калибровки применялись:

- Государственный рабочий эталон единицы кинематической вязкости жидкости первого разряда в диапазоне значений от 0,4 до 1,0·10⁵ мм²/с, регистрационный номер 3.1.ZZB.0299.2019;
- градуировочные жидкости (компараторы);
- импортные образцы вязкости жидкости, аттестованные при температурах ниже 0 °С, аттестованные значения которых прослеживаются к национальному эталону страны производителя.

Для описания результатов калибровки применялись следующие показатели точности:

- относительная расширенная неопределённость измерений динамической и кинематической вязкости жидкости;
- относительная погрешность измерений динамической и кинематической вязкости жидкости [87].

Относительная погрешность измерений динамической вязкости жидкости на калибруемом вискозиметре рассчитана по формуле (2.19):

$$\delta\eta_{SVM} = k \sqrt{\widehat{S(\eta)}_r^2 + \delta\bar{\eta}_{ГЖ}^2 + \delta\eta_{rCO}^2}, \quad (2.19)$$

где $\widehat{S(\eta)}_r$ – относительное стандартное отклонение среднего арифметического значения, рассчитанное по формуле (2.20); $\delta\bar{\eta}_{ГЖ}$ – относительная погрешность среднего значения от аттестованного значения СО или ГЖ; $\delta\eta_{rCO}$ – относительная погрешность аттестованного значения СО или ГЖ.

$$\widehat{S(\eta)}_r = \frac{\widehat{S(\eta)}}{\bar{\eta}_{ГЖ}}, \quad (2.20)$$

где $\widehat{S}(\eta)$ – стандартное отклонение среднего арифметического, рассчитанное по формуле (2.21); $\bar{\eta}_{\text{ИЗМ}}$ – среднее арифметическое измеренное значение.

$$\widehat{S}(\eta) = \frac{s(\eta)}{\sqrt{n}}, \quad (2.21)$$

где $s(\eta)$ – стандартное отклонение, рассчитанное по формуле (2.22); n – число наблюдений;

$$s(\eta) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\eta_i - \bar{\eta}_{\text{ИЗМ}})^2}{n-1}}, \quad (2.22)$$

где η_i – i -е наблюдение.

Относительная расширенная неопределённость измерений динамической вязкости жидкости на калибруемом вискозиметре рассчитана по формуле (2.23):

$$U_{R\eta SVM} = k \cdot u_{r\eta}, \quad (2.23)$$

где k – коэффициент охвата; $u_{r\eta}$ – относительная суммарная стандартная неопределённость измерений динамической вязкости на эталоне, рассчитанная по формуле (2.24).

$$u_{r\eta} = \sqrt{u_{r\eta A}^2 + u_{r\eta CO}^2 + u_{r\bar{\eta}_{\text{ИЗМ}}}^2}, \quad (2.24)$$

где $u_{r\eta A}$ – относительная стандартная неопределённость по типу А, рассчитанная по формуле (2.25); $u_{r\eta CO}$ – относительная стандартная неопределённость аттестованного значения динамической вязкости СО или ГЖ; $u_{r\bar{\eta}_{\text{ИЗМ}}}$ – относительная стандартная неопределённость среднего арифметического измеренного значения относительно аттестованного значения динамической вязкости СО или ГЖ.

$$u_{r\eta A} = \frac{u_{\eta A}}{\bar{\eta}_{\text{ИЗМ}}}, \quad (2.25)$$

где $\bar{\eta}_{\text{ИЗМ}}$ – среднее арифметическое измеренное значение; $u_{\eta A}$ – стандартная неопределённость по типу А, рассчитанная по формуле (2.26):

$$u_{\eta A} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\eta_i - \bar{\eta}_{\text{ИЗМ}})^2}{n(n-1)}} \quad (2.26)$$

Относительная погрешность измерений кинематической вязкости жидкости на калибруемом вискозиметре рассчитана по формуле (2.27):

$$\delta v_{SVM} = k \sqrt{\widehat{S}(v)_r^2 + \delta \bar{v}_{r\text{ИЗМ}}^2 + \delta v_{rCO}^2}, \quad (2.27)$$

где $\widehat{S}(v)_r$ – относительное стандартное отклонение среднего арифметического, рассчитанное по формуле (2.31); $\delta \bar{v}_{r\text{ИЗМ}}$ – относительная погрешность среднего значения от аттестованного значения СО или ГЖ; δv_{rCO} – относительная погрешность аттестованного значения кинематической вязкости СО или ГЖ.

$$\widehat{S}(v)_r = \frac{\widehat{S}(v)}{\bar{v}_{\text{ИЗМ}}}, \quad (2.28)$$

где $\widehat{S}(v)$ – стандартное отклонение среднего арифметического, рассчитанное по формуле (2.29); $\bar{v}_{\text{изм}}$ – среднее арифметической измеренное значение.

$$\widehat{S}(v) = \frac{s(v)}{\sqrt{n}}, \quad (2.29)$$

где $s(v)$ – стандартное отклонение, рассчитанное по формуле (2.30); n – число наблюдений;

$$s(v) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (v_i - \bar{v}_{\text{изм}})^2}{n-1}}, \quad (2.30)$$

где v_i – i -е наблюдение.

Относительная расширенная неопределённость измерений кинематической вязкости на калибруемом вискозиметре рассчитана по формуле (2.31):

$$U_{RV\text{SVM}} = k \cdot u_{rv}, \quad (2.31)$$

где k – коэффициент охвата; u_{rv} – относительная суммарная стандартная неопределённость измерений кинематической вязкости на эталоне, рассчитанная по формуле (2.32).

$$u_{rv} = \sqrt{u_{rvA}^2 + u_{rCO}^2 + u_{r\bar{v}_{\text{изм}}}^2}, \quad (2.32)$$

где u_{rvA} – относительная стандартная неопределённость по типу А, рассчитанная по формуле (2.33); u_{rCO} – относительная стандартная неопределённость аттестованного значения кинематической вязкости СО или ГЖ; $u_{r\bar{v}_{\text{изм}}}$ – относительная стандартная неопределённость среднего арифметического измеренного значения относительно аттестованного значения кинематической вязкости СО или ГЖ.

$$u_{rvA} = \frac{u_{vA}}{\bar{v}_{\text{изм}}}, \quad (2.36)$$

где $\bar{v}_{\text{изм}}$ – выборочное среднее измеренное значение; u_{vA} – стандартная неопределённость по типу А, рассчитанная по формуле (2.37):

$$u_{vA} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (v_i - \bar{v}_{\text{изм}})^2}{n(n-1)}} \quad (2.37)$$

В таблице 2.26 приведены оценки относительной погрешности и относительной расширенной неопределённости измерений динамической вязкости жидкости на вискозиметре Штабингера SVM 3000.

Таблица 2.26 – Оценки относительной погрешности и относительной расширенной неопределённости измерений динамической вязкости жидкости на вискозиметре Штабингера SVM 3000

T, °C	η_{CO} , мПа·с	$\delta\eta_{CO}$	$\bar{\eta}_{изм}$, мПа·с	$\delta\bar{\eta}_{изм}$	$S(\eta)_r$	$\delta\eta_{SVM}$, %	$U_{R\eta_{SVM}}$, %
-40	1437	$2,30 \cdot 10^{-3}$	1415	$-1,53 \cdot 10^{-2}$	$2,00 \cdot 10^{-5}$	$\pm 1,9$	1,8
-35	19540	$2,70 \cdot 10^{-3}$	19295	$-1,25 \cdot 10^{-2}$	$2,00 \cdot 10^{-4}$	$\pm 1,6$	1,5
-30	10430	$2,70 \cdot 10^{-3}$	10315	$-1,10 \cdot 10^{-2}$	$2,00 \cdot 10^{-4}$	$\pm 1,4$	1,4
-25	5890	$2,30 \cdot 10^{-3}$	5844	$-7,81 \cdot 10^{-3}$	$9,00 \cdot 10^{-4}$	$\pm 1,1$	1,0
-20	3488	$2,30 \cdot 10^{-3}$	3475	$-3,73 \cdot 10^{-3}$	$1,00 \cdot 10^{-4}$	$\pm 0,7$	0,6
-15	2144	$2,30 \cdot 10^{-3}$	2142	$-9,33 \cdot 10^{-4}$	$1,00 \cdot 10^{-4}$	$\pm 0,5$	0,5
-10	1369	$1,50 \cdot 10^{-3}$	1372	$2,19 \cdot 10^{-3}$	$1,00 \cdot 10^{-4}$	$\pm 0,4$	0,4
20	5613	$1,00 \cdot 10^{-3}$	5620	$1,25 \cdot 10^{-3}$	$1,00 \cdot 10^{-4}$	$\pm 0,3$	0,2
40	1126	$1,00 \cdot 10^{-3}$	1124	$-1,78 \cdot 10^{-3}$	$6,00 \cdot 10^{-5}$	$\pm 0,3$	0,3
100	53,4	$1,50 \cdot 10^{-3}$	53,26	$-2,62 \cdot 10^{-3}$	$5,00 \cdot 10^{-5}$	$\pm 0,4$	0,4

В таблице 2.27 приведены результаты определения относительной погрешности и относительной расширенной неопределённости измерений кинематической вязкости жидкости на вискозиметре Штабингера SVM 3000.

Таблица 2.27 – Оценки относительной погрешности и относительной расширенной неопределённости измерений кинематической вязкости жидкости на вискозиметре Штабингера SVM 3000

T, °C	$\nu_{CO}, \text{мм}^2/\text{с}$	$\delta \nu_{CO}$	$\bar{\nu}_{\text{изм}}, \text{мм}^2/\text{с}$	$\delta \bar{\nu}_{\text{изм}}$	$S(\nu)_r$	$\delta \nu_{SVM}, \%$	$U_{R\nu SVM}, \%$
-40	1690	$2,30 \cdot 10^{-3}$	1664	$-1,53 \cdot 10^{-2}$	$2,00 \cdot 10^{-5}$	$\pm 1,9$	1,8
-35	22543	$2,70 \cdot 10^{-3}$	22260	$-1,25 \cdot 10^{-2}$	$2,00 \cdot 10^{-4}$	$\pm 1,6$	1,5
-30	12076	$2,70 \cdot 10^{-3}$	11943	$-1,10 \cdot 10^{-2}$	$2,00 \cdot 10^{-4}$	$\pm 1,4$	1,4
-25	6844	$2,30 \cdot 10^{-3}$	6791	$-7,81 \cdot 10^{-3}$	$9,00 \cdot 10^{-4}$	$\pm 1,1$	1,0
-20	4068	$2,30 \cdot 10^{-3}$	4053	$-3,73 \cdot 10^{-3}$	$1,00 \cdot 10^{-4}$	$\pm 0,7$	0,6
-15	2509	$2,30 \cdot 10^{-3}$	2507	$-9,33 \cdot 10^{-4}$	$1,00 \cdot 10^{-4}$	$\pm 0,5$	0,5
-10	1608	$1,50 \cdot 10^{-3}$	1612	$2,19 \cdot 10^{-3}$	$1,00 \cdot 10^{-4}$	$\pm 0,4$	0,4
20	6283	$1,00 \cdot 10^{-3}$	6291	$1,25 \cdot 10^{-3}$	$1,00 \cdot 10^{-4}$	$\pm 0,3$	0,2
40	1277	$1,00 \cdot 10^{-3}$	1275	$-1,78 \cdot 10^{-3}$	$6,00 \cdot 10^{-5}$	$\pm 0,3$	0,3
100	62,97	$1,50 \cdot 10^{-3}$	62,80	$-2,62 \cdot 10^{-3}$	$5,00 \cdot 10^{-5}$	$\pm 0,4$	0,4

На рисунке 2.16 представлена зависимость полученных значений относительной расширенной неопределённости измерений вязкости на вискозиметре Штабингера SVM 3000 от температуры.

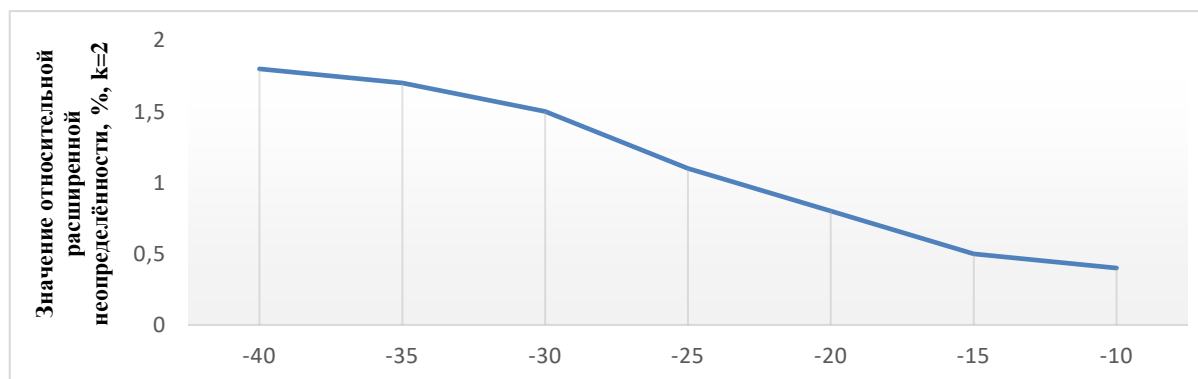


Рисунок 2.16 – Зависимость полученных значений относительной расширенной неопределённости измерений вязкости на вискозиметре Штабингера SVM 3000 от температуры

По результатам калибровки установлено, что вискозиметр Штабингера SVM 3000 заводской номер № 81217496 соответствует уровню рабочего эталона второго разряда по ГОСТ 8.025-96 [8, 88] в диапазоне значений температуры от минус 15 °С до 100 °С.

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 (мм²/с) в диапазоне значений температуры от минус 15 °С до 100 °С.

Свидетельство об аттестации эталона 3.1.ZZB.0301.2019 приведено в Приложении Г.

2.4 Выбор и обоснование средств измерений плотности в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С

Выбор и обоснование СИ плотности в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С, с применением которых будет проводиться исследование и аттестация образцов вязкости жидкости, осуществлялись на основе анализа метрологических характеристик современных СИ, определяющих плотность жидкостей таких, как:

- диапазон измерений плотности;
- диапазон установления и поддержания температуры;
- пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений,

а также с учетом функциональности, универсальности и удобства эксплуатации.

В ходе анализа СИ плотности рассматривались приборы с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более 0,0005 г/см³ при 20,00 °С, исходя из априорной информации – требований к метрологическим характеристикам эталонов, соответствующих уровню второго разряда (стандартным образцам вязкости жидкости и ГЖ) по ГОСТ 8.025-96 [8].

На основе анализа современных СИ плотности, основанных на вибрационном методе, с учётом выше указанных требований, выбраны два СИ:

- вискозиметр Штабингера SVM 3000, подробно описанный в разделе 2.3, для диапазона значений температуры от минус 40 °С до 20 °С;
- анализатор плотности DMA 4200M для диапазона значений температуры от 20 °С до 150 °С.

Общий вид анализатора плотности DMA 4200M приведён на рисунке 2.17.



Рисунок 2.17 – Общий вид анализатора плотности DMA 4200M [89]

Принцип действия прибора основан на измерении резонансной частоты механических колебаний чувствительного элемента, выполненного в виде *U*-образной трубки, заполненной исследуемой жидкостью. Значение резонансной частоты собственных колебаний чувствительного элемента является функцией плотности, находящейся в нём исследуемой жидкости, температуры, геометрических и механических характеристик, определяемых при калибровке.

Основные метрологические и технические характеристики анализатора приведены в таблице 2.28.

Таблица 2.28 – Основные характеристики анализатора

Характеристика	Значение
Диапазон измерений плотности с нормируемыми метрологическими характеристиками, г/см ³	от $7,5 \cdot 10^{-4}$ до 1,8
Пределы допускаемой погрешности измерений плотности, г/см ³	$\pm 2,0 \cdot 10^{-4}$
Диапазон показаний плотности, г/см ³	от 0 до 3
Рабочий диапазон температуры, °C	от -10 до 200
Рабочий диапазон давления в измерительной ячейке, МПа	от 0,1 до 50,0
Материалы, контактирующие с исследуемыми образцами	хастеллой С 276

Анализаторы плотности DMA 4200M внесены в государственный реестр СИ под номером № 64281-16, таким образом, подтверждение соответствия их метрологических характеристик установленным обязательным требованиям, осуществляется в соответствии с документом МП 64281-16 «Анализаторы плотности DMA 4200M, фирмы «Anton Paar GmbH, Австрия. Методика поверки», утверждённым руководителем АО «НИЦПВ» 03.02.2016 г.

Основываясь на результатах проведённых исследований, описанных в данном разделе, разработан проект актуализированного документа МИ 1289 «ГСИ. Жидкости градуировочные для поверки вискозиметров. Метрологическая аттестация», который соответствует современным требованиям к средствам поверки вискозиметров. Актуализированный проект МИ 1289 представлен в Приложении Д.

Выводы к разделу 2

Результаты проведённых исследований позволили провести существенные усовершенствования Государственного рабочего эталона единицы кинематической вязкости жидкости первого разряда и разработать новый Государственный рабочий эталон единиц динамической и кинематической вязкости жидкости второго разряда.

Выполненные исследования метрологических характеристик усовершенствованного эталонного комплекса, предназначенного для хранения и передачи единицы кинематической вязкости жидкости в диапазоне значений от 0,4 до $1,0 \cdot 10^5$ мм²/с и в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 150 °С позволили установить, что относительная расширенная неопределённость измерений постоянных C вискозиметров возрастает с увеличением диаметра капилляра вискозиметров, что объясняется методикой определения постоянных.

Консервативная оценка относительной расширенной неопределённости измерений постоянных C вискозиметров I группы из состава усовершенствованного эталонного комплекса не превышает 0,04 %, а X группы 0,11 %.

Относительная расширенная неопределённость измерений кинематической вязкости жидкости на усовершенствованном эталонном комплексе зависит от:

- точности измерений постоянной C применяемого вискозиметра;
- температуры измерений и точности её установления и поддержания;
- значения вязкости исследуемой жидкости.

Относительная расширенная неопределённость измерений кинематической вязкости жидкости на усовершенствованном эталонном комплексе не превышает 0,2 %.

По результатам исследований метрологических характеристик эталонного комплекса, предназначенного для хранения и передачи единицы кинематической вязкости жидкости, установлено его соответствие уровню эталона первого разряда и проведена процедура аттестации в качестве Государственного рабочего эталона единицы кинематической вязкости жидкости первого разряда в диапазоне значений от 0,4 до $1,0 \cdot 10^5$ мм²/с и в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 150 °С, регистрационный номер № 3.1.ZZB.0299.2019.

Разработаны методики калибровки вискозиметров стеклянных капиллярных образцовых (СК 03-2302в-01Т-2019) и эталонных комплексов (СК 03-2302в-02Т-2019), в которых изложен порядок калибровки и методики расчёта относительной расширенной неопределённости измерений постоянных C вискозиметров и кинематической вязкости жидкостей в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 150 °С.

Разработано устройство, предназначенное для установления вискозиметров стеклянных капиллярных образцовых в термостатическую ванну (термостат), подана и зарегистрирована заявка на полезную модель № 2019100656 от 10.01.2019 г.

В результате исследований метрологических характеристик вискозиметра Штабингера SVM 3000 впервые 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 ($\text{мм}^2/\text{с}$) и диапазоне значений температуры от минус 15 °С до 100 °С.

Результаты исследований позволили оценить относительную расширенную неопределённость измерений динамической и кинематической вязкости жидкости на разработанном эталоне второго разряда, которая не превышает (0,3 – 0,5) % в диапазоне значений температуры от минус 15 °С до 100 °С и 1,9 % в диапазоне значений температуры от минус 15 °С до минус 40 °С.

По результатам исследований метрологических характеристик вискозиметра Штабингера SVM 3000 разработана методика его калибровки (СК 03-2302в-03Т-2019), а также проведена процедура аттестации вискозиметра 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 ($\text{мм}^2/\text{с}$) и в диапазоне значений температуры от минус 15 °С до 100 °С, регистрационный номер эталона № 3.1.ZZB.0301.2019.

Произведён обоснованный выбор средств измерений плотности (анализатора плотности жидкостей DMA 4200М и вискозиметра Штабингера SVM 3000), которые соответствуют требованиям к средствам аттестации СО вязкости жидкости в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С.

Разработан проект актуализированного документа МИ 1289 «ГСИ. Жидкости градуировочные для поверки вискозиметров. Метрологическая аттестация», который соответствует современным требованиям к средствам поверки вискозиметров.

Материалы раздела 2 опубликованы в работах [79, 88].

3. РАЗРАБОТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ 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

Разработка СО вязкости жидкости, аттестуемых в диапазонах значений температуры от минус 40 °С до минус 5 °С и от 100 °С до 150 °С, проводилась в рамках совершенствования ГЭТ 17-96.

Разработка СО включала шесть этапов:

– на первом этапе производился сбор и анализ исходной информации, составлялось техническое задание (ТЗ) на разработку СО, проводились его метрологическая экспертиза и утверждение;

– на втором этапе производились выбор исходных материалов, способов приготовления СО, способов описания их характеристик, маркировки, хранения и транспортировки, разработка схемы метрологической прослеживаемости;

– третий этап включал подготовительные работы: калибровку (поверку) и проверку пригодности оборудования; обеспечение необходимых условий в помещениях для производства СО, разработку, оценку пригодности (валидацию, аттестацию) методик измерений;

– на четвёртом этапе изготавливались опытные экземпляры (партии) СО, выполнялись измерения для установления (приписывания) значений характеристик СО;

– на пятом этапе оценивались однородность, стабильность СО, неопределённость аттестованных значений СО;

– на шестом этапе оформлялись документы на разработанные СО [90].

Потребность в разработке Государственных рабочих эталонов единиц динамической и кинематической вязкости жидкости второго разряда – стабильных и однородных СО 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 обусловлена отсутствием средств поверки (калибровки) СИ, измеряющих вязкость в требуемом интервале температуры.

3.1 Выбор материалов для приготовления стандартных образцов

В настоящее время в Российской Федерации выпускаются СО, аттестованные при температурах ниже 0 °С, фирмами ООО «Петроаналитика» и ООО «ИНТЕГРСО» [9].

В таблице 3.1 представлены основные метрологические и технические характеристики СО вязкости жидкости, аттестованных при температурах ниже 0 °С, отечественного производства.

За рубежом основными производителями низкотемпературных СО вязкости жидкости являются США, «Cannon Instrument Company» и Великобритания «Paragon Scientific Ltd».

Основные метрологические и технические характеристики зарубежных СО приведены в таблице 3.2.

СО, аттестованные при температурах выше 100 °С, в настоящее время в Российской Федерации не выпускаются.

За рубежом аналогичные СО выпускаются в США и Великобритании. Основные метрологические и технические характеристики зарубежных высокотемпературных СО приведены в таблице 3.3.

Таблица 3.1 – Основные метрологические и технические характеристики СО отечественного производства [9]

Фирма-производитель	Индекс СО, номер в реестре СО РФ	Аттестуемая характеристика	Интервал допускаемых аттестованных значений	Условия измерений	Границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$, %	Материал СО	Срок годности
ООО «Петроаналитика»	СО ВЖ-НТ-ПА, ГСО 10861	кажущаяся вязкость, $\text{мПа}\cdot\text{с}$	1000 – 20000	от $(-15,00 \pm 0,05)^\circ\text{C}$ до $(-30,00 \pm 0,05)^\circ\text{C}$	$\pm 2,0$	моторное масло THK Revolux D2 SAE 10W-40	2 года
ООО «Петроаналитика»	СО ВЖ-НТ-ПА, ГСО 10861	кажущаяся вязкость, $\text{мПа}\cdot\text{с}$	3000 – 100000	от $(-20,00 \pm 0,2)^\circ\text{C}$ до $(-35,00 \pm 0,2)^\circ\text{C}$	$\pm 2,0$	моторное масло THK Revolux D2 SAE 10W-40	2 года
ООО «ИТЕРГСО»	СО ВК-М20	кинематическая вязкость, $\text{мм}^2/\text{с}$	1,5 – 8,0 вкл	$(-20,00 \pm 0,02)^\circ\text{C}$	$\pm (0,4 - 2,0)$	углеводородная фракция	5 лет

Таблица 3.2 – Метрологические характеристики СО зарубежного производства [91, 92]

Фирма-производитель	Аттестуемая характеристика	Интервал допускаемых аттестованных значений	Условия измерений	Относительная расширенная неопределённость при $k=2$, %	Материал СО	Срок годности
«Cannon Instrument Company»	кинематическая вязкость, $\text{мм}^2/\text{с}$	2,5 – 1700,0	$(\text{от } -40 \text{ до } -20)^\circ\text{C}$	от 0,21 до 0,47	Не содержащие механических примесей минеральные и синтетические масла	2 года
	динамическая вязкость, $\text{мПа}\cdot\text{с}$	2 – 150000	$(\text{от } -55 \text{ до } 0)^\circ\text{C}$	от 0,21 до 0,53		
«Paragon Scientific Ltd»	кинематическая вязкость, $\text{мм}^2/\text{с}$	3,5 – 203000,0	$(\text{от } -40 \text{ до } 0)^\circ\text{C}$		Не содержащие механических примесей минеральные и синтетические масла	2 года
	динамическая вязкость, $\text{мПа}\cdot\text{с}$	2,8 – 177000,0	$(\text{от } -40 \text{ до } 0)^\circ\text{C}$			

Таблица 3.3 – Метрологические характеристики СО зарубежного производства [91, 92]

Фирма-производитель	Аттестуемая характеристика	Интервал допустимых аттестованных значений	Условия измерений	Относительная расширенная неопределённость при $k=2$, %	Материал СО	Срок годности
«Cannon Instrument Company»	кинематическая вязкость, $\text{мм}^2/\text{с}$	22 – 26	135 °С	0,26	Не содержащие механических примесей минеральные и синтетические масла	2 года
	динамическая вязкость, $\text{мПа}\cdot\text{с}$	1,5 – 7,0	150 °С	0,21		
«Paragon Scientific Ltd»	кинематическая вязкость, $\text{мм}^2/\text{с}$	0,7 – 113,0	от 110 °С до 150 °С		Не содержащие механических примесей минеральные и синтетические масла	2 года
	динамическая вязкость, $\text{мПа}\cdot\text{с}$	0,5 – 94,0	от 110 °С до 150 °С			

Из приведенных выше данных о СО, аттестованных при температурах ниже 0 °С, следует, что в качестве материала образца ВЖ-НТ-ПА применяется моторное масло ТНК Revolux D2 SAE 10W-40 [9].

Однако, моторные масла [93] представляют собой смазочные материалы, состоящие из основы (базовых масел) и комплекса присадок, позволяющего улучшить эксплуатационные свойства конечного продукта.

Базовые масла [94] могут быть изготовлены различными способами, включая селективную очистку, депарафинизацию, гидроизомеризацию, гидрокрекинг, полимеризацию и др. [95].

В настоящее время, в соответствии со стандартом API 1509 [96], все виды базовых масел, производимых промышленностью, делят на четыре группы (рисунок 3.1) в зависимости от свойств и химического состава.



Рисунок 3.1 – Группы базовых масел

На рисунке 3.2 представлен общий вид базовых масел четырёх групп, расфасованных в прозрачные флаконы.



Рисунок 3.2 – Общий вид базовых масел четырёх групп, расфасованных в прозрачные флаконы. (Слева – направо I, II, III и IV группы)

По способу очистки базовые масла разделяют на четыре группы в соответствии с классификацией, приведённой на рисунке 3.3.



Рисунок 3.3 – Классификация базовых масел по способу очистки [95]

По вязкости, базовые масла классифицируют следующим образом [97]:

- маловязкие, интервал составляет от 3 до 4 мм²/с;
- средневязкие, интервал составляет от 4 до 6 мм²/с;

– вязкие, интервал составляет от 8 до 9 мм²/с.

Необходимые эксплуатационные свойства моторных масел обеспечиваются введением комплекса присадок, представляющих собой продукты синтеза.

Присадки также классифицируются по типам [98]:

- антикоррозионные (ингибиторы), снижающие интенсивность процесса разрушения (коррозии) металлических поверхностей двигателя;
- антиокислительные, снижающие интенсивность процесса окисления масла;
- антипенные, предупреждающие вспенивание;
- антифрикционные, снижающие коэффициент трения;
- депрессорные, позволяющие понизить температуру застывания;
- загущающие, повышающие вязкость;
- моюще-диспергирующие, предотвращающие отложения;
- противозадирные, защищающие металлические поверхности;
- противоизносные, предотвращающие повреждения.

Несмотря на основное назначение присадок – предотвращение изменения свойств масла и защиты поверхностей рабочей среды [99] – при длительном использовании свойства присадок все же претерпевают изменения, поэтому применение моторных масел в качестве материала СО является не самым удачным решением.

При отборе материалов для СО вязкости жидкости в 2015 – 2016 гг. было проведено исследование стабильности четырёх моторных масел с различной вязкостью, физико-химические характеристики которых приведены в таблице 3.4.

Таблица 3.4 – Физико-химические характеристики исследуемых моторных масел согласно паспорту производителя

Наименование	Плотность при $T=15\text{ }^{\circ}\text{C}$, г/см ³	Кинематическая вязкость при $T=40\text{ }^{\circ}\text{C}$, мм ² /с	Кинематическая вязкость при $T=100\text{ }^{\circ}\text{C}$, мм ² /с	Индекс вязкости	Температура вспышки, $^{\circ}\text{C}$	Температура потери текучести, $^{\circ}\text{C}$
Полусинтетическое моторное масло ZIC 5000 10W-40	0,86	98,3	14,9	158	236	-37,5
Синтетическое моторное масло Mobil 1 10W-60	0,86	152,7	22,7	178	234	-
Моторное масло MITSUBISHI GOLD PAO SN 0W-30 ILSAC GF-5 100 % Synthetic	0,84	57,22	10,56	177	219	-42
Синтетическое моторное масло Лукойл Genesis Armortech, 5W-40	0,85	-	13,4	172	237	-41

Исследования стабильности проб моторных масел проводились на вискозиметре

Штабингера SVM 3000 при различных температурах в течение одного календарного года с периодичностью один раз в квартал. Результаты измерений динамической вязкости четырёх типов моторных масел при исследовании стабильности вязкости во времени приведены в таблицах 3.5 и 3.6.

Таблица 3.5 – Результаты исследования стабильности при $T = (-5,00 \pm 0,05) \text{ } ^\circ\text{C}$

Моторное масло	Квартал	Среднее измеренное значение динамической вязкости, η , мПа·с	Повторяемость, %
ZIC 5000 10W-40	I	1451,3	-
	II	1458,7	+0,5
	III	1466,6	+1,0
	IV	1473,5	+1,5
Mobil 1 10W-60	I	2054,7	-
	II	2060,9	+0,3
	III	2069,1	+0,7
	IV	2079,4	+1,2

Таблица 3.6 – Результаты исследования стабильности при $T = (-30,00 \pm 0,05) \text{ } ^\circ\text{C}$

Моторное масло	Квартал	Среднее измеренное значение динамической вязкости, η , мПа·с	Повторяемость, %
MITASU 0W-30	I	8172,2	-
	II	8196,7	+0,3
	III	8221,2	+0,6
	IV	8253,9	+1,0
Лукойл 5W-40	I	7004,3	-
	II	7032,3	+0,4
	III	7053,3	+0,7
	IV	7081,3	+1,1

На рисунках 3.4 – 3.7 показано изменение значений вязкости образцов в течение года.

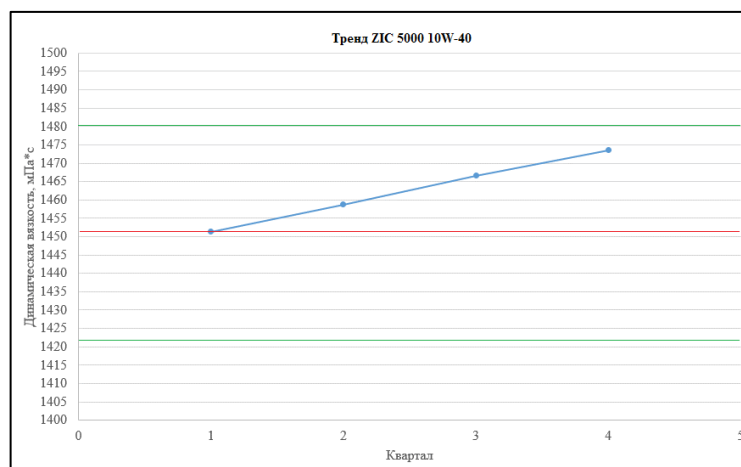


Рисунок 3.4 – Изменение динамической вязкости моторного масла ZIC 5000 10W-40

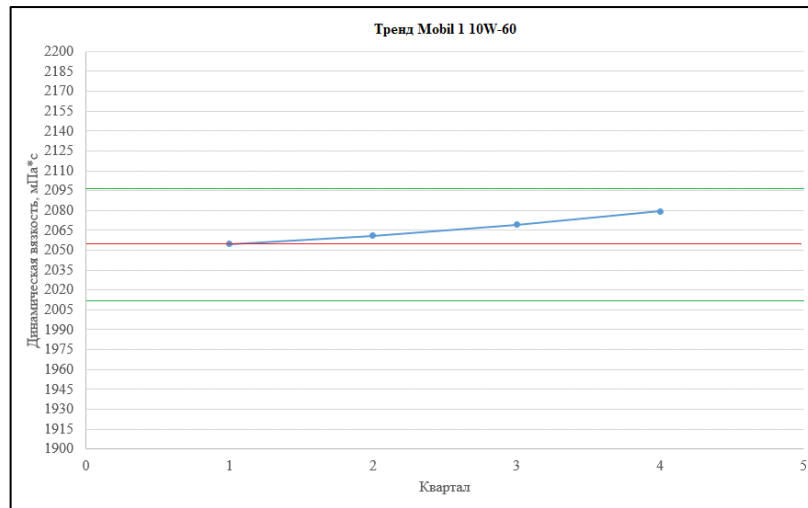


Рисунок 3.5 – Изменение динамической вязкости моторного масла Mobil 1 10W-60

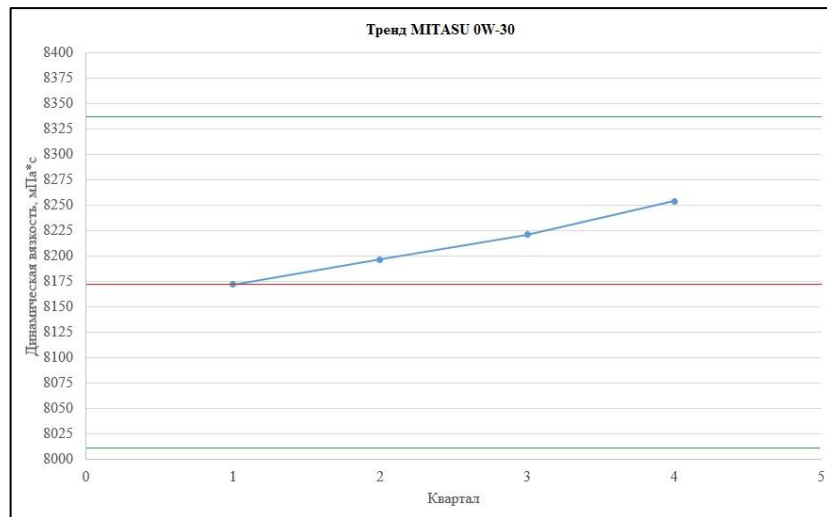


Рисунок 3.6 – Изменение динамической вязкости моторного масла MITSUBISHI 0W-30

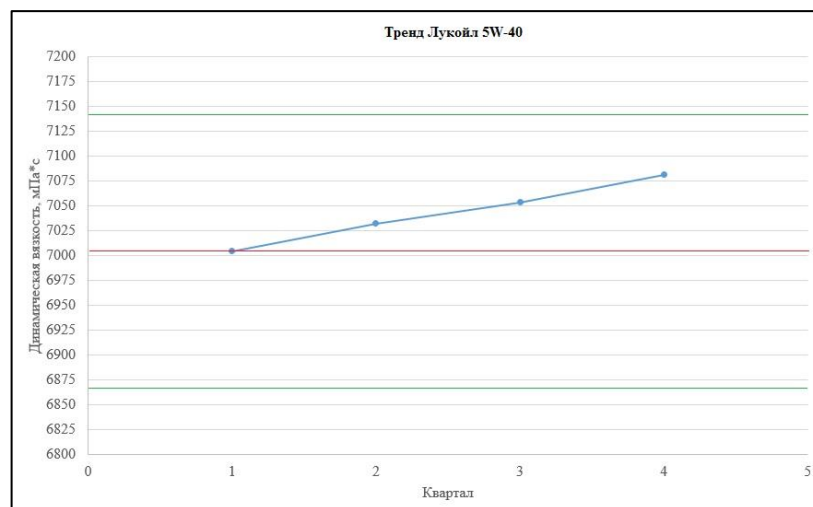


Рисунок 3.7 – Изменение динамической вязкости моторного масла Лукойл 5W-40

Анализ приведённых данных показывает, что вязкость моторных масел растёт с течением времени, что может быть связано с его окислением, а также с происходящими химическими реакциями и превращениями присутствующих в масле присадок, при этом вязкость полусинтетического моторного масла возрастает больше, чем синтетического, что говорит о большей стабильности последнего. Результаты подобных исследований, подтверждающие правильность проведённого анализа, встречаются в некоторых зарубежных научных статьях [100, 101].

При проведении исследований однородности материала образца моторного масла Mobil 1 10W-60 применялся усовершенствованный Государственный рабочий эталон единицы кинематической вязкости жидкости первого разряда. Представительная проба материала моторного масла отбиралась из $\frac{1}{2}$ верхней части флакона, а также из $\frac{1}{2}$ нижней части флакона, как показано на рисунке 3.8.



Рисунок 3.8 – Схема отбора представительной пробы

В таблице 3.7 приведены результаты измерений кинематической вязкости моторного масла Mobil 1 10W-60 при температуре минус 30 °С с применением капиллярного метода измерений.

Таблица 3.7 – Результаты измерений кинематической вязкости моторного масла Mobil 1 10W-60 при температуре $T = (-30,00 \pm 0,01)$ °С с применением капиллярного метода измерений

Параметры	Номер пробы	
	1	2
Среднее измеренное значение времени истечения, с	157,62	159,78
Относительное выборочное стандартное отклонение среднего арифметического, %	0,2	0,4
Кинематическая вязкость моторного масла при $T = -30$ °С	8262,8	8029,5
Сходимость, %	1,4	

Из таблицы 3.7 видно, что относительное выборочное стандартное отклонение среднего арифметического, полученного при проведении данного эксперимента, достигает 0,4 %, что является довольно большим значением, так как при проведении измерений вязкости однородных жидкостей на Государственных рабочих эталонах единицы кинематической вязкости жидкости, данный параметр обычно не превышает 0,1 % [8].

Сходимость полученных результатов кинематической вязкости моторного масла между пробой № 1 и № 2, отобранных из одного экземпляра, составила 1,4 %, что также свидетельствует о том, что данный материал удовлетворяет требованиям к качеству моторных масел данного класса, но и подтверждает то, что его нельзя применять в качестве материала СО, ввиду его существенной неоднородности [102].

О непригодности применения моторного масла в качестве материала стандартного образца свидетельствуют также и другие экспериментальные результаты.

При исследовании динамической вязкости образца, произведённого на основе моторного масла ТНК Revolutax D2 10W-40 ротационным методом при температуре $T = (-25,00 \pm 0,05) ^\circ\text{C}$ на реометре Physica MCR 301 [103 – 106], проведены эксперименты, направленные на установление повторяемости измеренных значений динамической вязкости моторного масла ТНК 10W-40 при скорости сдвига $38,6 \text{ c}^{-1}$ и пяти нагрузках материала образца (пять серий измерений с 15 наблюдениями) в измерительную систему одним оператором, на одном и том же средстве измерений. Результаты исследований представлены в таблице 3.8 и на рисунке 3.9.

Таблица 3.8 – Результаты измерений динамической вязкости образца на основе моторного масла ТНК 10W-40 при температуре $T = (-25,00 \pm 0,05) ^\circ\text{C}$

Номер серии измерений	Среднее измеренное значение динамической вязкости, мПа·с	Скорость вращения измерительного ротора, мин ⁻¹	Скорость сдвига, с ⁻¹	Относительная повторяемость средних измеренных значений динамической вязкости, %
1	11170	30,0	38,6	-
2	11240			+ 0,6
3	11370			+ 1,8
4	11350			+ 1,6
5	11300			+ 1,2

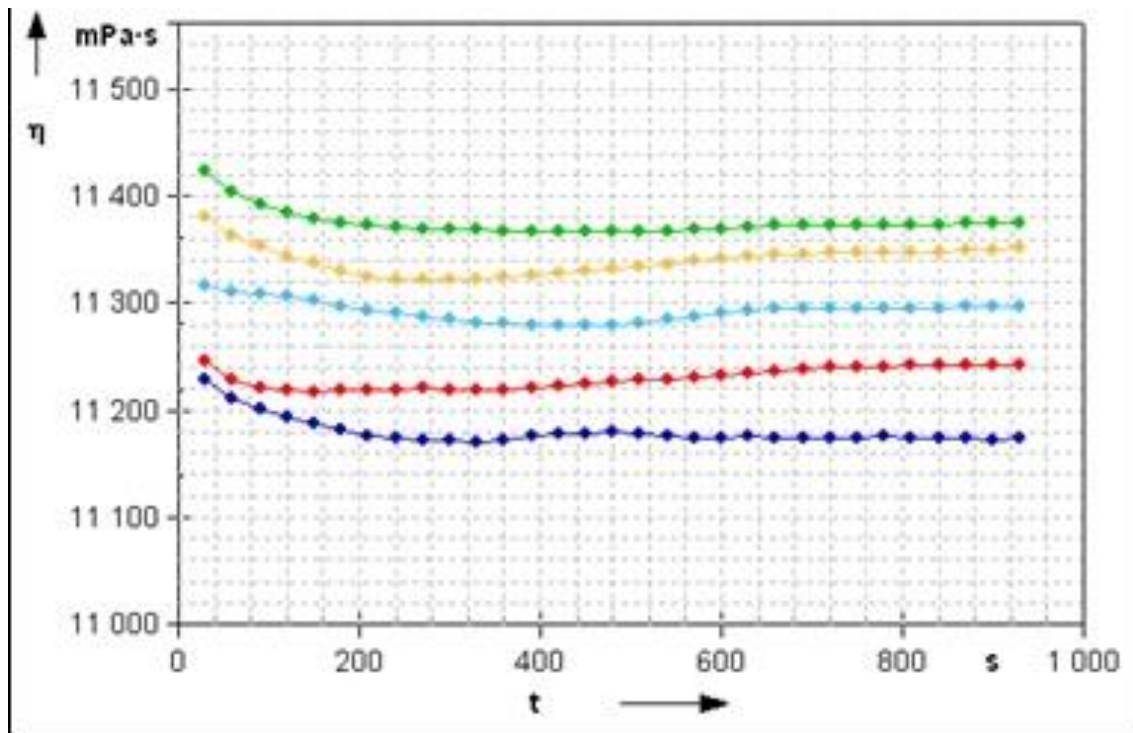


Рисунок 3.9 – Повторяемость измеренных значений динамической вязкости образца, произведённого на основе моторного масла ТНК при постоянной скорости сдвига

При проведении измерений использовалась измерительная ячейка типа коаксиальные цилиндры СС27, а для минимизации влияния окружающей среды (разница температур комната/измерительная ячейка составляла около 45 °С) было разработано специальный защитный кожух.

Общий вид защитного кожуха, предназначенного для снижения влияния внешних факторов при измерении динамической вязкости с применением ротационного метода и измерительной ячейки типа коаксиальные цилиндры (заявка на полезную модель № 2019124276 зарегистрирована 30.07.2019 г.), представлен на рисунках 3.10 – 3.11.

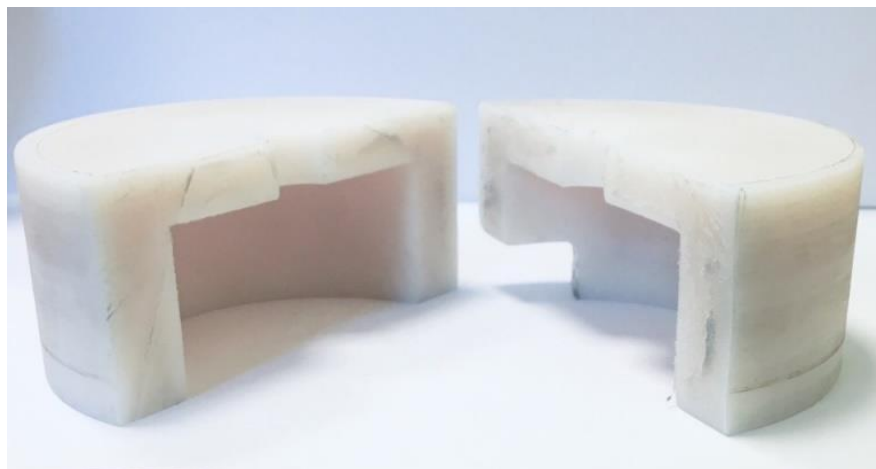


Рисунок 3.10 – Общий вид защитного кожуха



Рисунок 3.11 – Общий вид измерительной ячейки и защитного кожуха

В проведённых исследованиях также было установлено, что данное моторное масло, содержащее пакет присадок, является неньютоновской жидкостью [107], т.е. имеется зависимость динамической вязкости моторного масла ТНК 10W-40 от скорости сдвига.

На рисунке 3.12 приведена зависимость динамической вязкости ТНК 10W-40 от скорости сдвига (скорости вращения измерительного ротора в диапазоне от 0 до 60 мин^{-1}).

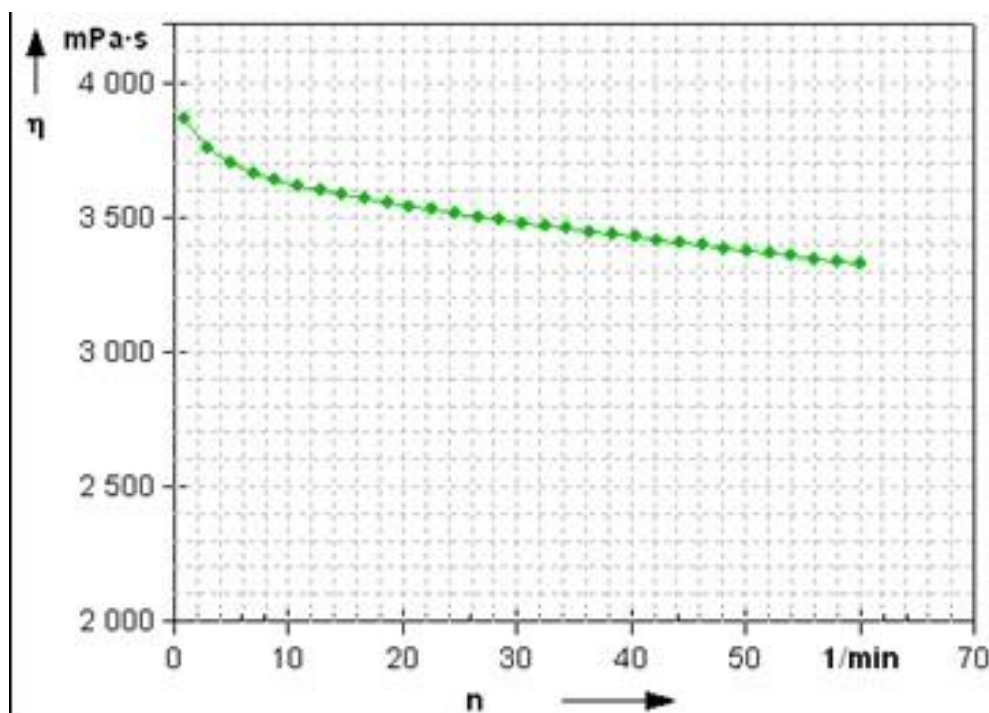


Рисунок 3.12 – Зависимость динамической вязкости образца на основе моторного масла ТНК 10W-40 от скорости сдвига (скорости вращения измерительного ротора)

Согласно паспортам качества готовые к применению моторные масла содержат механические примеси, массовая доля которых может достигать 0,015 %, что также может повлиять на качество стандартного образца вязкости, произведённого из такого материала.

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 влечёт за собой необходимость чёткой фиксации в эксперименте скорости сдвига.

С целью выявления наиболее стабильных и однородных материалов, пригодных для производства СО вязкости, был произведён анализ современных базовых масел, свободных от присадок, и механических примесей, а также не содержащих влаги.

Для проведения исследований были отобраны синтетические и минеральные моторные масла, а также смеси последних.

3.1.1 Материалы низкотемпературных стандартных образцов

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

Полиальфаолефины (поли- α -олефины, поли альфа-олефины, сокращенно – ПАО) – это гидрогенизированные синтетические углеводородные жидкости, применяемые в широком диапазоне температуры, получаемые путём полимеризации, альфа-олефина, представляющего собой алкен, имеющий двойную углерод-углеродную связь. При производстве базовых моторных масел чаще применяют алкен с брутто-формулой $C_{10}H_{20}$, представляющий собой децен (альфа-олефин C_{10} ; децилен; α -децен; 1-децен) с цепью из десяти атомов углерода с одной двойной связью; скелетная и структурная формулы, а также 3д модель, которого представлена на рисунке 3.13 [108].

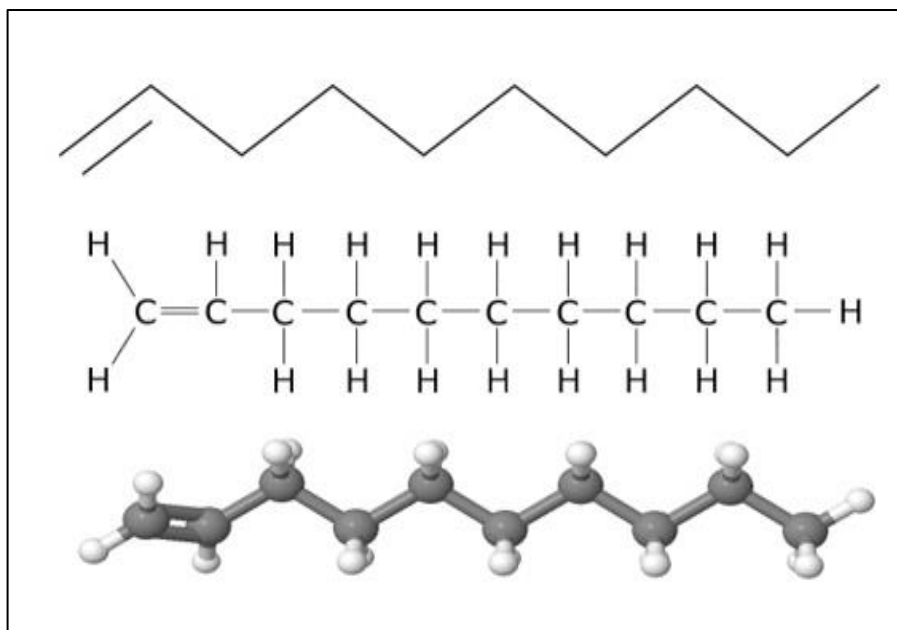


Рисунок 3.13 – Скелетная и структурная формула, 3д модель 1-децен

Ведущими производителями полиальфаолефинов в мире являются: Idemitsu Kosan Co. – Lenealene, Япония; Exxon Mobil – SpectraSyn, США и Франция; INEOS – Durasyn, США

и Бельгия; Chemtura – Synton, Канада; ChevronPhillips – SynFluid, США; Татнефть – Нижнекамскнефтехим, Россия.

Российский завод Нижнекамскнефтехим в настоящее время выпускает «узкую» линейку ПАО [109], данные базовые масла рассмотрены в качестве материалов низкотемпературных СО, но ввиду ограниченной номенклатуры масел отечественного производителя выбраны полиальфаолефины производства фирмы INEOS марки Durasyn [110]. Выбор продукции именно этого производителя обусловлен наличием торгового представителя в России и возможностью поставки ПАО в небольших объёмах.

Основные технические характеристики выбранных для проведения исследований и разработки СО вязкости жидкости ПАО Durasyn приведены в таблице 3.9.

Таблица 3.9 – Основные технические характеристики ПАО Durasyn

Характеристика	Метод	ПАО 166	ПАО 168	ПАО 170
Кинематическая вязкость, мм ² /с при T=100 °С, не менее	ASTM D 445	5,8	7,8	9,8
Кинематическая вязкость, мм ² /с при T=40 °С, не менее		30,7	46,4	65,1
Кинематическая вязкость, мм ² /с при T=-40 °С, не менее		7985	19352	35509
Температура потери текучести, °С, не выше	ASTM D 97	-63	-58	-51
Температура вспышки, °С, не ниже	ASTM D 92	245	262	277
Удельный вес, 15,6 °С, не более	ASTM D 4052	0,827	0,831	0,836
Содержание воды, ppm, не более	ASTM D 3401	11	10	11
Примеси	-	нет	нет	нет
Кинематическая вязкость, мм ² /с при T=125 °С, не менее	ASTM D 445	3,8	4,9	5,8
Кинематическая вязкость, мм ² /с при T=150 °С, не менее		2,7	3,3	3,9
Кинематическая вязкость, мм ² /с при T=200 °С, не менее		1,8	2,1	2,4
Кинематическая вязкость, мм ² /с при T=-18 °С, не менее		901	1605	2770
Индекс вязкости, не ниже	ASTM D 2270	135	136	133

Данные материалы были расфасованы в тёмные полимерные флаконы номинальной вместимостью 100, 250 и 500 см³.

Для подтверждения пригодности выбранных материалов в качестве образцов вязкости проведены эксперименты, направленные на установление повторяемости измеренных значений динамической вязкости с применением ротационного метода и реометра Physica

MCR 301, как и в экспериментах с моторным маслом. Скорость вращения измерительного ротора также составляла 30 мин^{-1} , количество загрузок материала ПАО 170 – пять.

Результаты измерений динамической вязкости образца на основе ПАО-170 при температуре $T = (-25,00 \pm 0,05) \text{ }^\circ\text{C}$ приведены в таблице 3.10 и на рисунке 3.14.

Таблица 3.10 – Результаты измерений динамической вязкости образца на основе ПАО 170 при температуре $T = (-25,00 \pm 0,05) \text{ }^\circ\text{C}$

Номер серии измерений	Среднее измеренное значение динамической вязкости, мПа·с	Скорость вращения измерительного ротора, мин ⁻¹	Скорость сдвига, с ⁻¹	Относительная повторяемость средних измеренных значений динамической вязкости, %
1	4254,0	30,0	38,6	-
2	4261,4			+ 0,2
3	4254,8			+ 0,02
4	4259,5			+ 0,1
5	4271,9			+0,4

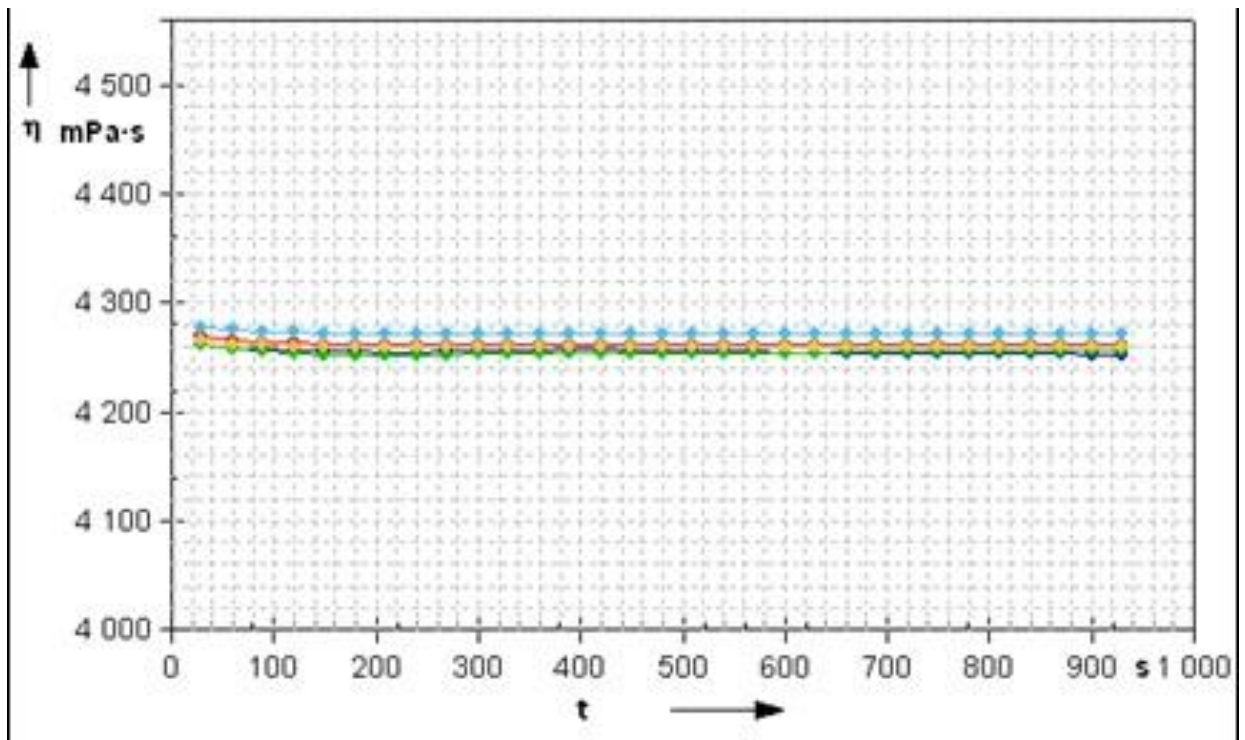


Рисунок 3.14 – Повторяемость измеренных значений динамической вязкости образца, произведённого на основе ПАО-170 при постоянной скорости сдвига

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}).

На рисунке 3.15 представлены зависимости динамической вязкости исследованных образцов на основе моторного масла и полиальфаолефина. Температуры, при которых проводились эксперименты, подбирались таким образом, чтобы номинальные значения динамической вязкости образцов находились в пределах от 3000 до 5000 мПа·с, т.е. были сопоставимы.

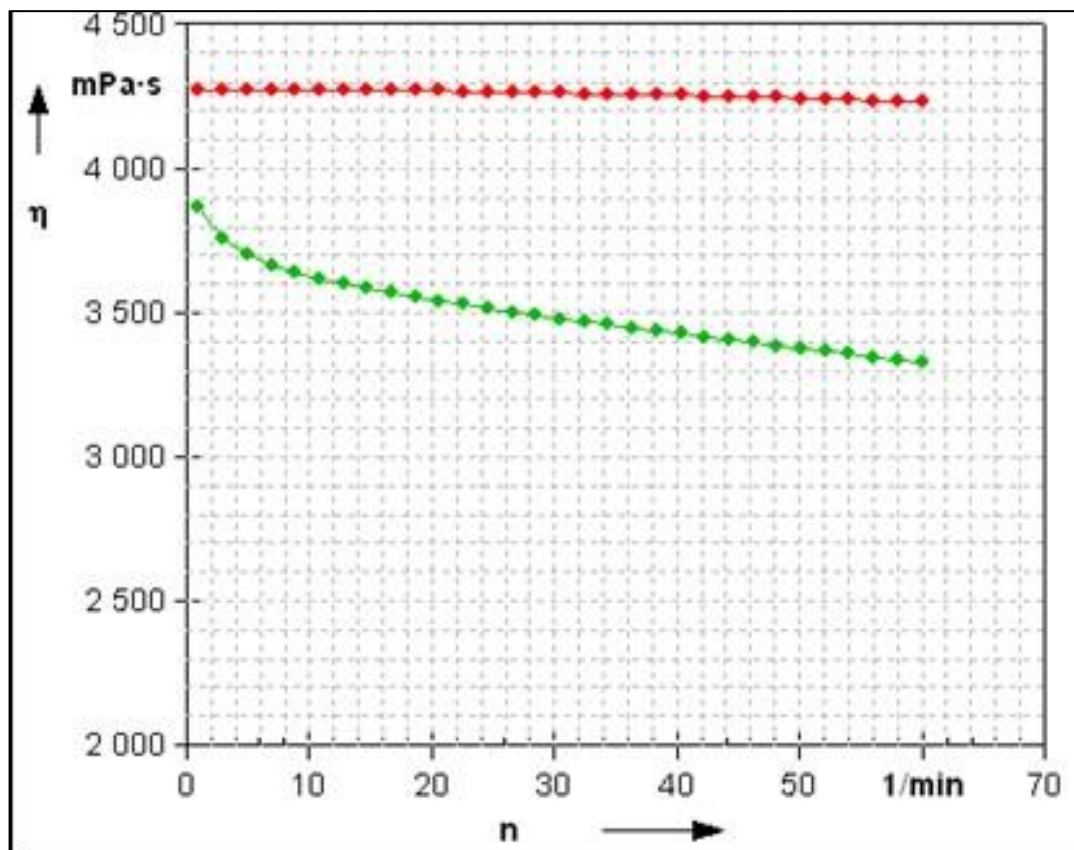


Рисунок 3.15 – Зависимость динамической вязкости образцов на основе моторного масла и полиальфаолефина от скорости сдвига (скорости вращения измерительного ротора)

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.

На рисунках 3.16 – 3.17 представлены фотографии моторных и полиальфаолефиновых масел, помещённых в капиллярном стеклянном вискозиметре в термостатическую ванну.



Рисунок 3.16 – Моторные масла, помещённые в капиллярном стеклянном вискозиметре в термостатическую ванну при температуре минус 30 °С



Рисунок 3.17 – Полиальфаолефиновое масло, помещённые в капиллярном стеклянном вискозиметре в термостатическую ванну при температуре минус 30 °С

Проанализировав полученные результаты исследований образцов на основе моторного масла и полиальфаолефинов, сделан следующий вывод: моторные масла, готовые к применению, т.е. содержащие комплекс присадок, удовлетворяют требованиям, предъявляемым к маслам, эксплуатируемым в двигателях внутреннего сгорания, но не

пригодны для применения в качестве материалов СО ввиду их высокой нестабильности и неоднородности, а базовые моторные масла IV группы – полиальфаолефины, не содержащие присадок и механических примесей, в чистом виде не пригодны для применения в двигателях, но демонстрируют высокую стабильность и однородность, и следовательно, пригодность для применения их в качестве материала СО вязкости жидкости.

3.1.2 Материалы высокотемпературных стандартных образцов

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» [111] уже более 10 лет выпускает стандартные образцы вязкости на основе смесей авиационного масла МС-20 и октола, такие, как РЭВ-2000 (ГСО 8600-2004), РЭВ-4000 (ГСО 8601-2004), РЭВ-6000 (ГСО 8602-2004), РЭВ-10000 (ГСО 8603-2004), РЭВ-30000 (ГСО 8604-2004), РЭВ-60000 (ГСО 8605-2004) [9], поскольку рекламаций от потребителей за весь предшествующий период выпуска СО не поступало, было принято решение провести исследование образцов РЭВ-10000, РЭВ-30000 и РЭВ-60000 в диапазоне значений температуры от 100 °С до 150 °С с целью обоснования их применимости в качестве СО, аттестуемых в диапазоне значений температуры от 20 °С до 150 °С.

- Для производства данных СО применялись смеси минеральных масел, таких, как
- октол по ТУ 38.001179-74 [82];
 - авиационное масло МС-20 по ГОСТ 21743-76 [83].

Основные технические характеристики октола по ТУ 38.001179-74 [82] и авиационного масла МС-20 по ГОСТ 21743-76 [83] представлены в таблице.

Таблица 3.11 – Основные технические характеристики МС-20 и октола

Характеристика	Метод	Авиационное масло МС-20 по ГОСТ 21743-76	Октол по ТУ 38.001179-74
Кинематическая вязкость при $T=100$ °С, мм ² /с, не менее	ГОСТ 33	20,5	600
Температура застывания, °С, не выше	ГОСТ 20287	-18	-
Температура вспышки, определяемая в открытом тигле, °С, не ниже	ГОСТ 4333	270	165
Плотность при 20 °С, г/см ³ , не более	ГОСТ 3900	0,897	0,880
Содержание воды	ГОСТ 2477	отсутствует	отсутствует
Содержание механических примесей	ГОСТ 6370	отсутствуют	отсутствуют
Индекс вязкости, не ниже	ГОСТ 25371	85	-

Октол – это смесь ненасыщенных углеводородов (полимеров изобутилена) и их изомеров [82].

Авиационное масло представляет собой минеральное масло селективной очистки без

присадок, вырабатываемых из сернистых парафиновых и беспарафиновых нефтей [83].

Ненасыщенные углеводороды, брутто-формула C_4H_8 , получение которых в промышленности проводится путём выделения бутан-бутеновой фракции при каталитическом или термическом крекинге, либо пиролизе жидких нефтепродуктов или нефтяных газов [112].

Структурная формула и 3д модель изобутилена представлена на рисунке 3.18.

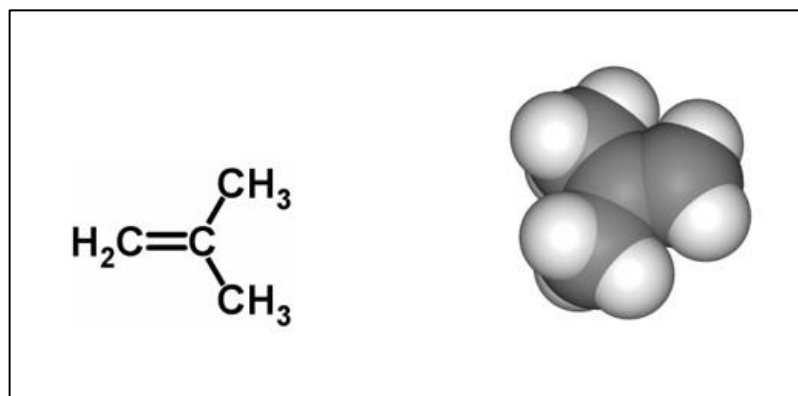


Рисунок 3.18 – Структурная формула и 3д модель изобутилена

3.2 Исследование характеристик образцов

3.2.1 Определение аттестованных значений динамической, кинематической вязкости и плотности образцов

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 от 20 °С до 150 °С на анализаторе плотности DMA 4200 M, а также методом аппроксимации измеренных значений.

Методика аттестации партий низкотемпературных и высокотемпературных СО вязкости жидкости подробно изложена в ТУ 4381-053-02566450-2019 [113].

Результаты аттестации опытных партий СО приведены в таблицах 3.12 – 3.17 [114 – 120].

В Приложении Е представлены результаты исследований зависимости динамической, кинематической вязкости и плотности от температуры СО РЭВ производства ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», а также определены их функции аппроксимации – математические модели.

Таблица 3.12 – Результаты аттестации опытной партии образцов РЭВ-50-ВНИИИМ

Наименование образца	Аттестуемая характеристика	Температура, °С / аттестованные значения							
		$\Delta T = \pm 0,02$				$\Delta T = \pm 0,01$			
		-40,00	-35,00	-30,00	-25,00	-20,00	-15,00	-10,00	-5,00
РЭВ-50-ВНИИИМ	Кинематическая вязкость, мм ² /с	8084	4374	2583	1159	1021	675,6	461,2	322,6
	Динамическая вязкость, мПа·с	6974	3759	2211	1359	867,1	571,7	388,7	270,8
	Плотность, г/см ³	0,8627	0,8594	0,8561	0,8528	0,8495	0,8462	0,8429	0,8396
Относительная расширенная неопределённость аттестованных значений динамической и кинематической вязкости (U_{Rv}), $k=2$, %		0,4				0,3			
Расширенная неопределённость аттестованного значения плотности (U_{ρ}), г/см ³		0,0005							

Таблица 3.13 – Результаты аттестации опытной партии образцов РЭВ-100-ВНИИИМ

Наименование образца	Аттестуемая характеристика	Температура, °С / аттестованные значения							
		$\Delta T = \pm 0,02$				$\Delta T = \pm 0,01$			
		-40,00	-35,00	-30,00	-25,00	-20,00	-15,00	-10,00	-5,00
РЭВ-100-ВНИИИМ	Кинематическая вязкость, мм ² /с	17570	8846	5028	3015	1875	875,7	805,5	553,5
	Динамическая вязкость, мПа·с	15220	7637	4324	2583	1601	1029	682,5	467,2
	Плотность, г/см ³	0,8665	0,8633	0,8601	0,8569	0,8537	0,8505	0,8473	0,8441
Относительная расширенная неопределённость аттестованных значений динамической и кинематической вязкости (U_{Rv}), $k=2$, %		0,4				0,3			
Расширенная неопределённость аттестованного значения плотности (U_{ρ}), г/см ³		0,0005							

Таблица 3.14 – Результаты аттестации опытной партии образцов РЭВ-200-ВНИИИМ

Наименование образца	Аттестуемая характеристика	Температура, °С / аттестованные значения							
		$\Delta T = \pm 0,02$				$\Delta T = \pm 0,01$			
		-40,00	-35,00	-30,00	-25,00	-20,00	-15,00	-10,00	-5,00
РЭВ-200-ВНИИИМ	Кинематическая вязкость, мм ² /с	34530	16920	9221	5308	3200	1459	1301	624,5
	Динамическая вязкость, мПа·с	30000	14640	7953	4562	2740	1710	1101	737,3
	Плотность, г/см ³	0,8687	0,8656	0,8625	0,8594	0,8563	0,8532	0,8501	0,8470
Относительная расширенная неопределённость аттестованных значений динамической и кинематической вязкости (U_{Rv}), $k=2$, %		0,4				0,3			
Расширенная неопределённость аттестованного значения плотности (U_{ρ}), г/см ³		0,0005							

Таблица 3.15 – Результаты аттестации опытных партий образцов РЭВ-10000-ВНИИМ

Наименование образца	Аттестуемая характеристика	Температура, °C / аттестованные значения					
		$\Delta T = \pm 0,01$				$\Delta T = \pm 0,05$	
		20,00	40,00	80,00	100,00	125,00	150,00
РЭВ-10000-ВНИИМ	Кинематическая вязкость, мм ² /с	10340	2063	203,8	90,73	40,89	22,07
	Динамическая вязкость, мПа·с	9243	1821	175,4	77,04	34,15	18,37
	Плотность, г/см ³	0,8939	0,8827	0,8603	0,8491	0,8351	0,8323
Относительная расширенная неопределённость аттестованных значений динамической и кинематической вязкости (U_{Rv}), $k=2$, %		0,2				0,3	
Расширенная неопределённость аттестованного значения плотности (U_{ρ}), г/см ³		0,0002					

Таблица 3.16 – Результаты аттестации опытных партий образцов РЭВ-30000-ВНИИМ

Наименование образца	Аттестуемая характеристика	Температура, °C / аттестованные значения					
		$\Delta T = \pm 0,01$				$\Delta T = \pm 0,05$	
		20,00	40,00	80,00	100,00	125,00	150,00
РЭВ-30000-ВНИИМ	Кинематическая вязкость, мм ² /с	31530	5874	570,7	206,3	89,04	42,57
	Динамическая вязкость, мПа·с	28280	5194	491,9	242,5	74,52	35,51
	Плотность, г/см ³	0,8952	0,8841	0,8619	0,8508	0,8369	0,8342
Относительная расширенная неопределённость аттестованных значений динамической и кинематической вязкости (U_{Rv}), $k=2$, %		0,2				0,3	
Расширенная неопределённость аттестованного значения плотности (U_{ρ}), г/см ³		0,0002					

Таблица 3.17 – Результаты аттестации опытных партий образцов РЭВ-60000-ВНИИМ

Наименование образца	Аттестуемая характеристика	Температура, °C / аттестованные значения					
		$\Delta T = \pm 0,01$				$\Delta T = \pm 0,05$	
		20,00	40,00	80,00	100,00	125,00	150,00
РЭВ-60000-ВНИИМ	Кинематическая вязкость, мм ² /с	56430	10320	1596	328,1	129,6	62,31
	Динамическая вязкость, мПа·с	50560	9133	1378	279,7	108,7	52,09
	Плотность, г/см ³	0,8959	0,8850	0,8632	0,8523	0,8387	0,8360
Относительная расширенная неопределённость аттестованных значений динамической и кинематической вязкости (U_{Rv}), $k=2$, %		0,2				0,3	
Расширенная неопределённость аттестованного значения плотности (U_{ρ}), г/см ³		0,0002					

3.2.2 Исследование внутриэкземплярной однородности материалов образцов

Исследование внутриэкземплярной однородности материалов образцов проводилось капиллярным методом при измерении кинематической вязкости и вибрационным методом при измерении плотности.

Из флакона с материалом образца отбирались случайным образом три пробы, таким образом, эксперимент состоял из трёх серий измерений с пятью наблюдениями каждая. Схема отбора проб представлена на рисунке 3.19.

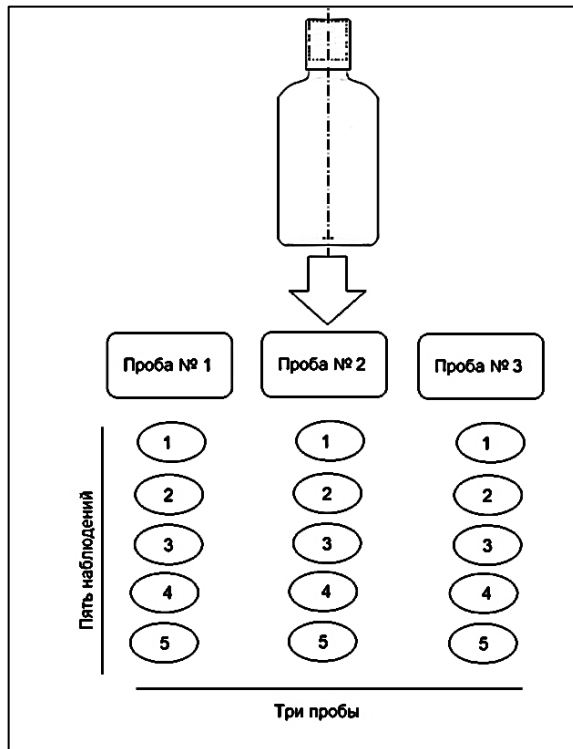


Рисунок 3.19 – Схема отбора проб для определения внутриэкземплярной однородности образцов

Относительная стандартная неопределённость вязкости от неоднородности материала образца рассчитана по формуле [121]:

$$u_{rb} = \frac{\sigma_h}{x}, \quad (3.1)$$

где σ_h – характеристика неоднородности кинематической вязкости или плотности образца, рассчитанная по формуле (3.2), мм²/с (г/см³); x – измеренное значение кинематической вязкости или плотности образца, мм²/с (г/см³).

$$\sigma_h = \sqrt{\overline{SS_h} - \frac{S_e^2}{J}}, \quad (3.2)$$

где $\overline{SS_h}$ – квадрат стандартных отклонений средних по пробам, $S_e = a(J)\bar{R}$ – стандартное

квадратическое отклонение результатов, $a(J)$ – табличный коэффициент, \bar{R} – средний размах.

Результаты измерений вязкости и плотности, полученные при исследовании однородности материалов образцов РЭВ-50-ВНИИМ, РЭВ-100-ВНИИМ, РЭВ-200-ВНИИМ, РЭВ-10000-ВНИИМ, РЭВ-30000-ВНИИМ, РЭВ-60000-ВНИИМ приведены в таблице 3.18.

Таблица 3.18 – Результаты измерений вязкости и плотности, полученные при исследовании однородности материалов образцов

Индекс СО	Параметр / значение			
	Кинематическая вязкости, ν , мм ² /с	Относительная неопределённость от неоднородности, u_{ibv}	Плотность, ρ , г/см ³	Относительная неопределённость от неоднородности, u_{ibp}
РЭВ-ВНИИМ-50 при T=(-20,00 ± 0,01) °С	1021	1,1·10 ⁻⁴	0,8487	9,6·10 ⁻⁶
РЭВ-ВНИИМ-100 при T=(-20,00 ± 0,01) °С	1874	1,1·10 ⁻⁴	0,8537	0
РЭВ-ВНИИМ-200 при T=(-20,00 ± 0,01) °С	3200	1,1·10 ⁻⁴	0,8563	4,8·10 ⁻⁶
РЭВ-ВНИИМ-10000 при T=(20,00 ± 0,01) °С	10340	2,4·10 ⁻⁴	0,8939	4,8·10 ⁻⁶
РЭВ-ВНИИМ-30000 при T=(20,00 ± 0,01) °С	31530	1,6·10 ⁻⁴	0,8952	4,8·10 ⁻⁶
РЭВ-ВНИИМ-60000 при T=(20,00 ± 0,01) °С	56430	1,1·10 ⁻⁴	0,8959	0

3.2.3 Исследование однородности между экземплярами в партии

Исследование однородности между экземплярами в партии проводилось капиллярным методом. При определении кинематической вязкости проводился случайный отбор пяти экземпляров образцов из партии.

Из флакона с материалом образца отбиралась случайным образом одна проба, таким образом эксперимент состоял из пяти серий измерений с пятью наблюдениями каждая. Схема отбора проб представлена на рисунке 3.20.

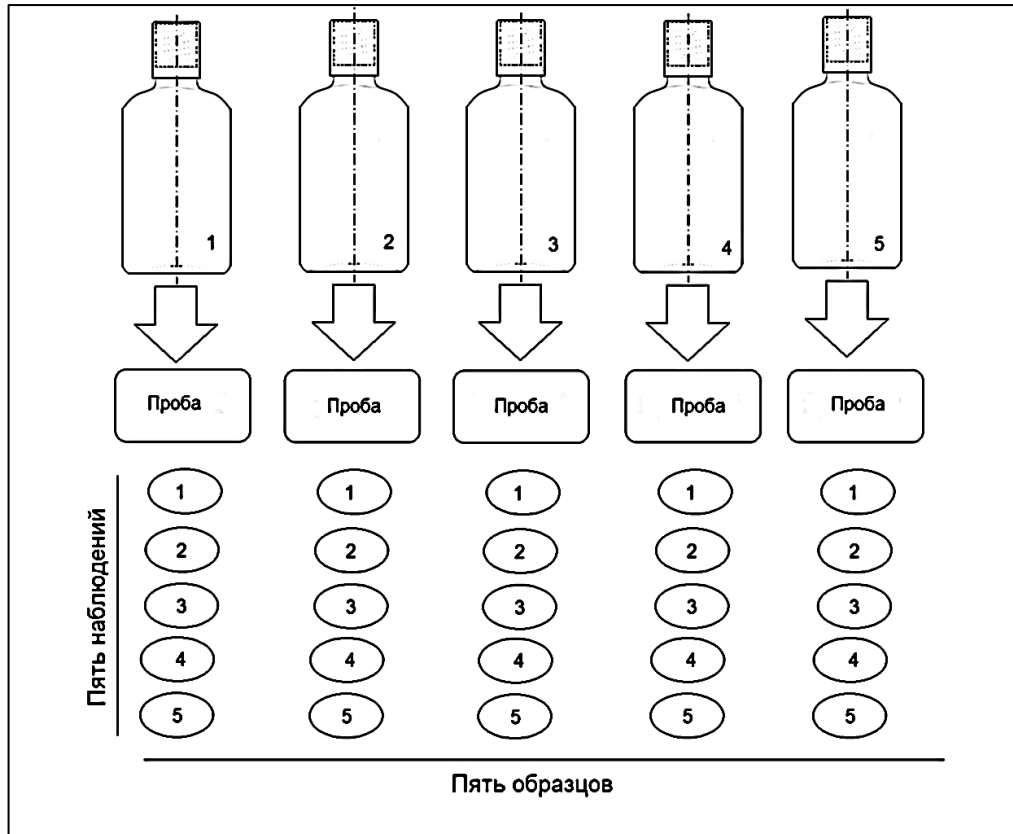


Рисунок 3.20 – Смеша отбора проб для определения межэкземплярной однородности образцов

Результаты измерений вязкости, полученные при исследовании межэкземплярной однородности материалов образцов РЭВ-50-ВНИИМ, РЭВ-100-ВНИИМ, РЭВ-200-ВНИИМ, РЭВ-10000-ВНИИМ, РЭВ-30000-ВНИИМ, РЭВ-60000-ВНИИМ, приведены в таблице 3.19.

Таблица 3.19 – Результаты измерений вязкости, полученные при исследовании межэкземплярной однородности материалов образцов

Индекс СО	Параметр / значение	
	Кинематическая вязкости, ν , мм ² /с	Относительная неопределённость от неоднородности, U_{bbv}
РЭВ-ВНИИМ-50 при $T=(-20,00 \pm 0,01) \text{ } ^\circ\text{C}$	1021	$4,5 \cdot 10^{-4}$
РЭВ-ВНИИМ-100 при $T=(-20,00 \pm 0,01) \text{ } ^\circ\text{C}$	1874	$4,4 \cdot 10^{-4}$
РЭВ-ВНИИМ-200 при $T=(-20,00 \pm 0,01) \text{ } ^\circ\text{C}$	3200	$4,0 \cdot 10^{-4}$
РЭВ-ВНИИМ-10000 при $T=(20,00 \pm 0,01) \text{ } ^\circ\text{C}$	10340	$3,9 \cdot 10^{-4}$
РЭВ-ВНИИМ-30000 при $T=(20,00 \pm 0,01) \text{ } ^\circ\text{C}$	31530	$3,5 \cdot 10^{-4}$
РЭВ-ВНИИМ-60000 при $T=(20,00 \pm 0,01) \text{ } ^\circ\text{C}$	56430	$3,7 \cdot 10^{-4}$

3.2.4 Исследование стабильности

Учитывая интервал температуры, в котором аттестованы образцы, а также требования к их фасовке, упаковке, перевозке и хранению, исследование кратковременной стабильности не проводилось.

Исследование долговременной стабильности вязкости разработанных стандартных образцов проводилось по классическому методу [122], т.е. в течение предполагаемого срока годности, который, в данном случае, равен одному году. Исследование стабильности материалов СО определено линейной аппроксимацией, т.е. проверкой наличия тренда.

Один раз в квартал из флакона с материалом стандартного образца случайным образом была отобрана проба и проведена серия измерений с десятью наблюдениями. Схема эксперимента представлена на рисунке 3.21.

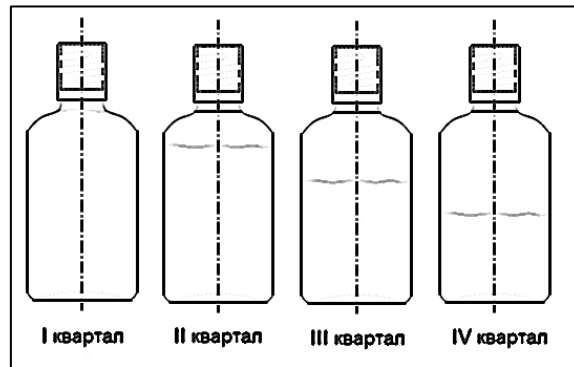


Рисунок 3.21 – Схема эксперимента по определению долговременной стабильности вязкости и плотности, разработанных образцов

Модель линейной регрессии имеет вид:

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X + \varepsilon, \quad (3.3)$$

где β_0 и β_1 – коэффициенты регрессии; ε – составляющая случайной погрешности; X – время исследования стабильности; Y – значение характеристики материала образца.

Оценка отрезка, отсекаемого на оси координат, рассчитана по формуле:

$$b_0 = \bar{Y} + b_1 \bar{X}. \quad (3.4)$$

Оценка наклона, определена по формуле:

$$b_1 = \frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})(Y_i - \bar{Y})}{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2} \quad (3.5)$$

Оценка относительного стандартного отклонения b_1 рассчитана по формуле:

$$s(b_1) = \frac{s}{\sqrt{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}} / \bar{Y}, \quad (3.6)$$

где

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (Y_i - b_0 - b_1 X_i)^2}{n-2}}. \quad (3.7)$$

Относительная стандартная неопределённость аттестованного значения вязкости СО от нестабильности материала определена по формуле:

$$u_{RItS} = s(b_1) \cdot X, \quad (3.8)$$

где X – продолжительность исследования материала или срок годности образца.

Результаты исследований долговременной стабильности материалов образцов приведены в таблице 3.20.

Данные по однородности и стабильности материалов СО представлены в Приложении Ж.

Таблица 3.20 – Результаты исследований долговременной стабильности материалов образцов

Индекс СО	Параметр / значение	
	Кинематическая вязкости, ν , мм ² /с	Относительная неопределённость от нестабильности, u_{rtsv}
РЭВ-ВНИИМ-50 при $T=(-20,00 \pm 0,01) \text{ } ^\circ\text{C}$	1020,7	$3,51 \cdot 10^{-4}$
РЭВ-ВНИИМ-100 при $T=(-20,00 \pm 0,01) \text{ } ^\circ\text{C}$	1874,1	$3,32 \cdot 10^{-4}$
РЭВ-ВНИИМ-200 при $T=(-20,00 \pm 0,01) \text{ } ^\circ\text{C}$	3200,1	$3,66 \cdot 10^{-4}$
РЭВ-ВНИИМ-10000 при $T=(20,00 \pm 0,01) \text{ } ^\circ\text{C}$	10340	$4,41 \cdot 10^{-4}$
РЭВ-ВНИИМ-30000 при $T=(20,00 \pm 0,01) \text{ } ^\circ\text{C}$	31530	$4,20 \cdot 10^{-4}$
РЭВ-ВНИИМ-60000 при $T=(20,00 \pm 0,01) \text{ } ^\circ\text{C}$	56430	$4,72 \cdot 10^{-4}$

3.2.5 Оценка метрологических характеристик разработанных образцов вязкости жидкости

Относительная расширенная неопределённость аттестованных значений кинематической вязкости разработанных стандартных образцов определена по уравнению [90]:

$$U_{Rv} = k \sqrt{u_{rchar}^2 + u_{rib}^2 + u_{rbb}^2 + u_{rts}^2}, \quad (3.9)$$

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 [123 - 125].

В таблице 3.21 и на рисунках 3.22 – 3.27 приведены вклады составляющих неопределённости аттестованных значений кинематической вязкости, разработанных стандартных образцов.

Таблица 3.21 – Вклады составляющих неопределённости

Индекс СО	Параметр / значение						
	Кинематическая вязкость, ν , мм ² /с	Относительная стандартная неопределённость измеренного значения кинематической вязкости СО, u_{rchar}	Относительная стандартная неопределённость, обусловленная внутриэкземплярной неоднородностью, u_{rib}	Относительная стандартная неопределённость, обусловленная межэкземплярной неоднородностью, u_{rbb}	Относительная стандартная неопределённость, обусловленная нестабильностью материала СО, u_{rts}	Относительная суммарная неопределённость, u_{rv}	Относительная расширенная неопределённость, $U_{Rv}, k=2, \%$
РЭВ-ВНИИМ-50 при $T=(-20,00 \pm 0,01) \text{ } ^\circ\text{C}$	1021	$1,50 \cdot 10^{-3}$	$1,12 \cdot 10^{-4}$	$4,54 \cdot 10^{-4}$	$3,51 \cdot 10^{-4}$	$1,6 \cdot 10^{-3}$	0,3
РЭВ-ВНИИМ-100 при $T=(-20,00 \pm 0,01) \text{ } ^\circ\text{C}$	1874	$1,50 \cdot 10^{-3}$	$1,12 \cdot 10^{-4}$	$4,38 \cdot 10^{-4}$	$3,32 \cdot 10^{-4}$	$1,6 \cdot 10^{-3}$	0,3
РЭВ-ВНИИМ-200 при $T=(-20,00 \pm 0,01) \text{ } ^\circ\text{C}$	3200	$1,50 \cdot 10^{-3}$	$1,06 \cdot 10^{-4}$	$4,01 \cdot 10^{-4}$	$3,66 \cdot 10^{-4}$	$1,6 \cdot 10^{-3}$	0,3
РЭВ-ВНИИМ-1000 при $T=(20,00 \pm 0,01) \text{ } ^\circ\text{C}$	10340	$1,00 \cdot 10^{-3}$	$2,37 \cdot 10^{-4}$	$3,87 \cdot 10^{-4}$	$4,41 \cdot 10^{-4}$	$1,2 \cdot 10^{-3}$	0,2
РЭВ-ВНИИМ-30000 при $T=(20,00 \pm 0,01) \text{ } ^\circ\text{C}$	31530	$1,00 \cdot 10^{-3}$	$1,59 \cdot 10^{-4}$	$3,51 \cdot 10^{-4}$	$4,20 \cdot 10^{-4}$	$1,2 \cdot 10^{-3}$	0,2
РЭВ-ВНИИМ-60000 при $T=(20,00 \pm 0,01) \text{ } ^\circ\text{C}$	56430	$1,00 \cdot 10^{-3}$	$1,13 \cdot 10^{-4}$	$3,72 \cdot 10^{-4}$	$4,72 \cdot 10^{-4}$	$1,2 \cdot 10^{-3}$	0,2

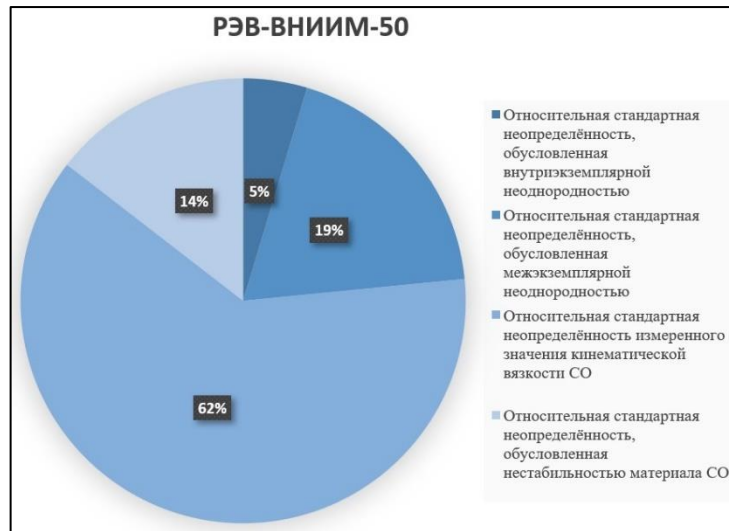


Рисунок 3.22 – Вклады составляющих неопределённости аттестованного значения кинематической вязкости образца РЭВ-ВНИИМ-50

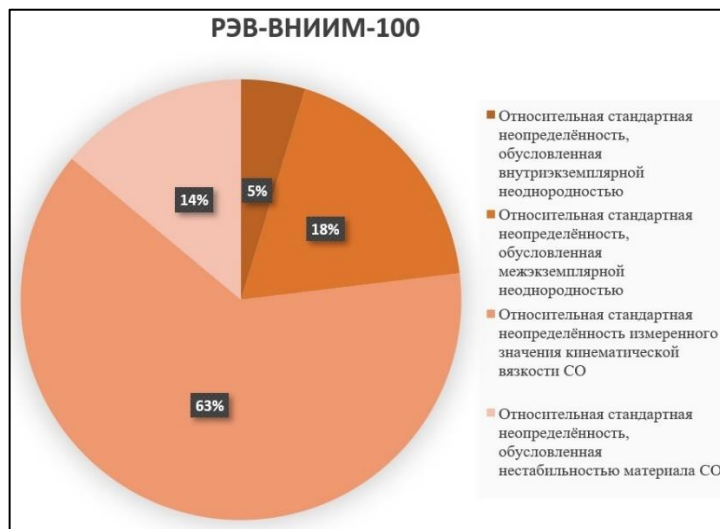


Рисунок 3.23 – Вклады составляющих неопределённости аттестованных значений кинематической вязкости образца РЭВ-ВНИИМ-100

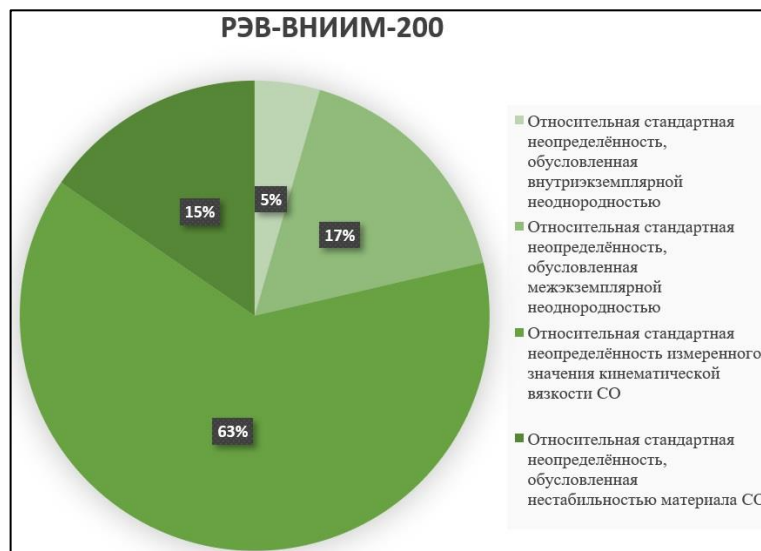


Рисунок 3.24 – Вклады составляющих неопределённости аттестованных значений кинематической вязкости образца РЭВ-ВНИИМ-200

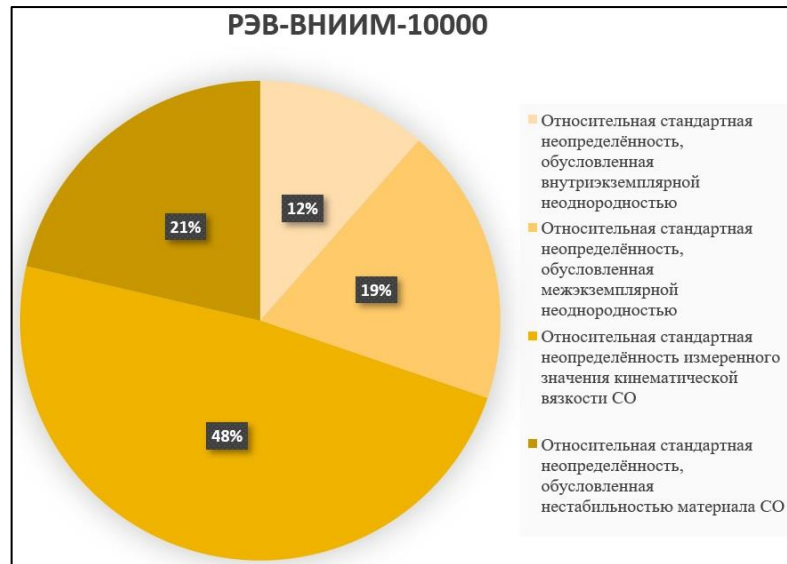


Рисунок 3.25 – Вклады составляющих неопределённости аттестованных значений кинематической вязкости образца РЭВ-ВНИИМ-10000

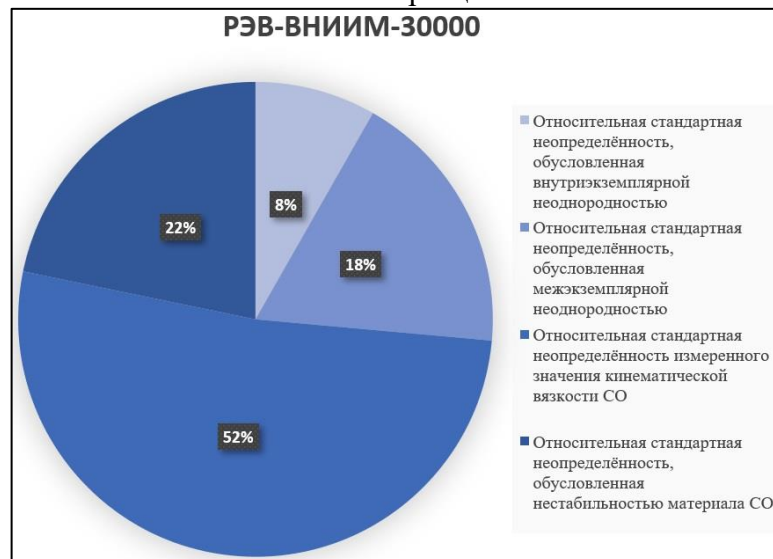


Рисунок 3.26 – Вклады составляющих неопределённости аттестованных значений кинематической вязкости образца РЭВ-ВНИИМ-30000



Рисунок 3.27 – Вклады составляющих неопределённости аттестованных значений кинематической вязкости образца РЭВ-ВНИИМ-60000

Проанализировав представленные на рисунках диаграммы, сделан вывод о том, что основной вклад в относительную расширенную неопределённость аттестованных значений кинематической вязкости разработанных образцов вносит относительная стандартная неопределённость измеренных значений кинематической вязкости – неопределённость от характеристики, вклад которой составляет от 48 % до 63 %.

Вклады относительных стандартных неопределённостей от внутриэкземплярной, межэкземплярной неоднородности и нестабильности материалов СО составляют от 5 % до 24 %.

Разработанные СО опробованы в качестве градуировочных жидкостей в более чем в десяти метрологических работах, таких, как поверка, калибровка, испытания в целях утверждения типа СИ, и подтвердили свою пригодность, что засвидетельствовано соответствующими актами о внедрении результатов диссертации, представленными в Приложении А.

Проекты описания типа СО, представленный на испытания в целях утверждения типа, приведены в Приложении И.

Выводы к разделу 3

С применением усовершенствованного Государственного рабочего эталона 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, а также 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 (мм²/с) разработаны шесть новых типов стандартных образцов вязкости жидкости: СО РЭВ-ВНИИМ-50, СО РЭВ-ВНИИМ-100, СО РЭВ-ВНИИМ-200, аттестованные в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до минус 5 °С и СО РЭВ-ВНИИМ-10000, РЭВ-ВНИИМ-30000, РЭВ-ВНИИМ-60000, аттестованные в диапазоне значений температуры от 20 °С до 150 °С.

При выборе материалов, на основе которых произведены СО, проведены исследования готовых моторных, базовых синтетических, а также смесей минеральных масел. Результаты проведённых исследований показали, что применение готовых моторных масел в качестве материалов СО не является приемлемым вариантом, так как такие масла содержат присадки, предназначенные для улучшения их свойств при работе в двигателях внутреннего сгорания, но при этом показывают высокую неоднородность и нестабильность.

Эксперимент, направленный на установление повторяемости измеренных значений динамической вязкости моторного и базового синтетического моторного масла, показал, что повторяемость измеренных значений моторного масла в три раза хуже повторяемости измеренных значений синтетического базового масла.

По результатам исследований установлено, что содержащее присадки моторное масло является неньютоновской жидкостью, т. е. динамическая вязкость изменяется при изменении скорости сдвига измерительного ротора, что также является нежелательным свойством для материала СО.

Таким образом, в качестве материалов, на основе которых произведены СО, отобраны базовые синтетические моторные масла – полиальфаолефиновые масла, а также смеси минеральных масел, обладающие ньютоновским режимом течения, не содержащие механических примесей и влаги.

Разработанные СО вязкости жидкости предназначены для передачи единиц динамической и кинематической вязкости жидкости от эталонов средствам измерений вязкости жидкостей (вискозиметрам, реометрам, измерителям вязкости и пр.), применяемым в таких отраслях промышленности, как нефтяная, химическая, машиностроительная, авиационная, топливная, медицинская и других.

Относительная расширенная неопределённость аттестованных значений СО РЭВ-ВНИИМ-50, СО РЭВ-ВНИИМ-100 и РЭВ-ВНИИМ-200 при коэффициенте охвата $k=2$ не превышает:

0,4 % в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до минус 20 °С;

0,3 % в диапазоне значений температуры от минус 20 °С до минус 5 °С.

Относительная расширенная неопределённость аттестованных значений СО РЭВ-ВНИИМ-10000, СО РЭВ-ВНИИМ-30000 и РЭВ-ВНИИМ-60000 при коэффициенте $k=2$ не превышает:

0,2 % в диапазоне значений температуры от 20 °С до 100 °С;

0,3 % в диапазоне значений температуры от 100 °С до 150 °С.

Результаты проведённых исследований позволили решить проблему отсутствия средств поверки и калибровки СИ в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С.

Разработанные и исследованные образцы могут быть применены при градуировке, калибровке и поверке вискозиметров, а также в сличениях национальных эталонов единицы кинематической вязкости жидкости в качестве жидкостей-компараторов.

Материалы раздела 3 опубликованы в работах [104 – 106, 114 – 120, 123 – 125].

4 АКТУАЛИЗАЦИЯ ГОСУДАРСТВЕННОЙ ПОВЕРОЧНОЙ СХЕМЫ ДЛЯ СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ ВЯЗКОСТИ ЖИДКОСТЕЙ В ИНТЕРВАЛЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ОТ МИНУС 40 °С ДО 150 °С

4.1 Государственный первичный эталон – эталонный комплекс, предназначенный для воспроизведения, хранения и передачи единицы кинематической вязкости жидкости в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 150 °С

В период с 2015 по 2018 гг. в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» проведены исследования, позволившие расширить функциональные возможности ГЭТ 17-96, в частности, разработан и исследован эталонный комплекс, предназначенный для воспроизведения, хранения и передачи единицы кинематической вязкости жидкости в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 150 °С (ЭК ГЭТ 17/2-КВН) [126]. Оборудование комплекса показано на рисунке 4.1.



Рисунок 4.1 – Оборудование ЭК ГЭТ 17/2-КВН

Основные метрологические характеристики эталонного комплекса представлены в таблице 4.1.

Таблица 4.1 – Основные метрологические характеристики ЭК ГЭТ 17/2-КВН

Параметр	Значение
Диапазон значений кинематической вязкости жидкости, в котором воспроизводится единица, мм ² /с	от $4,0 \cdot 10^{-1}$ до $1,0 \cdot 10^5$
Относительное среднее квадратическое отклонение результата измерений (S_r) при 10 независимых измерениях, не превышает	$1,5 \cdot 10^{-4}$
Неисключённая систематическая погрешность (Θ_r), не превышает	$2,2 \cdot 10^{-3}$
Относительная стандартная неопределённость, оценённая по типу А, u_{rAv} , не превышает	$1,5 \cdot 10^{-4}$
Относительная стандартная неопределённость, оценённая по типу В, u_{rBv} , не превышает	$9,7 \cdot 10^{-4}$
Относительная суммарная стандартная неопределённость, u_{rv} , не превышает	$9,8 \cdot 10^{-4}$
Относительная расширенная неопределённость при коэффициенте охвата, $k=2$ ($P=0,95$), U_{Rv} , не превышает	$2,0 \cdot 10^{-3}$

В состав ЭК ГЭТ 17/2-КВН, воспроизводящего единицу кинематической вязкости жидкости в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 150 °С, введены лучшие отечественные и зарубежные СИ вязкости.

Помимо капиллярного комплекса, в процессе совершенствования ГПЭ разработаны:

– ЭК ГЭТ 17/3-ДВП, предназначенный для воспроизведения, хранения и передачи единицы динамической вязкости жидкости в потоке в диапазоне значений температуры от 20 °С до 40 °С и диапазоне значений давления от 0,5 до 4,0 МПа;

– ЭК ГЭТ 17/4-ДВД, предназначенный для воспроизведения, хранения и передачи единицы динамической вязкости жидкости в диапазоне значений температуры от 20 °С до 40 °С и диапазоне значений давления от 0,1 до 4,0 МПа.

Усовершенствованный ГЭТ 17-2018 по техническим и метрологическим характеристикам отвечает современным требованиям к точности определения вязкости в научных исследованиях и промышленности, так как:

– расширены функциональные возможности эталона в область передачи единицы вязкости жидкости в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С, а также в область избыточных значений давления до 4 МПа;

– увеличено количество типов метрологически обеспечиваемых СИ;

– обеспечена прослеживаемость результатов измерений, полученных с применением эталонных вискозиметров, работающих в потоке жидкости, к ГПЭ единицы вязкости.

Усовершенствованный Государственный первичный эталон единиц динамической и кинематической вязкости жидкости (ГЭТ 17-2018) утверждён Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт) № 2843 от «29» декабря 2018 г. [37, 127].

4.2 Актуализация Государственной поверочной схемы для средств измерений вязкости жидкостей

Совершенствование ГЭТ 17-96, постоянное развитие науки и техники, внедрение новых технологий, появление более функциональных СИ вязкости – все это потребовало актуализации утверждённого в 1996 году документа ГОСТ 8.025-96 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений вязкости жидкостей» [8].

С этой целью проведён анализ, направленный на выявление иерархических связей эталонов, применяемых при передаче единиц динамической и кинематической вязкости от ГЭТ 17-2018 средствам измерений, а также выполнены исследования, 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 сформированы на основе данных Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений (ФГИС «АРШИН», раздел СИ утверждённых типов) [26] с учётом современных, поставляемых на мировой рынок СИ вязкости и тенденций развития измерительной техники в данной области измерений.

В таблице 4.2 представлена информация о распределении количества типов СИ вязкости жидкости в зависимости от пределов допускаемой относительной погрешности средств измерений, установленных производителями.

Таблица 4.2 – Распределение количества типов СИ вязкости жидкости в зависимости от пределов допускаемой погрешности

Пределы допускаемой относительной погрешности средств измерений вязкости	Количество типов
от 0,3 % до 0,7 %	55
от 1 % до 10 %	146

В таблице 4.3 представлена информация о распределении количества типов стандартных образцов вязкости жидкости в зависимости от границ доверительной относительной погрешности аттестованных значений СО ($P=0,95$), установленных производителями.

Таблица 4.3 – Распределение количества типов СО вязкости жидкости в зависимости от границ доверительных относительных погрешностей ($P=0,95$)

Границы доверительной относительной погрешности аттестованных значений	Количество типов
0,2 %	18
0,3 %	4
свыше 0,3 %	51

На рисунках 4.2 и 4.3 представлены диаграммы распределения количества типов СИ и СО в зависимости от относительной погрешности.

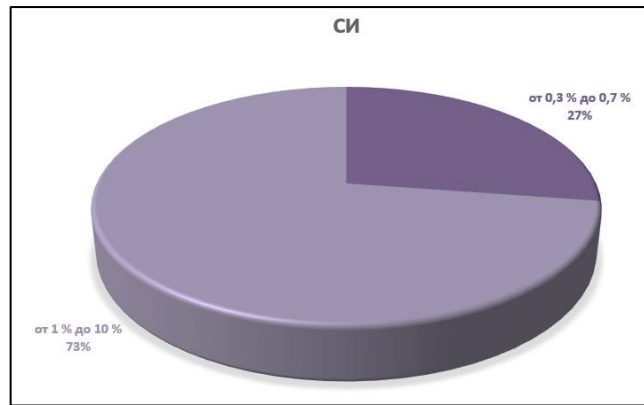


Рисунок 4.2 – Диаграмма распределения количества типов СИ в зависимости от пределов допускаемой относительной погрешности СИ

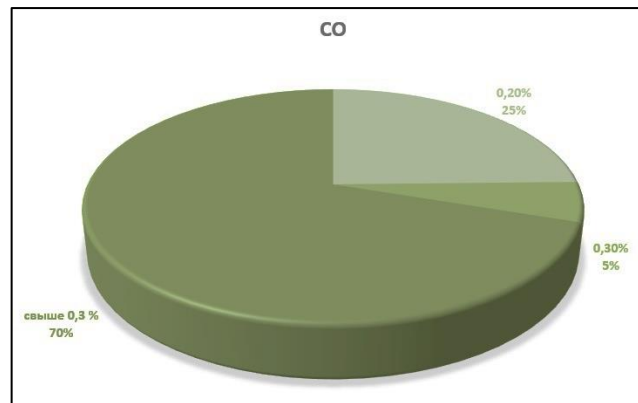


Рисунок 4.3 – Диаграмма распределения количества типов СО в зависимости от границ доверительной относительной погрешности аттестованных значений СО

Из приведённых диаграмм следует, что наибольший вклад, свыше 70 %, в общее количество существующих СИ и СО вносят типы, обладающие пределами допускаемой относительной погрешности средств измерений или границами доверительной относительной погрешности аттестованных значений ($P=0,95$) ≥ 1 % и примерно 30 % СИ и СО, обладающих меньшей погрешностью. Таким образом, соотношение количества типов СИ и СО по отношению к эталонным СИ и СО составляет 2,3.

На первой ступени передачи единицы от Государственного первичного эталона единиц динамической и кинематической вязкости жидкости (ГЭТ 17-2018), а именно, от эталонных комплексов ЭК ГЭТ 17/1-КВИ и ЭК ГЭТ 17/2-КВН размер единицы кинематической вязкости передается эталонам первого разряда, представляющим собой эталонные комплексы, в состав которых входят наборы образцовых стеклянных капиллярных вискозиметров с номинальной длиной капилляра 300 мм, термостатические ванны, СИ температуры и времени и прочее вспомогательное оборудование.

Единица кинематической вязкости жидкости эталонам первого разряда (эталонным

комплексам) передается методом сличения при помощи компаратора, в качестве которого применяются градуировочные жидкости с известными номинальными значениями вязкости при различных температурах.

Диапазон измерений кинематической вязкости жидкости с применением Государственных рабочих эталонов первого разряда (эталонных комплексов) составляет от $4,0 \cdot 10^{-7}$ до $1,0 \cdot 10^{-1}$ м²/с. Границы доверительной относительной погрешности (δ) составляют от $4,0 \cdot 10^{-4}$ до $3,3 \cdot 10^{-3}$ при доверительной вероятности $P=0,95$ в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 150 °С.

Государственные рабочие эталоны первого разряда предназначены для передачи единиц динамической и кинематической вязкости жидкости рабочим эталонам второго разряда методом прямых измерений и высокоточным СИ методом сличения при помощи компаратора.

От Государственного первичного эталона единиц динамической и кинематической вязкости жидкости (ГЭТ 17-2018), а именно, от эталонных комплексов ЭК ГЭТ 17/1-КВИ и ЭК ГЭТ 17/2-КВН размер единицы кинематической вязкости также передается рабочим эталонам второго разряда (стандартным образцам вязкости жидкости (градуировочным жидкостям), аттестованным в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 150 °С) методом прямых измерений.

В качестве заимствованных рабочих эталонов применяют установки гидростатического взвешивания, пикнометры [41], ареометры [42], плотномеры автоматические лабораторные, анализаторы плотности жидкостей в диапазоне значений плотности от $6,5 \cdot 10^2$ до $2,0 \cdot 10^3$ кг/м³ и в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 150 °С. Границы доверительной абсолютной погрешности (Δ) заимствованных рабочих эталонов при доверительной вероятности $P=0,95$ составляют от $9 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-1}$ кг/м³.

Заимствованные рабочие эталоны предназначены для передачи размера единицы плотности средствам измерений плотности, применяемым для аттестации стандартных образцов вязкости жидкости (градуировочным жидкостям) в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 150 °С и рабочим эталонам второго разряда (вискозиметрам Штабингера в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 100 °С) методом косвенных измерений.

В качестве рабочих эталонов второго разряда применяют стандартные образцы вязкости жидкости (градуировочные жидкости) в интервале допускаемых аттестованных значений от $4,0 \cdot 10^{-7}$ до $1,0 \cdot 10^{-1}$ м²/с для кинематической вязкости и от $4,0 \cdot 10^{-4}$ до $1,0 \cdot 10^2$ Па·с для динамической вязкости в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С и вискозиметры Штабингера в диапазоне значений

от $2,0 \cdot 10^{-7}$ до $4,0 \cdot 10^{-2}$ м²/с для кинематической вязкости и от $2,0 \cdot 10^{-4}$ до $4,0 \cdot 10^1$ Па·с для динамической вязкости в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 100 °С.

Границы доверительной относительной погрешности (δ_o) рабочих эталонов второго разряда при доверительной вероятности $P=0,95$ составляют:

от $2,0 \cdot 10^{-3}$ до $4,0 \cdot 10^{-3}$ для стандартных образцов вязкости жидкости (градуировочных жидкостей) в интервале допускаемых аттестованных значений от $4,0 \cdot 10^{-7}$ до $6,0 \cdot 10^{-2}$ м²/с для кинематической вязкости и от $4,0 \cdot 10^{-4}$ до $6,0 \cdot 10^1$ Па·с для динамической вязкости в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 0 °С;

от $2,0 \cdot 10^{-3}$ до $3,5 \cdot 10^{-3}$ для стандартных образцов вязкости жидкости (градуировочных жидкостей) в диапазоне допускаемых аттестованных значений от $4,0 \cdot 10^{-7}$ до $1,0 \cdot 10^{-1}$ м²/с для кинематической вязкости и от $4,0 \cdot 10^{-4}$ до $1,0 \cdot 10^2$ Па·с для динамической вязкости в диапазоне значений температуры от 0 °С до 150 °С;

от $3,5 \cdot 10^{-3}$ до $2,0 \cdot 10^{-2}$ для вискозиметров Штабингера в диапазоне значений от $2,0 \cdot 10^{-7}$ до $0,4 \cdot 10^{-1}$ м²/с для кинематической вязкости и от $2,0 \cdot 10^{-4}$ до $4,0 \cdot 10^1$ Па·с для динамической вязкости в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 100 °С.

Рабочие эталоны второго разряда предназначены для поверки и калибровки СИ вязкости жидкости методом прямых измерений и методом сличения при помощи компаратора.

В качестве СИ применяют капиллярные, ротационные, колебательные, вибрационные, вискозиметры условной вязкости, вискозиметры с падающим шаром, вискозиметры Гепплера, вискозиметры Штабингера, реометры, имитаторы холодной прокрутки двигателя, минироторные вискозиметры, анализаторы вязкости, установки для измерения вязкости, системы измерения вязкости.

Пределы допускаемой относительной погрешности (δ_o) средств измерений вязкости составляют от $2,0 \cdot 10^{-3}$ до $1,0 \cdot 10^{-1}$.

Отношение границ доверительной относительной погрешности (δ_o) рабочих эталонов при доверительной вероятности $P=0,95$ и пределов допускаемой относительной погрешности (δ_o) средств измерений вязкости должно составлять не более 0,8 (1:1,25).

Предлагаемый проект актуализированной Государственной поверочной схемы для средств измерений вязкости жидкостей представлен на рисунке 4.4.

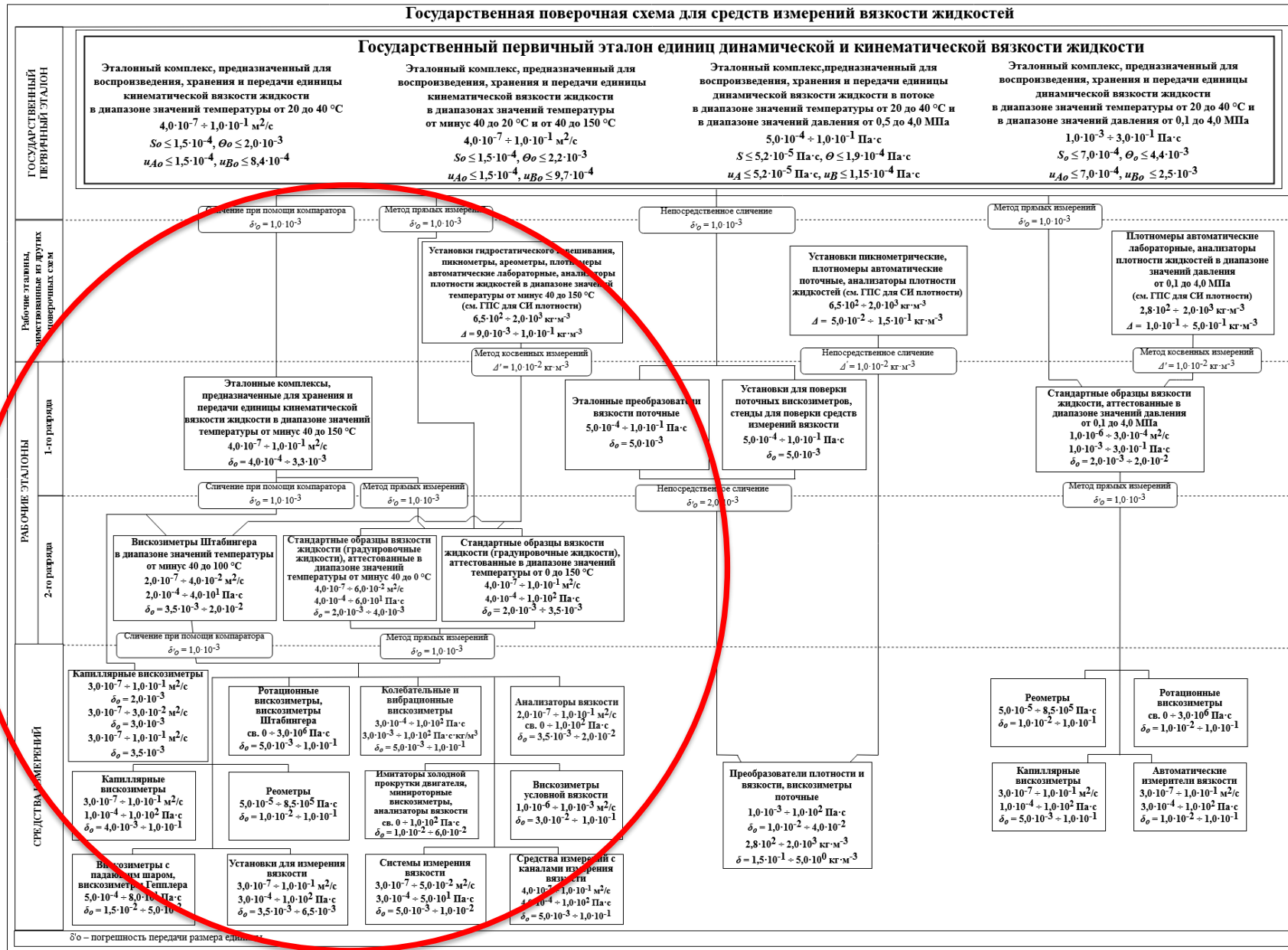


Рисунок 4.4 – Проект актуализированной ГПС для средств измерений вязкости жидкости

Выводы к разделу 4

По результатам проведённых исследований и работ, направленных на совершенствование Государственного рабочего эталона единицы кинематической вязкости жидкости первого разряда, разработки и исследования Государственного рабочего эталона единиц динамической и кинематической вязкости жидкости второго разряда, а также разработки и исследования СО вязкости жидкости, аттестованных в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С, проведена актуализация Государственной поверочной схемы для средств измерений вязкости жидкости в части передачи размера единиц динамической и кинематической вязкости в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С.

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

В проект внесены данные о том, что в качестве рабочих эталонов второго разряда теперь 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 раздела 4 опубликованы в работе [126].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В рамках выполненной диссертационной работы проведён 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, 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;

- 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 20 °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.

Разработанные и внедрённые государственные рабочие 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 CCM.WGDV.

СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ

ГЖ – градуировочная жидкость;

ГПС – Государственная поверочная схема;

ГПЭ – Государственный первичный эталон;

ГЭТ 17-96 – Государственный первичный эталон единицы кинематической вязкости жидкости;

ГЭТ 17-2018 – Государственный первичный эталон единиц динамической и кинематической вязкости жидкости;

МИ – методика измерений;

НПЗ – нефтеперерабатывающий завод;

РФ – Российская Федерация;

СИ – средство измерений;

СО – стандартный образец.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Информация о социально-экономическом положении России – 2018 [Электронный ресурс]: добыча полезных ископаемых // Федеральная служба государственной статистики, 2018. URL: http://www.gks.ru/bgd/free/B18_00/IssWWW.exe/Stg/dk12/2-2-1.doc (дата обращения: 03.06.2019).
2. Рябов, В. А. О кризисных проблемах в нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности // sib-ngs.ru: электрон. журн., 2019 N 1 (34). URL: <http://sib-ngs.ru/journals/article/978> (дата обращения: 03.06.2019).
3. Переработка нефти и газового конденсата [Электронный ресурс]: основные показатели // Министерство энергетики Российской Федерации, 2018. URL: <https://minenergo.gov.ru/node/1209> (дата обращения: 03.06.2019).
4. Крупнейшие нефтеперерабатывающие заводы России // Pronedra.ru: ежедн. Интернет-изд., 2017. 25 апр. URL: <https://pronedra.ru/oil/2017/04/25/krupneyshie-npz-rossii/> (дата обращения: 03.06.2019).
5. Экспорт России топливно-энергетических товаров [Электронный ресурс]: таможенная статистика Российской Федерации // Федеральная таможенная служба, 2019. URL: www.customs.ru/index.php?option=com_content&view=article&id=13858&Itemid=2095 (дата обращения: 03.06.2019).
6. Государственная программа «Развитие энергетики» [Электронный ресурс]: открытое министерство // Министерство энергетики Российской Федерации, 2019. URL: <https://minenergo.gov.ru/node/323> (дата обращения: 03.06.2019).
7. Федеральный закон от 26.06.2008 года N 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» (с изменениями и дополнениями), 2019. – 18 с.
8. ГОСТ 8.025-96 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений вязкости жидкостей. – Введ. 1998.01.01. – Минск: Межгос. совет по стандартизации, метрологии и сертификации; М.: Изд-во стандартов, 1997. – 8 с.
9. Утвержденные типы стандартных образцов [Электронный ресурс]: Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений // Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт), 2019. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19> (дата обращения: 03.06.2019).
10. Распоряжение Правительства Российской Федерации от 19.04.2017 года N 737-р «Об утверждении Стратегии обеспечения единства измерений в Российской Федерации до 2025 года», 2017. – 110 с.

11. Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 5 июля 2011 г. № 3206 «Об утверждении Правил предоставления из федерального бюджета субсидий организациям на создание и ведение Федерального информационного фонда технических регламентов и стандартов и на осуществление мероприятий в области обеспечения единства измерений», 2011. – 5 с.
12. Приказ Федерального агентства по управлению государственным имуществом от 13.02.2015 года N 193 «О предоставлении в 2015 году из федерального бюджета субсидий организациям, находящимся в ведении Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии, на возмещение затрат, связанных с осуществлением мероприятий в области обеспечения единства измерений (с изменениями на 18 августа 2015 года)», 2015. – 5 с.
13. Устав ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» [Электронный ресурс]: уставные документы // Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева». 2011. URL: <http://vniim.ru/files/ustav-2011.pdf> (дата обращения: 03.06.2019).
14. Скворцов, Л. С. Компрессорные и насосные установки / Л. С. Скворцов, В. А. Рачицкий, В. Б. Ровенский – М.: Машиностроение, 1988. – 261 с.
15. Ландау, Л. Д. Курс общей физики. Механика и молекулярная физика / Л. Д. Ландау, А. И. Ахиезер, Е. М. Лифшиц – 2-е изд., испр., – М.: Наука, 1969. – 400 с.
16. Филиппова, О. Е. Вязкость разбавленных полимеров / О. Е. Филиппова, А. Р. Хохлов – М.: Наука, 2002. – 56 с.
17. Шрамм, Г. Основы практической реологии и реометрии / Г. Шрамм – М.: КолосС, 2003. – 312 с.
18. Мордасов, М. М. Пневматический контроль вязкости жидких веществ. Ч.1: Капиллярные методы измерений и устройства их реализации: учебное пособие / М. М. Мордасов; под ред. М. М. Мордасова. Тамбов: Изд-во тамб. гос. техн. ун-та, 2007. – 120 с.
19. Катюхин, В. Е. Определение вязкости жидкостей / В. Е. Катюхин, С. Н. Карбаинова – Томск: Изд-во ТПУ, 2007. – 24 с.
20. Воюцкий, С. С. Курс коллоидной химии / С. С. Воюцкий – 2-е изд. – М.: Химия, 1976. – 512 с.
21. Mezger, T. G. The Rheology Handbook For User of Rotational and Oscillatory Rheometers / T. G. Mezger – Hannover: Vincentz Network, 2nh edition, 2006 – 298 p.
22. ГОСТ 6258-85 Нефтепродукты. Методы определения условной вязкости (с изменением N 1. – Введ. 1986.01.01. – Минск: Межгос. совет по стандартизации, метрологии и сертификации; М.: Изд-во стандартов, 1985. – 7 с.

23. Глинка, Н. Л. Общая химия: учебное пособие для вузов / Под ред. А. И. Ермакова – изд. 28-е, переработанное и дополненное – М.: Интеграл-Пресс, 2000 – 728 с.
24. Годовская, К. И. Технический анализ: учебное пособие для техникумов / К. И. Годовская, Л. В. Рябина, Г. Ю. Новик, М. М. Гернер – изд. 2-е, исправленное и дополненное, М.: Высшая школа, 1972 – 48 с.
25. Рафалович, И. М. Теплопередача в расплавах, растворах и футеровке печей и аппаратов / И. М. Рафалович – М.: Энергия, 1977 – 304 с.
26. Утверждённые типы средств измерений [Электронный ресурс]: Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений // Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт). 2019. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4> (дата обращения: 03.06.2019).
27. OIML D 17 Hierarchy scheme for instruments measuring the viscosity of liquids, edition OIML in 1987. – 8 p.
28. 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.
29. 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.
30. Неклюдова, А. А. Совершенствование обеспечение 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. N 2 – с. 16 – 21.
31. 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.
32. 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.
33. 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.

34. ISO/TR 3666:1998 Viscosity of water / ISO/TC 28 Petroleum and related products, fuels and lubricants from natural or synthetic sources, 1988 – 4 p.

35. Ojovan, M. Viscous flow and the viscosity of melts and glasses. *Physics and Chemistry of Glasses*, 2012, 53 (4) – p. 143 – 150.

36. Calibration and Measurement Capabilities – CMCs [Электронный ресурс]: The BIPM key comparisons database // BIPM. 2019. URL: <https://kcdb.bipm.org> (дата обращения: 04.06.2019).

37. Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт) от 29.12.2018 г. N 2843 «Об утверждении Государственного первичного эталона единиц динамической и кинематической вязкости жидкости», 2018. – 2 с.

38. ГОСТ 10028-81 Вискозиметры капиллярные стеклянные. Технические условия (с изменениями N 1, 2). – Введ. 1983.01.01. – Минск: Межгос. совет по стандартизации, метрологии и сертификации; М.: Изд-во стандартов, 1981. – 14 с.

39. СК 03-2302в-01Т-2010 Методика калибровки рабочих эталонов единицы вязкости», утверждённая ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», 2010. – 21 с.

40. ГОСТ 8.024-2002 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений плотности. – Введ. 2003.03.01. – Минск: Межгос. совет по стандартизации, метрологии и сертификации; М.: Изд-во стандартов, 2003. – 6 с.

41. ГОСТ 18481-81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия. – Введ. 1983.01.01. – Минск: Межгос. совет по стандартизации, метрологии и сертификации; М.: Изд-во стандартов, 1981. – 22 с.

42. ГОСТ 22524-77 Пикнометры стеклянные. Технические условия. – Введ. 1979.01.01. – Минск: Государственный комитет СССР по стандартам; М.: Изд-во стандартов, 1985. – 21 с.

43. 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.

44. Стандартные образцы вязкости жидкости (ГСО РЭВ) [Электронный ресурс]: стандартные образцы нефти и нефтепродуктов // ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». Лаборатория госэталонов в области измерений плотности и вязкости жидкостей, 2008. URL: www.lab2302.ru/index.php?option=com_content&view=article&id=35^rev&catid=3 (дата обращения: 04.06.2019).

45. МИ 1289-86 ГСИ. Жидкости градуировочные для поверки вискозиметров. Метрологическая аттестация. – Введ. 1986.01.01. – Ленинград: Государственный комитет СССР по стандартам; Л.: НПО «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», 1986. – 18 с.
46. Рыбак, Б. М. Анализ нефти и нефтепродуктов / Б. М. Рыбак – М.: ГосТехИздат, 1962. – 888 с.
47. 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, 2017.
48. 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, 2017.
49. Оганесян, Э. Т. Химия: краткий словарь / Э. Т. Оганесян – Ростов н/Дону: Феникс, 2002. – 512 с.
50. Белянин, Б. В. Технический анализ нефтепродуктов и газа. / Б. В. Белянин, В. Н. Эрих // изд. 2-е, переработанное и дополненное. Л.: Химия, 1970. – 344 с.
51. Северс, Э. Т. Реология полимеров / Э. Т. Северс, М.: Химия, 1966. – 200 с.
52. Антипов, В. Н. Утилизация нефтяного газа / В. Н. Антипов, М.: Недра, 1983. – 160 с.
53. Грей Дж. Р. Состав и свойства буровых агентов (промывочных жидкостей) / Дж. Р. Грей, Г. С. Г Дарли, пер. с англ., М.: Недра, 1985. – 509 с.
54. Мехеда, В. А. Тензометрический метод измерения информации: учеб. Пособие / В. А. Мехеда, – Самара: Изд-во Самар. Гос. Аэрокосм. Ун-та, 2011. – 56 с.
55. Тхоржевский, В. П. Автоматический анализ газов и жидкостей на химических предприятиях / В. П. Тхоржевский, – М.: Химия, 1976. – 272 с.
56. Зазарченко, В. Н. Коллоидная химия: учеб. Для медико-биолог. спец. вузов. / В. Н. Зазарченко, – 2-е изд., переработанное и дополненное, М.: Высш. шк., 1989. – 238 с.
57. Крупейникова, В. Е. Определение динамической вязкости на ротационном вискозиметре Brookfield RVDV-II+Pro: Методическое указание / В. Е. Крупейникова, В. Д. Раднаева, Б. Б. Танганов, – Улан:Удэ: Изд-вл ВСГТУ, 2011 – 48 с.
58. ГОСТ 1929-87 Нефтепродукты. Метод определения динамической вязкости на ротационном вискозиметре. – Введ. 1988.07.01. – М.: Государственный комитет СССР по стандартам; М.: Изд-во стандартов, 2002. – 7 с.
59. Программируемый вискозиметр Брукфильда DV-II-Pro. Инструкция по эксплуатации // Руководство N М/03-65, 2003. – 85 с.
60. Малкин, А. Я. Реология: концепции, методы, приложения / А. Я. Малкин, А. И. Исаев, пер. с англ., СПб: Профессия, 2007. – 500 с.

61. Шарапов, В. М. Мир электроники. Электроакустические преобразователи / В. М. Шарапов, И. Г. Минаев, Ж.В. Сотула, Л. Г. Куницкая, М.: Техносфера, 2013. – 296 с.
62. Бирюков, С. А. Цифровые устройства на МОП-интегральных схемах / С. А. Бирюков, 2-е изд., переработанное и дополненное, – М.: Радио и связь, 1996. – 192 с.
63. Богданович, М. И. Цифровые интегральные микросхемы. Справочник / М. И. Богданович, И. Н. Грель, В. А. Прохоренко и др., – Минск: Беларусь, 1991. – 493 с.
64. Беззубов, Л. П. Химия жиров / Л. П. Беззубов, 2-е изд. Переработанное и дополненное, М.: Пищепромиздат, 1962. – 308 с.
65. Геллер, З. И. Мазут как топливо /З. И. Геллер, М.: Изд-во Недра, 1965. – 495 с.
66. Абросимов, В. К. Экспериментальные методы химии растворов: денситометрия, вискозиметрия, кондуктометрия и другие методы / В. К. Абросимов, В. В. Королёв, В. Н. Афанасьев и др. – М.: Наука, 1997. – 351 с.
67. Степанов, Л. П. Измерение вязкости жидкостей /Л. П. Степанов, М.: [б. и.], 1966. – 43 с.
68. Фукс, Г. И. Вязкость и пластичность нефтепродуктов /Г. И. Фукс, Москва-Ижевск: Институт компьютерных исследований, 2003. – 328 с.
69. Белов, П. С. Практикум по нефтехимическому синтезу: учеб. Пособие для вузов. – 2-е изд., переработанное и дополненное, – М.: Химия, 1987. – 240 с.
70. ГОСТ 8.558-2009 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений температуры – Введ. 2012.07.01. – М.: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации; М.: Стандартинформ, 2012. – 13 с.
71. Куинн, Т. Температура, пер. с англ., М.: Мир, 1985. – 448 с.
72. Измерители температуры многоканальные прецизионные МИТ 8 [Электронный ресурс]: Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений // Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт), 2019. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/321618> (дата обращения: 04.06.2019).
73. Секундомеры электронные с таймерным выходом СТЦ-2М [Электронный ресурс]: Федеральное информационный фонд по обеспечению единства измерений // Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт), 2019. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4> (дата обращения: 04.06.2019).
74. Термогигрометры ИВА-6 [Электронный ресурс]: Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений // Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт), 2019. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4> (дата обращения: 04.06.2019).

75. Богданов, К. Ю. Физик в гостях у биолога / К. Ю. Богданов, М.: Изд-во МЦНМО, 2015. – 240 с.
76. ГОСТ 427-75 Линейки металлические измерительные. Технические условия – Введ. 1977.01.01. – М.: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации; М.: Стандартинформ, 2007. – 6 с.
77. ГОСТ 29251-91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования – Введ. 1994.01.01. – М.: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации; М.: Стандартинформ, 2008. – 14 с.
78. ГОСТ 34100.3-2017 Неопределённость измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределённости измерения – Введ. 2018.09.01. – М.: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации; М.: Стандартинформ, 2017. – 105 с.
79. Неклюдова, А. А. О совершенствовании обеспечения единства измерений вязкости жидкостей в Российской Федерации /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.
80. ТУ 38.1011025-85 Масло трансформаторное гидрокрекинга ГК – Введ. 1985.10.01. – М.: Стандартинформ, 2007. – 5 с.
81. ГОСТ 220799-88 Масла индустриальные. Технические условия, – Введ. 1992.01.01. – М.: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации; М.: Стандартинформ, 2005. – 6 с.
82. ТУ 38.001179-74 Октол – Введ. 1974.05.10. –М.: Стандартинформ, 2006. – 5 с.
83. ГОСТ 21743-76 Масла авиационные. Технические условия, – Введ. 1978.01.01. – М.: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации; М.: Стандартинформ, 2011. –5 с.
84. Вискозиметр Штабингера SVM 3000 [Электронный ресурс]: Продукция // Anton Paar, 2019. URL: <https://www.anton-paar.com/corp-en/products/detalis/svm-3000> (дата обращения: 15.06.2019).
85. Вискозиметры Штабингера SVM 3000 [Электронный ресурс]: Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений // Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт), 2019. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4> (дата обращения: 15.06.2019).
86. Вискозиметр Штабингера SVM 3000. Руководство по эксплуатации, 2010. – 300 с.
87. РМГ 29-2013 ГСИ. Метрология. Основные термины и определения. – Введ. 2015.01.01. – М.: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации; М.: Стандартинформ, 2014. –56 с.

88. 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 надежности и диагностики машин и механизмов». СПб: ИП МАШ РАН, 2013. – с. 78 – 82.
89. Анализаторы плотности DMA 4200 М [Электронный ресурс]: Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений // Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт), 2019. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4> (дата обращения: 15.06.2019).
90. ГОСТ 8.315-97 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения, – Введ. 1998.06.30. – М.: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации; М.: Стандартинформ, 2008. – 25 с.
91. Сертифицированные образцы вязкости [Электронный ресурс]: Продукция // Cannon Instrument company, 2019. URL: <https://www.cannoninstrument.com> (дата обращения: 15.06.2019).
92. Сертифицированные образцы вязкости [Электронный ресурс]: Продукция // Paragon Scientific Ltd., 2019. URL: <https://www.paragon-sci.com> (дата обращения: 15.06.2019).
93. Балтенас, Р. Моторные масла. Производство. Свойства. Классификация. Применение: Научно-техническое издание / Р. Балтенас и А. С. Сафонов, А. И. Ушаков, В. Шергалис, М.: Альфа-Лаб, 2000. – 272 с.
94. Ластовкина, Г. А. Справочник нефтепереработчика: справочник / Г. А. Ластовкина, Е. Д. Радченко, М. Г. Рудина, Л.: Химия, 1986. – 648 с.
95. Ахметов, С. А. Физико-химическая технология глубокой переработки нефти и газа: учебное пособие. Ч. 1, Уфа: Изд-во УГНТУ, 1996. – 279 с.
96. API 1509 Engine Oil Licensing and Certification System / Note: Fifteenth Edition, 2002. – 10 p.
97. Чередниченко, Г. И. Физико-химические и теплофизические свойства смазочных материалов / Г. И. Чередниченко, Г. Б. Фройштетер, П. М. Ступак, Л.: Химия, 1986.- 224 с.
98. Кулиев, А. М. Химия и технология присадок к маслам и топливам /А. М. Кулиев, 2-е изд., переработанное, Л.: Химия, 1985. – 312 с.
99. Саблина, З. А. Присадки к моторным топливам / З. А. Саблина, А. А. Гуреев, 2-е изд., переработанное и дополненное, М.: Химия, 1977. – 258 с.
100. Tanveer, S. Rheology of multigrade engine oils / S. Tanveer, U. Ch. Sharma, R. Prasad // Indian Journal of Chemical Technology, Vol. 13, March 2006. – p. 180 – 184.
101. Severa, L. Temperature depended kinematic viscosity of different types of engine oil / L. Severa, M. Havlicek, V. Kumber // Acta Universitatis et Silviculturae Mendeliana Brunensis, N 57 (4), august 2009. – p. 111 – 115.

102. ГОСТ ISO Guide 34-2014 Общие требования к компетентности производителей стандартных образцов. – Введ. 2016.01.01. – М.: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации; М.: Стандартиформ, 2015. – 33 с.
103. Реометры Physica MCR [Электронный ресурс]: Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений // Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт), 2019. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4> (дата обращения: 15.06.2019).
104. Цурко, А. А. Исследование метрологических характеристик реометра Physica MCR 301. / А. А. Цурко // Сборник трудов VI ОМНТК «Молодежь. Техника. Космос», СПб: БГТУ, 2013. – с. 246-247.
105. 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.
106. 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», СПб: БГТУ, 2013. – с. 104-106.
107. Мак-Келви, Д. М. Переработка полимеров, пер. с англ, М.: Химия, 1965. – 444 с.
108. Mortier, R. M. Chemistry and Technology of Lubricants / R. M. Mortier, M. F. Fox, S. T. Orszulik // Netherlands: Springer, 2010. – ISBN 140208661X.
109. На заводе Татнефть-Нижнекамскнефтеим-Ойл выпущена новая продукция [Электронный ресурс]: Нефтепродукты, ГСМ // Neftegaz.ru: электрон. журн., 2018. URL: <http://neftegaz.ru/news/petroleum-products/203248-na-zavode-tatneft-nizhnekamskneftehim-oyl-vypusthena-novaya-produktsiya/> (дата обращения: 14.06.2019).
110. Durasyn NEOS продукция [Электронный ресурс]: INEOS Oligomers // Polyalphaolefin, 2019. URL: <https://ineos.com> (дата обращения: 14.06.2019).
111. ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» [Электронный ресурс]: VNIIM.RU, 2019. URL: <https://www.vniim.ru> (дата обращения: 14.06.2019).
112. Полякова, А. Введение в масс-спектрометрию органических соединений /А. Полякова, Р. А. Хмельницкий, М.-Л.: Химия, 1966. – 203 с.
113. ТУ 4381-053-02566450-2019 Низкотемпературные и высокотемпературные стандартные образцы вязкости жидкости. Технические условия. – Введ. 2019.06.03. – СПб.: ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», 2019. – 8 с.

114. 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.

115. Цурко, А. А. Состояние метрологического обеспечения измерений вязкости нефтепродуктов. / А. А. Цурко, А. А. Демьянов // Измерительная техника, 2014, № 4. – с. 65-66.

116. Tsurko, A. A The state of measurement assurance of measurements of the viscosity of petroleum products // A. A. Tsurko, A. A. Dem'yanov. Measurement Techniques, 2014. – Т. 56, № 4. – p. 466-467.

117. 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.

118. 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.

119. 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.

120. 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.

121. РМГ 53-2002 ГСИ. Стандартные образцы. Оценивание метрологических характеристик с использованием эталонов и образцовых средств измерений. – Введ. 2004.07.01. – М.: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации; М.: Стандартиформ, 2004. – 6 с.

122. РМГ 93-2015 ГСИ. Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов. – Введ. 2017.01.01. – М.: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации; М.: Стандартиформ, 2016. – 32 с.

123. Неклюдова, А. А. Государственный первичный эталон единицы кинематической вязкости жидкости ГЭТ 17-96. / Демьянов А. А., Неклюдова А. А. // Приборы, N 5, 2016. – с. 38 – 40.

124. Цурко, А. А. О поверке имитаторов CCS-2100 и CCS-2100LT холодной прокрутки двигателя. / А. А. Цурко // Автомобильная промышленность. N 10, 2015. – с. 35 – 37.

125. Неклюдова, А. А. Метрологическое обеспечения измерений вязкости жидкостей. / А. А. Неклюдова, А. А. Демьянов // Металлообработка. N 5 (101)/2017, 2017. – с. 44 – 48.

126. Неклюдова, А. А. Обеспечение единства измерений вязкости – важнейшее условие повышения качества нефтепродуктов. / Неклюдова, А. А., Демьянов А. А., Сулаберидзе В. Ш. // Качество. Инновации. Образование. N 3(142), 2017. – с. 28 – 33.

127. Государственный первичные эталоны Российской Федерации [Электронный ресурс]: Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений // Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт), 2019. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12> (дата обращения: 15.06.2019).

ПРИЛОЖЕНИЕ А
АКТЫ О ВНЕДРЕНИИ РЕЗУЛЬТАТОВ ДИССЕРТАЦИИ



ООО «Реолаб»
 ОГРН 1037739344609, ИНН 7720153765, КПП 772001001
 111141, г. Москва, ул. Перовская, д. 21, стр. 1, офис 10.
 р/с 40702810200000082268 в Филиале № 7701
 Банка ВТБ (ПАО) г. Москва, БИК 044525745,
 и/с 30101810345250000745
 Контакты: +7 (495) 913-3948, mail@reolab.ru, www.reolab.ru



УТВЕРЖДАЮ
 Генеральный директор
 ООО «Реолаб»
 М. С. Старшов
 « 24 » мая 2019 г.

А К Т

о внедрении результатов диссертации
 на соискание ученой степени кандидата технических наук
 Неклюдовой Анастасии Александровны
 на тему «Совершенствование метрологического обеспечения измерений вязкости
 жидких сред в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С»

Комиссия в составе:

Председатель комиссии:

генеральный директор Старшов Максим Станиславович.

Члены комиссии:

технический директор Баев Олег Леонидович,
 инженер Филатов Анатолий Викторович.

составили настоящий акт о том, что результаты диссертационной работы Неклюдовой Анастасии Александровны на тему «Совершенствование метрологического обеспечения измерений вязкости жидких сред в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С» представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук – разработанные градуировочные жидкости (жидкости-компараторы) использованы в деятельности ООО «Реолаб».

Приведенные результаты позволили провести входной контроль качества реометров и вискозиметров ротационных НААКЕ в диапазоне температуры от минус 40 °С до 100 °С.

Председатель комиссии:

генеральный директор

М. С. Старшов

Члены комиссии:

технический директор

О.Л. Баев

инженер

А.В. Филатов



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РЕГИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР СТАНДАРТИЗАЦИИ,
МЕТРОЛОГИИ И ИСПЫТАНИЙ В Г. МОСКВЕ И МОСКОВСКОЙ ОБЛАСТИ»
(ФБУ «РОСТЕСТ-МОСКВА»)

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель генерального директора

А. Д. Меньшиков

2019 г.

АКТ

о внедрении результатов диссертации
на соискание ученой степени кандидата технических наук
Неклюдовой Анастасии Александровны
на тему «Совершенствование метрологического обеспечения измерений
вязкости жидких сред в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С»

Комиссия в составе:

Председатель комиссии: Главный метролог, к.т.н, А. Е. Коломин.

Члены комиссии:

- начальник лаборатории поверки и испытаний оптико-физических и физико-химических средств измерений № 448 А. Г. Дубинчик,
- инженер по метрологии лаборатории поверки и испытаний оптико-физических и физико-химических средств измерений № 448 А.С. Хусяинова,

составили настоящий акт о том, что результаты диссертационной работы Неклюдовой Анастасии Александровны на тему «Совершенствование метрологического обеспечения измерений вязкости жидких сред в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук, нашли применение в деятельности ФБУ «Ростест-Москва».

Результаты диссертации, а именно: разработанные и аттестованные градуировочные жидкости применены в качестве средств поверки

имитаторов холодной прокрутки двигателя CCS-2100 и CCS-2100LT.

Таким образом, результаты диссертационной работы Неклюдовой А. А. позволили обеспечить средствами поверки, калибровки и испытаний средства измерений вязкости жидкостей, работающие в интервале температуры от минус 40 °С до 100 °С.

Председатель комиссии:

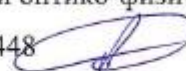
Главный метролог, к.т.н



А. Е. Коломин

Члены комиссии:

начальник лаборатории поверки и испытаний оптико-физических
и физико-химических средств измерений №448



А. Г. Дубинчик

инженер по метрологии лаборатории

поверки и испытаний оптико-физических и
физико-химических средств измерений №448



А.С. Хусяинова

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

РОССТАНДАРТ



Федеральное государственное
унитарное предприятие «Всероссийский
научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И.Менделеева»

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

190005, Санкт-Петербург, Московский пр., 19 Тел. (812) 251-76-01, факс (812) 713-01-14

e-mail: info@vniim.ru <http://www.vniim.ru> ОКПО 02566450, ОГРН 1027810219007 ИНН/КПП 7809022120/783901001

Регистрационный номер аттестата аккредитации RA.RU.311541



УТВЕРЖДАЮ
И. о. Директора
«ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
А. Н. Пронин
«17» июля 2019 г.

А К Т

о внедрении результатов диссертации
на соискание ученой степени кандидата технических наук
Неклюдовой Анастасии Александровны
на тему «Совершенствование метрологического обеспечения измерений вязкости
жидких сред в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С»

Комиссия в составе:

Председатель комиссии:

заместитель директора по научной работе, к.т.н., К. В. Чекирда.

Члены комиссии:

руководитель научно-исследовательской лаборатории государственных эталонов в области измерений плотности и вязкости жидкости А. А. Демьянов,

инженер I категории научно-исследовательской лаборатории государственных эталонов в области измерений плотности и вязкости жидкости И. В. Лесенная,

составили настоящий акт о том, что результаты диссертационной работы Неклюдовой Анастасии Александровны на тему «Совершенствование метрологического обеспечения измерений вязкости жидких сред в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С» представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук внедрены в деятельность ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Результаты диссертационной работы нашли применение при: совершенствовании Государственного рабочего эталона единицы кинематической вязкости жидкости первого разряда в диапазоне значений от 0,4 до 1,0·10⁵ мм²/с и диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 150 °С, разработке 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) мм²/с и диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 100 °С и Государственных рабочих эталонов единиц динамической и кинематической вязкости жидкости второго разряда – стандартных образцов вязкости жидкости (градуировочных жидкостей) в интервале допустимых 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 20 °С до 150 °С.

Внедрение результатов диссертации Неклюдовой А. А. впервые позволило обеспечить прослеживаемость средств измерений к Государственному первичному эталону единиц динамической и кинематической вязкости жидкости (ГЭТ 17-2018), в части хранения и передачи единиц в расширенном интервале температуры, а именно – от минус 40 °С до 150 °С.

Председатель комиссии:

заместитель директора по научной работе, к.т.н.

К. В. Чекирда

Члены комиссии:


руководитель научно-исследовательской лаборатории
государственных эталонов в области измерений
плотности и вязкости жидкости

А. А. Демьянов

инженер I категории научно-исследовательской лаборатории
государственных эталонов в области измерений
плотности и вязкости жидкости

И. В. Лесенная

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
ТИТУЛЬНЫЕ ЛИСТЫ РАЗРАБОТАННЫХ И УТВЕРЖДЁННЫХ
МЕТОДИК КАЛИБРОВКИ
СК 03-2302В-01Т-2019, СК 03-2302В-02Т-2019 и СК 03-2302В-03Т-2019

	МЕТОДИКА КАЛИБРОВКИ СК 03-2302В-01Т-2019	Редакция: 01
		Издание: 2019
		Экз. №

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель директора
по научной работе
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»




К. В. Чекирда

« 20 » мая 2019 г.

МЕТОДИКА КАЛИБРОВКИ

**ВИСКОЗИМЕТРОВ СТЕКЛЯННЫХ КАПИЛЛЯРНЫХ ОБРАЗЦОВЫХ,
ВХОДЯЩИХ В СОСТАВ ЭТАЛОННЫХ КОМПЛЕКСОВ, ПРЕДНАЗНАЧЕННЫХ
ДЛЯ ХРАНЕНИЯ И ПЕРЕДАЧИ ЕДИНИЦЫ КИНЕМАТИЧЕСКОЙ ВЯЗКОСТИ
ЖИДКОСТИ**

Разработал: Заместитель руководителя НИЛ 2302 А. А. Неклюдова	Проверил: Руководитель НИЛ 2302 А. А. Демьянов	Проверил на соответствие М СК 02-31-18: Руководитель НИО 202, НИЛ 2022 А. Г. Чуновкина
Подпись:  Дата: 22 АПР 2019	Подпись:  Дата: 22 АПР 2019	Подпись: 20 МАЙ 2019  Дата:

	СИСТЕМА МЕНЕДЖМЕНТА КАЧЕСТВА	Редакция: 01
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» НИЛ 2302	МЕТОДИКА КАЛИБРОВКИ СК 03-2302В-02Т-2019	Издание: 2019
		Экз. № 01

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель директора
по научной работе
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»



К. В. Чекирда

« 20 » мая 2019 г.

МЕТОДИКА КАЛИБРОВКИ

ЭТАЛОННЫХ КОМПЛЕКСОВ, ПРЕДНАЗНАЧЕННЫХ ДЛЯ ХРАНЕНИЯ И ПЕРЕДАЧИ ЕДИНИЦЫ КИНЕМАТИЧЕСКОЙ ВЯЗКОСТИ ЖИДКОСТИ

Разработал: Заместитель руководителя НИЛ 2302 А. А. Неклюдова	Проверил: Руководитель НИЛ 2302 А. А. Демьянов	Проверил на соответствие М СК 02-31-18: Руководитель НИО 202, НИЛ 2022 А. Г. Чуновкина
Подпись:  Дата: 22 АПР 2019	Подпись:  Дата: 22 АПР 2019	Подпись: 20 МАЙ 2019  Дата:

	СИСТЕМА МЕНЕДЖМЕНТА КАЧЕСТВА	Редакция: 01
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»	МЕТОДИКА КАЛИБРОВКИ вискозиметра Штабингера SVM 3000 СК 03-2302в-03Т-2019	Издание: 2019 Экз. № 01

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора

ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

К. В. Чекирда

«20» мая 2019 г.



МЕТОДИКА КАЛИБРОВКИ
 вискозиметра Штабингера SVM 3000

Разработал: Заместитель руководителя НИЛ 2302 А. А. Неклюдова	Проверил: Руководитель НИЛ 2302 А. А. Демьянов	Проверил на соответствие М СК 02-31-18: Руководитель НИО 202, НИЛ 2022 А. Г. Чуновкина
Подпись:  Дата: 22 АПР 2019	Подпись:  Дата: 22 АПР 2019	Подпись:  Дата: 20 МАЙ 2019

ПРИЛОЖЕНИЕ В
СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ ЭТАЛОНА 3.1.ZZB.0299.2019

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ

«ВНИИМ им. Д.И. МЕНДЕЛЕЕВА»

011777

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

Факс: +7 (812) 713-01-14, телефон: +7 (812) 251-76-01, e-mail: info@vniim.ru, http://www.vniim.ru



СВИДЕТЕЛЬСТВО
об аттестации государственного эталона
№ 2302-0299/2019

Дата выдачи: "21" мая 2019 г.

Действительно до "20" мая 2021 г.

3.1.ZZB.0299.2019

Государственный рабочий эталон единицы кинематической вязкости жидкости 1 разряда в диапазоне от 0,4 мм²/с до 100000,0 мм²/с аттестован на соответствие обязательным требованиям (метрологическим и техническим требованиям, требованиям к содержанию и применению государственного эталона), утвержденным приказами Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от _____ № _____.

Метрологические требования

Государственный эталон соответствует уровню 1 разряда государственной поверочной схемы ГОСТ 8.025-96 "ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений вязкости жидкостей".

Технические требования

Комплектность, технические характеристики и программное обеспечение государственного эталона соответствует паспортным данным и требованиям Правил содержания и применения государственного рабочего эталона ПрС № 0299 и иной технической документации и обеспечивают безопасность эксплуатации эталона.

Требования к содержанию и применению

Условия эксплуатации соответствуют требованиям изложенным в Правилах содержания и применения государственного рабочего эталона ПрС № 0299.

И. о. Директора ФГУП
«ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»



А. Н. Пронин

Руководитель научно-исследовательской
лаборатории государственных эталонов
и научных исследований в области
измерений вязкости и плотности

Неклюдова А. А.
И. о. рук. НИЛ 2302
ИСПОЛНЕНИЕ 2302-1/2019
ОТ 16.04.2019 Г.

А. А. Демьянов

Данное свидетельство может быть воспроизведено только полностью. Любые публикации или частичное воспроизведение содержания свидетельства возможны только с письменного разрешения организации, выдавшей данное свидетельство.

Неотъемлемой частью данного Свидетельства является приложение в виде Сертификата калибровки №2302-300/2019 от «21» мая 2019 г.

ПРИЛОЖЕНИЕ Г
СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ ЭТАЛОНА 3.1.ZZB.0301.2019

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ

«ВНИИМ им. Д.И. МЕНДЕЛЕЕВА»

190005, Россия, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19
 Факс: +7 (812) 713-01-14, телефон: +7 (812) 251-76-01, e-mail: info@vniim.ru, http://www.vniim.ru

011785



СВИДЕТЕЛЬСТВО
об аттестации государственного эталона
№ 2302-0301

Дата выдачи: "21" мая 2019 г.

Действительно до "20" мая 2020 г.

3.1.ZZB.0301.2019

Государственный рабочий эталон единиц динамической и кинематической вязкости жидкости 2 разряда в диапазоне значений от 0,4 мПа·с (мм²/с) до 40000,0 мПа·с (мм²/с), аттестован на соответствие обязательным требованиям (метрологическим и техническим требованиям, требованиям к содержанию и применению государственного эталона), утвержденным приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от ____ № _____.

Метрологические требования

Государственный эталон соответствует уровню рабочего эталона 2 разряда государственной поверочной схемы ГОСТ 8.025-96 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений вязкости жидкостей».

Технические требования

Комплектность, технические характеристики и программное обеспечение государственного эталона соответствует паспортным данным и требованиям Правил содержания и применения государственного рабочего эталона ПрС № 2302-0301 и иной технической документации и обеспечивают безопасность эксплуатации эталона.

Требования к содержанию и применению

Условия эксплуатации соответствуют требованиям, изложенным в Правилах содержания и применения государственного рабочего эталона ПрС № 2302-0301.

И. о. Директора ФГУП
 «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»



А. Н. Пронин

Руководитель научно-исследовательской
 лаборатории госэталонов в области
 измерений плотности и вязкости жидкости

Handwritten signature

НЕКЛОДОВА А. А.
ЗАМ РУК НИЛ 2302
РАСПОРЯЖЕНИЕ 2302-1/2019
ОТ 15.04.2019 Г.

А. А. Демьянов

Данное свидетельство может быть воспроизведено только полностью. Любые публикации или частичное воспроизведение содержания свидетельства возможны только с письменного разрешения организации, выдавшей данное свидетельство.

Неотъемлемой частью данного Свидетельства является приложение в виде Сертификата калибровки № 2302-310/2019 от "21" мая 2019 г.

ПРИЛОЖЕНИЕ Д
ПРОЕКТ АКТУАЛИЗИРОВАННОГО ДОКУМЕНТА МИ 1289

Методические указания
Государственная система обеспечения единства измерений
Жидкости градуировочные для поверки вискозиметров
Метрологическая аттестация
МУ Х.Х.ХХХ-2019

Введены в действие с
202_

Настоящие методические указания распространяются на градуировочные жидкости, применяемые для поверки вискозиметров в диапазоне значений от 0,4 до $1,0 \cdot 10^5$ мПа·с ($\text{мм}^2/\text{с}$) и устанавливают порядок их метрологической аттестации (далее – аттестации).

1 ОПЕРАЦИИ, ПРОВОДИМЫЕ ПРИ АТТЕСТАЦИИ

При проведении аттестации должно выполняться экспериментальное определение метрологических характеристик градуировочных жидкостей (разд. 6).

2 СРЕДСТВА, ПРИМЕНЯЕМЫЕ ПРИ АТТЕСТАЦИИ ГРАДУИРОВОЧНЫХ ЖИДКОСТЕЙ

2.1 При экспериментальном определении метрологических характеристик градуировочных жидкостей должны применяться эталоны, средства измерений и вспомогательные средства.

2.1.1 Средства измерений:

- Государственный рабочий эталон единицы кинематической вязкости жидкости первого разряда в диапазоне значений 0,4 до $1,0 \cdot 10^5$ $\text{мм}^2/\text{с}$, представляющий собой эталонный комплекс, предназначенный для хранения и передачи единицы кинематической вязкости жидкости;
- вискозиметры рабочие ВПЖ-1 с диаметрами капилляра 0,54; 0,86; 1,16; 1,52; 2,10; 2,75; 3,75; 5,10 мм;
- вискозиметр Штабингера SVM 3000, номер в государственном реестре СИ № 45144-10;
- анализатор плотности жидкостей DMA 4200 M, номер в государственном реестре СИ № 64281-16.

2.1.2 Вспомогательные средства:

- шкаф сушильный СШ-80 по ТУ 9452-010-00141798-2005;
- тёмные стеклянные или полимерные флаконы номинальной вместимостью 50, 100, 250, 500, 1000 см^3 .
- пробки и крышки к флаконам;
- бутылки стеклянные вместимостью 20 дм^3 ;
- канистры пластиковые объёмом 50 дм^3 ;

- стакан В-1-1000ТС, В-1-500ТС, В-1-100 ТС по ГОСТ 25336-82;
- воронки для фильтрования со стеклянным фильтром ПОР 40 по ГОСТ 23932-82;
- колба Бунзена вместимостью 5 дм³;
- водоструйный насос;
- воронка Бюхнера;
- жидкости для промывки вискозиметров; хромовая смесь (двуххромовокислый калий (60 г) по ГОСТ 4220-75;
- дистиллированная вода (1 л) по ГОСТ 6709-72;
- этиловый спирт по ГОСТ 5962-67;
- бензин-растворитель по ГОСТ 3134-78;
- дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72.

Допускается использование других средств аттестации, удовлетворяющих требованиям настоящих методических указаний.

Средства измерений должны иметь непросроченные свидетельства о поверке, выполненной в организациях, аккредитованных на право поверки соответствующих средств измерений.

3 УСЛОВИЯ АТТЕСТАЦИИ ГРАДУИРОВОЧНЫХ ЖИДКОСТЕЙ

3.1. При аттестации градуировочных жидкостей необходимо соблюдать следующие условия:

- температура воздуха, °С 20 ± 5 ;
- атмосферное давление, кПа $101,3 \pm 6$;
- относительная влажность, % 60 ± 20 ;
- помещение должно иметь приточно-вытяжную вентиляцию;
- температура градуировочной жидкости при определении её плотности $(20,00 \pm 0,05)$ °С.

4 ПОДГОТОВКА ГРАДУИРОВОЧНОЙ ЖИДКОСТИ К АТТЕСТАЦИИ

4.1 Приготовление градуировочных жидкостей

4.1.1 В качестве градуировочных жидкостей применяют жидкости с определённой вязкостью или смеси жидкостей, приготовленные из двух компонентов, взятых в различных процентных соотношениях.

4.1.1.1 Жидкости:

- ацетон по ГОСТ 2603-79;
- дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72;
- нефтяной толуол по ГОСТ 14710-78;
- авиационный бензин по ГОСТ 1012-72;

- бензин-растворитель (уайт-спирит) по ГОСТ 3134-78;
- топливо Т-1, ТС-1 по ГОСТ 10227-62;
- осветительный керосин по ГОСТ 4753-68;
- масло для прокатных станов П-20 по ГОСТ 6480-78;
- масло электроизоляционное синтетическое октол марки "А" и "В" по ГОСТ 12869-77;
- полиальфаолефиновые масла.

4.1.1. 2 Смеси готовят из следующих жидкостей:

- осветительного керосина по ГОСТ 4753-68;
- трансформаторного масла по гост 982-80;
- веретенного масла АУ по ГОСТ 1642-75;
- индустриального масла общего назначения И-50А по ГОСТ 20799-75;
- авиационного масла МС-20 по ГОСТ 21743-76;
- масла для прокатных станов П-28 по ГОСТ 6480-78;
- масла электроизоляционного синтетического октол марки "А" и "В" по ГОСТ 12869-77.

4.1.2 Для приготовления смесей выбирают жидкости с близкими значениями вязкости. Эти жидкости должны иметь паспорта с указанными значениями вязкости. При отсутствии паспорта кинематическую вязкость определяют в соответствии с ГОСТ 33-2016.

4.1.3 Номинальные значения кинематической вязкости градуировочных жидкостей должны образовывать геометрический ряд с множителем прогрессии $\sqrt[5]{10}$ в соответствии с ГОСТ 8032-84.

4.1.4 Номинальные значения кинематической вязкости смесей приведены в справочном Приложении Г1.

4.2 Подготовка к экспериментальному определению метрологических характеристик градуировочных жидкостей

4.2.1 Перед проведением экспериментального определения метрологических характеристик градуировочных жидкостей должны быть выполнены следующие подготовительные работы.

4.2.1.1 Промывка и сушка вискозиметров по ГОСТ 33-2016.

4.2.1.2 Расчёт состава градуировочных жидкостей, приведённый в справочном Приложении Г2.

4.2.1.3 При обнаружении следов влаги у исходных жидкостей их обезвоживают осушителем (кристаллической поваренной солью по ГОСТ 13830-68 или хлористым кальцием по ГОСТ 450-77) предварительно выдержав в сушильном шкафу при температуре (150 – 200) °С. Осушитель высыпает в бутылку с жидкостью, выдерживают в течение 1 ч. Массу осушителя выбирают в соотношении 1:10 к массе исходной жидкости.

4.2.1.4 Рассчитанное количество исходных жидкостей отбирают с применением мерного цилиндра, сливают в сухую бутылку и тщательно перемешивают. Смеси, в состав которых входит синтетическое электроизоляционное масло октол, подогревают в сушильном шкафу до температуры (50 – 100) °С для лучшего перемешивания и стекания со стенок мерной посуды.

4.2.1.5 После приготовления градуировочной жидкости (смеси) проводят ориентировочные измерения кинематической вязкости по ГОСТ 33-2016 и сравнивают полученные значения с номинальными значениями кинематической вязкости, рассчитанными теоретическим путём.

4.2.1.6 При отклонении полученных значений вязкости градуировочных жидкостей более чем на 30 % от номинальных значений, делают добавки с меньшей или большей вязкостью. Расчёт состава градуировочной жидкости и измерение кинематической вязкости повторяют.

4.2.1.7 Градуировочные жидкости должны быть тщательно отфильтрованы от механических частиц, так как их присутствие в жидкости в процессе измерения влияет на результат измерений.

4.2.1.8 Для фильтрования под вакуумом воронку для фильтрования со стеклянным фильтром ПОР 40 с помощью резиновой пробки присоединяют к колбе Бунзена, подключенной к водоструйному насосу. Жидкости с вязкостью более 80 мм²/с предварительно нагревают в сушильном шкафу. Жидкости с вязкостью более 2000 мм²/с фильтруют через проволочную тканевую сетку. Отфильтрованные смеси переливают в стеклянные бутылки вместимостью 20 дм³.

4.2.1.9 Отфильтрованные градуировочные жидкости хранят в закрытых бутылках в тёмном месте.

4.2.1.10 Отфильтрованные градуировочные жидкости фасуют в чистые сухие тёмные стеклянные или полимерные флаконы не ранее, чем через семь дней после приготовления.

4.2.1.11 Градуировочные жидкости аттестуют после фасовки.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1 При экспериментальном определении метрологических характеристик градуировочных жидкостей должны быть соблюдены правила пожарной безопасности, технической эксплуатации установок, требования к хранению и транспортировке нефтепродуктов, соблюдение санитарных правил работы с вредными веществами в соответствии с ГОСТ 33-2016.

5.2 В целях предосторожности при фильтровании градуировочных жидкостей большой вязкости колбу с тубусом необходимо помещать под кожух из оргстекла. Кожух должен быть выполнен с отверстиями для тубуса и воронки Бюхнера.

5.3 При подготовке вискозиметров к работе во время промывки капилляров бензином, хромовой смесью, следует соблюдать осторожность следить, чтобы промывочные жидкости не попадали на открытые участки кожи. В случае попадания промывочных жидкостей на лицо и руки смывать их водой.

6 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ГРАДУИРОВОЧНЫХ ЖИДКОСТЕЙ

6.1 Измерение кинематической вязкости

6.1.1 Кинематическую вязкость градуировочных жидкостей измеряют не менее, чем на двух стеклянных капиллярных образцовых вискозиметрах.

6.1.2 Время истечения градуировочной жидкости должно быть в пределах (200 – 2000) с.

6.1.3 Чистые и сухие вискозиметры заполняют через широкую трубку так, чтобы уровень градуировочной жидкости находился между метками на расширенной части широкого колена. Одевают на концы двух других трубок хлорвиниловые (или другие эластичные пластмассовые) трубки, отводную трубку снабжают двухходовым краном.

6.1.4 Вискозиметры устанавливают в термостат так, чтобы капилляр был строго вертикальным. Вертикальность проверяют по отвесу в двух взаимно перпендикулярных плоскостях.

6.1.5 Уровень воды в термостате должен быть выше вспомогательного резервуара вискозиметра на (15 – 20) мм.

6.1.6 Вискозиметры с градуировочной жидкостью выдерживают при температуре измерения не менее 30 минут.

6.1.7 Измеряют время истечения жидкости между метками на измерительном резервуаре вискозиметра, закрыв кран на трубке вискозиметра, другую трубку соединяют с водоструйным насосом (или другим вакуумным приспособлением) и поднимают градуировочную жидкость выше верхней метки. Отсоединяют водоструйный насос и открывают кран на трубке вискозиметра, при этом должен образоваться «висячий уровень». При измерениях следят, чтобы не было пузырьков, разрывов и пленок. При их появлении измерения повторяют. Для градуировочных жидкостей вязкостью более 5000 мм²/с для образования «висячего уровня» в вискозиметре, сначала открывают кран на отводной трубке, а затем отсоединяют водоструйный насос.

6.1.8 Число измерений времени истечения жидкости должно быть не менее пяти на каждом вискозиметре. Отдельные значения времени истечения не должны отличаться более, чем на 0,1 % от среднего арифметического. Результаты измерений заносят в журнал.

6.2 Измерение плотности градуировочных жидкостей

6.2.1 Плотность градуировочных жидкостей измеряют на вискозиметре Штабингера SVM 3000 в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 20 °С и на анализаторе плотности DMA 4200 М в диапазоне значений температуры от 20 °С до 150 °С.

6.2.2 Плотность измеряют при той же температуре, что и измеряли кинематическую вязкость

градуировочных жидкостей.

6.2.3 Число измерений плотности одной и той же пробы градуировочной жидкости должно быть не менее пяти. Расхождение между параллельными измерениями не должно превышать 0,0005 г/см³.

6.2.4 Аттестованные градуировочные жидкости разрешается хранить в течение 12 месяцев при температуре (5 – 25) °С.

6.2.5 По истечении установленного срока хранения аттестацию градуировочных жидкостей повторяют.

7 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 Кинематическую вязкость градуировочных жидкостей измеряют на Государственном рабочем эталоне единицы кинематической вязкости жидкости первого разряда в диапазоне значений от 0,4 до 1,0·10⁵ мм²/с.

7.2 Аттестованное значение кинематической вязкости градуировочной жидкости вычисляют по формуле:

$$v = C \frac{g}{g_H} \tau - \frac{B}{\tau}, \quad (\Gamma 1)$$

где C – постоянная вискозиметра из состава рабочего эталона, мм²/с²; g – ускорение свободного падения в месте определения вязкости, м/с²; g_H – нормальное ускорение свободного падения, равное 9,80665 м/с²; τ – среднее арифметическое значение времени истечения, с; B – постоянная вискозиметра из состава рабочего эталона, мм².

7.3 За аттестованное значение кинематической вязкости принимают среднее арифметическое, вычисленное по результатам измерений времени истечения одной и той же жидкости в двух вискозиметрах из состава рабочего эталона.

7.4 Ускорение свободного падения в месте измерения вычисляют по формуле:

$$g = [978,049(1 + 0,0059884 \sin^2 \varphi - 0,0000059 \sin^2 2\varphi) - 0,0003086h - 0,011] \cdot 10^{-2}, \quad (\Gamma 2)$$

где φ – географическая широта места; h – высота над уровнем моря, м.

7.5 Динамическую вязкость градуировочной жидкости вычисляют по формуле:

$$\eta = v \cdot \rho, \quad (\Gamma 3)$$

где η – динамическая вязкость, мПа·с; v – кинематическая вязкость, мм²/с; ρ – плотность жидкости, г/см³.

7.6 Относительную расширенную неопределённость измерений кинематической вязкости жидкости рассчитывают по формуле:

$$U_{Rv} = k \sqrt{\left(\frac{\partial v}{\partial C} \cdot C \cdot u_{rC}\right)^2 \frac{1}{v^2} + \left(\frac{\partial v}{\partial B} \cdot B \cdot u_{rB}\right)^2 \frac{1}{v^2} + \left(\frac{\partial v}{\partial \tau} \cdot \bar{\tau} \cdot u_{r\tau}\right)^2 \frac{1}{v^2} + \left(\frac{\partial v}{\partial T} \cdot T \cdot u_{rT}\right)^2 \frac{1}{v^2}}, \quad (\Gamma 4)$$

где U_{Rv} – относительная расширенная неопределённость измерений кинематической вязкости градуировочной жидкости; k – коэффициент охвата; u_{rC} – относительная стандартная неопределённость постоянной C вискозиметра; u_{rB} – относительная стандартная неопределённость измерений постоянной B (учитывается только для вискозиметров с диаметрами капилляра (0,33 – 0,97) мм); $u_{r\bar{t}}$ – относительная стандартная неопределённость измерений времени истечения исследуемой жидкости; u_{rT} – относительная стандартная неопределённость установления и поддержания температуры в термостатической ванне. Относительные стандартные неопределённости определения постоянных C и B вискозиметров приведены в документах на эталонный комплекс. Коэффициент чувствительности из слагаемого $\left(\frac{\partial v}{\partial T} \cdot T \cdot u_{rT}\right)^2 \frac{1}{v^2}$ определяется аппроксимацией экспоненциальной функцией, полученной по измеренным с высокой точностью значениям кинематической вязкости градуировочной жидкости при различных температурах.

7.7. Относительную расширенную неопределённость измерений динамической вязкости рассчитывают по формуле:

$$U_{R\eta} = k \sqrt{\left(\frac{\partial \eta}{\partial v} \cdot v \cdot u_{rv}\right)^2 \frac{1}{\eta^2} + \left(\frac{\partial \eta}{\partial \rho} \cdot \rho \cdot u_{r\rho}\right)^2 \frac{1}{\rho^2}}, \quad (\Gamma 4)$$

где $U_{R\eta}$ – относительная расширенная неопределённость измерений динамической вязкости градуировочной жидкости; k – коэффициент охвата; u_{rv} – относительная стандартная неопределённость измерений кинематической вязкости градуировочной жидкости; $u_{r\rho}$ – относительная стандартная неопределённость измерений плотности градуировочной жидкости.

7.8 Относительная расширенная неопределённость измерений кинематической и динамической вязкости градуировочных жидкостей не должна превышать $4 \cdot 10^{-3}$.

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АТТЕСТАЦИИ

8.1 Градуировочные жидкости аттестуют аккредитованные на право поверки юридические лица и индивидуальные предприниматели.

8.2 По результатам аттестации на градуировочные жидкости оформляют протокол метрологической аттестации по форме, установленной в Приложении ГЗ.

РЯД ГРАДУИРОВОЧНЫХ ЖИДКОСТЕЙ

Ориентировочный состав градуировочных жидкостей представлен в таблице Г1.1.

Таблица Г1.1 – Ориентировочный состав градуировочных жидкостей

Ориентировочный состав	Кинематическая вязкость при 20 °С, мм ² /с
Ацетон, 100 %	0,4
Бензин-растворитель(уайт-спирит), 100 %	1,2
Осветительный керосин, 100 %	2
Осветительный керосин, 65 % Трансформаторное масло, 35 %	5
Осветительный керосин, 38 % Трансформаторное масло, 62 %	10
Осветительный керосин, 13 % Трансформаторное масло, 87 %	20
Трансформаторное масло, 80 % Веретенное масло АУ, 20 %	30
Осветительный керосин, 5 % Веретенное масло АУ, 95 %	60
Трансформаторное масло, 38 % Индустриальное масло общего назначения И-50, 62 %	100
Трансформаторное масло, 12 % Индустриальное масло общего назначения И-50 А, 88 %	200
Трансформаторное масло, 33 % Авиационное масло МС-20, 67 %	300
Индустриальное масло общего назначения И-50 А, 40 % Авиационное масло МС-20, 60 %	600
Трансформаторное масло, 3 % Авиационное масло МС-20, 97 %	1000
Трансформаторное масло, 33 % Авиационное масло МС-20, 67 %	300
Индустриальное масло общего назначения И-50, 40 % Авиационное масло МС-20, 60 %	600
Трансформаторное масло, 3 % Авиационное масло МС-20, 97 %	1000
Масло для прокатных станов П-28, 100 %	2000
Масло для прокатных станов П-28, 76 % Масло электроизоляционное синтетическое октол марки «А» и «Б», 24 %	3000
Масло для прокатных станов П-28, 41 % Масло электроизоляционное синтетическое октол марки «А» и «Б», 59 %	6000
Масло для прокатных станов П-28, 17 % Масло электроизоляционное синтетическое октол марки «А» и «Б», 83 %	10000
Масло электроизоляционное синтетическое октол марки «А» и «Б», 100 %	17000
Масло электроизоляционное синтетическое октол марки «А» и «Б», 100 %	30000
Масло электроизоляционное синтетическое октол марки «А» и «Б», 100 %	60000
Масло электроизоляционное синтетическое октол марки «А» и «Б», 100 %	100000

Примечания:

1. Кинематическая вязкость применяемого электроизоляционного синтетического масла октол марки «А» и «Б» должно находиться в пределах (17000 – 100000) мм²/с при 20°С.
2. Для составления смесей взято масло октол с вязкостью 17000 мм²/с

ВЫЧИСЛЕНИЕ СОСТАВА ГРАДУИРОВОЧНЫХ ЖИДКОСТЕЙ (СМЕСЕЙ)

Для вычисления состава градуировочных жидкостей следует пользоваться таблицей. В графе 1 таблицы Г2 указана наблюдаемая кинематическая вязкость смесей, состоящих из двух масел с вязкостью от 10 до 20 мм²/с при 20 °С, взятых в различных соотношениях от 0 % до 100 % указанных в графе 2 таблицы Г2.

Таблица Г2 – Наблюдаемая кинематическая вязкости смесей.

Кинематическая вязкость ν , мм ² /с	Объемная доля C_v , %	Кинематическая вязкость ν , мм ² /с	Объемная доля C_v , %	Кинематическая вязкость ν , мм ² /с	Объемная доля C_v , %	Кинематическая вязкость ν , мм ² /с	Объемная доля C_v , %
10	0,00	34	28,4	58	41,2	85	48,7
11	2,0	35	29,3	59	41,7	88	49,1
12	4,0	36	30,0	60	41,9	90	49,7
13	6,0	37	30,7	61	42,3	92	50,0
14	8,4	38	31,2	62	42,6	95	50,5
15	9,8	39	31,9	63	42,9	98	51,0
16	11,0	40	32,4	64	43,3	100	51,3
17	12,5	41	33,0	65	43,6	102	51,5
18	13,9	42	33,7	66	43,9	105	52,0
19	15,1	43	34,2	67	44,2	108	52,4
20	16,3	44	34,8	68	44,5	110	52,7
21	17,6	45	35,3	69	44,7	115	53,5
22	18,7	46	35,8	70	45,0	119	54,0
23	19,8	47	36,4	71	45,3	124	54,4
24	20,7	48	36,9	72	45,5	127	55,0
25	21,5	49	37,3	73	45,8	130	55,4
26	22,5	50	37,6	74	46,1	135	56,0
27	23,5	51	38,3	74	46,3	140	56,6
28	24,0	52	38,8	75	46,6	145	57,2
29	25,0	53	39,3	77	46,8	150	57,7
30	25,7	54	39,9	78	47,1	152	58,0
31	26,4	55	40,1	79	47,4	156	58,4
32	27,0	56	40,4	80	47,6	160	58,9
33	27,9	57	40,8	82	48,6	165	59,5
171	60,0	285	70,0	400	76,5	630	84,0
175	60,4	290	70,4	410	77,0	640	84,3
180	60,9	295	70,7	420	77,4	650	84,5
185	61,4	300	71,1	430	77,8	660	84,8
190	61,9	305	71,4	440	78,2	670	85,0
195	62,4	310	71,7	450	78,6	680	85,3
200	62,8	315	72,0	460	79,0	690	85,6
205	63,3	320	72,3	470	79,3	700	85,8
210	63,8	325	72,6	480	79,6	710	86,0
215	64,2	330	72,9	490	80,0	720	86,2
225	65,1	340	73,5	510	80,7	740	86,7
230	65,5	345	73,8	520	81,0	750	86,9
235	66,0	350	74,1	530	81,3	760	87,2
240	66,4	355	74,4	540	81,6	770	87,4
245	66,9	360	74,6	550	81,9	780	87,6
250	67,2	365	74,9	560	82,2	790	87,8
255	67,7	370	75,1	570	82,4	800	88,0
260	68,1	375	75,4	580	82,7	810	88,2
265	68,4	380	75,6	590	83,0	820	88,4
270	68,9	385	75,8	600	83,2	830	88,6
275	69,3	390	76,0	610	83,5	840	88,8
280	69,6	395	76,3	620	83,8	850	89,0
860	89,2	1090	92,9	1380	95,1	1750	98,0
870	89,4	1100	93,0	1400	95,2	1780	98,2

Продолжение таблицы Г2

Кинематическая вязкость ν , мм ² /с	Объемная доля C_{ν} , %	Кинематическая вязкость ν , мм ² /с	Объемная доля C_{ν} , %	Кинематическая вязкость ν , мм ² /с	Объемная доля C_{ν} , %	Кинематическая вязкость ν , мм ² /с	Объемная доля C_{ν} , %
880	89,4	1110	93,1	1420	95,4	1790	98,3
890	89,8	1120	93,2	1430	95,5	1800	98,4
900	90,0	1130	93,3	1440	95,6	1830	98,6
910	90,2	1140	93,4	1450	95,7	1850	98,8
920	90,4	1150	93,5	1470	95,8	1860	98,9
930	90,6	1160	93,6	1490	96,0	1870	99,0
940	90,7	1170	93,7	1500	96,1	1900	99,1
950	90,9	1180	93,8	1520	96,2	1930	99,2
960	91,0	1190	93,9	1550	96,4	1950	99,3
970	91,2	1200	94,0	1560	96,5	1970	99,4
980	91,4	1210	94,0	1570	96,6	2000	99,5
990	91,5	1220	94,1	1600	96,8	2015	99,6
1000	91,7	1230	94,1	1610	96,9	2030	99,7
1010	91,8	1240	94,2	1620	97,0	2050	99,8
1020	92,0	1250	94,3	1645	97,2	2065	99,9
1030	92,1	1270	94,4	1670	97,4	2072	100,0
1040	92,2	1290	94,4	1680	97,5	-	-
1050	92,3	1300	94,6	1700	97,6	-	-
1060	92,4	1320	94,7	1710	97,7	-	-
1070	92,6	1340	94,8	1730	97,8	-	-
1080	92,7	1350	95,0	1740	97,9	-	-

Из таблицы Г2 выбирают значения кинематической вязкости: ν_1 – жидкости с меньшей вязкостью; ν_2 – жидкости с большей вязкостью; ν_3 – жидкости с заданной вязкостью и соответствующие им значения объемных долей $C_{\nu 1}$, $C_{\nu 2}$, $C_{\nu 3}$.

Допускается изменить на n порядков все три значения вязкости: ν_1 , ν_2 , ν_3 , если хотя бы одно из выбранных значений оказывается вне диапазона (10 – 2072) мм²/с.

Необходимое количество X_1 жидкости с меньшей вязкостью ν_1 в процентах вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{C_{\nu 2} - C_{\nu 3}}{C_{\nu 2} - C_{\nu 1}} \cdot 100 \quad (\text{Г5})$$

Необходимое количество X_2 жидкости в процентах с большей вязкостью находят из выражения:

$$X_2 = 100 - X_1 \quad (\text{Г6})$$

Пример расчёта состава градуировочной жидкости

Требуется приготовить три литра жидкости с вязкостью 600 мм²/с имея промышленное масло с вязкостью 250 мм²/с и авиационное масло МС-20 с вязкостью 1200 мм²/с

$$\nu_1 = 250 \quad C_{\nu 1} = 67,2 \quad X_1 = \frac{94,0 - 83,2}{94,0 - 67,2} * 100 = 40,3$$

$$\nu_2 = 1200 \quad C_{\nu 2} = 94,0 \quad X_2 = 100\% - 40,3\% = 59,7\%$$

$$\nu_3 = 600 \quad C_{\nu 3} = 83,2$$

Таким образом, следует смешать 1,21 л (3·0,403) промышленного масла и 1,79 л (3·0,597) авиационного масла МС-20.

Протокол о метрологической аттестации градуировочной жидкости

№ ____ от ____ г.

Градуировочная жидкость:

Дата аттестации:

Результаты экспериментального определения метрологических характеристик градуировочной жидкости:

 ν – среднее измеренное значение кинематической вязкости _____ мм²/с η – среднее измеренное значение динамической вязкости _____ мПа·с $U_{R\nu}$ – относительная расширенная неопределённость измерений кинематической вязкости ____ % $U_{R\eta}$ – относительная расширенная неопределённость измерений динамической вязкости ____ %

при температуре ____ °С.

Аттестацию провел:

Результаты проверил:

ПРИЛОЖЕНИЕ Е

**РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ЗАВИСИМОСТИ ДИНАМИЧЕСКОЙ,
КИНЕМАТИЧЕСКОЙ ВЯЗКОСТИ И ПЛОТНОСТИ ОТ ТЕМПЕРАТУРЫ
СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ РЭВ, ПРОИЗВОДИМЫХ
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»**

В таблицах Д1, Д2 и Д3 представлены результаты измерений динамической, кинематической вязкости и плотности при различных температурах СО РЭВ, производимых ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

На рисунках Д1 – Д3 представлены зависимости динамической, кинематической вязкости и плотности от температуры СО РЭВ, производимых ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

В таблицах Д4 – Д5 представлены результаты измерений динамической, кинематической вязкости и плотности при различных температурах новых СО РЭВ.

Таблица Д1 – Результаты измерений динамической вязкости при различных температурах СО РЭВ, производимых ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

Индекс СО	Температура, °С						Экспоненциальная функция
	20	40	50	60	80	100	
РЭВ-2, п. 046	1,734	1,226	1,056	0,921	0,721	0,782	$\eta = 2,147e^{-0,014T}$
РЭВ-5, п. 065	4,278	2,638	2,148	1,781	1,287	0,987	$\eta = 5,609e^{-0,018T}$
РЭВ-10, п. 058	8,229	4,530	3,530	2,820	1,926	1,409	$\eta = 11,26e^{-0,022T}$
РЭВ-20, п. 078	17,07	7,984	5,871	4,480	2,846	1,983	$\eta = 24,39e^{-0,026T}$
РЭВ-30, п. 052	25,96	11,35	8,141	6,078	3,729	2,522	$\eta = 38,09e^{-0,029T}$
РЭВ-40, п. 020	37,70	14,76	10,34	7,582	4,512	2,976	$\eta = 55,73e^{-0,031T}$
РЭВ-60, п. 036	51,35	19,91	13,56	9,705	5,576	3,584	$\eta = 79,23e^{-0,033T}$
РЭВ-80, п. 019	71,74	26,35	17,59	12,52	6,861	4,301	$\eta = 113,8e^{-0,035T}$
РЭВ-100, п. 117	88,75	31,14	20,36	14,06	7,626	4,697	$\eta = 143,1e^{-0,036T}$
РЭВ-150, п. 006	132,8	43,17	27,56	18,55	9,626	5,777	$\eta = 220,4e^{-0,038T}$
РЭВ-200, п. 028	172,9	53,96	33,64	22,28	11,17	6,530	$\eta = 295,5e^{-0,040T}$
РЭВ-300, п. 049	268,8	78,21	47,38	30,61	14,81	8,364	$\eta = 473,3e^{-0,043T}$
РЭВ-600, п. 030	534,5	141,4	81,55	50,40	21,42	12,72	$\eta = 295,5e^{-0,040T}$
РЭВ-1000, п. 046	937,2	224,8	125,7	75,32	32,28	16,56	$\eta = 1822e^{-0,050T}$
РЭВ-2000, п. 013	1880	411,5	211,2	128,6	51,73	25,08	$\eta = 3853e^{-0,053T}$
РЭВ-4000, п. 007	3507	728,7	379,7	213,8	81,88	38,34	$\eta = 7529e^{-0,056T}$
РЭВ-6000, п. 012	5340	1071	545,4	303,7	112,5	51,14	$\eta = 11810e^{-0,057T}$
РЭВ-10000, п. 020	9057	1673	845,3	459,4	164,1	71,99	$\eta = 20520e^{-0,059T}$
РЭВ-30000, п. 007	28180	5260	2525	1311	434,4	176,2	$\eta = 43140e^{-0,056T}$
РЭВ-60000, п. 005	62870	11550	4902	2452	760,3	310,2	$\eta = 70320e^{-0,055T}$
РЭВ-100000, п.005	104600	14930	7310	4406	1354	526,7	$\eta = 140000e^{-0,057T}$

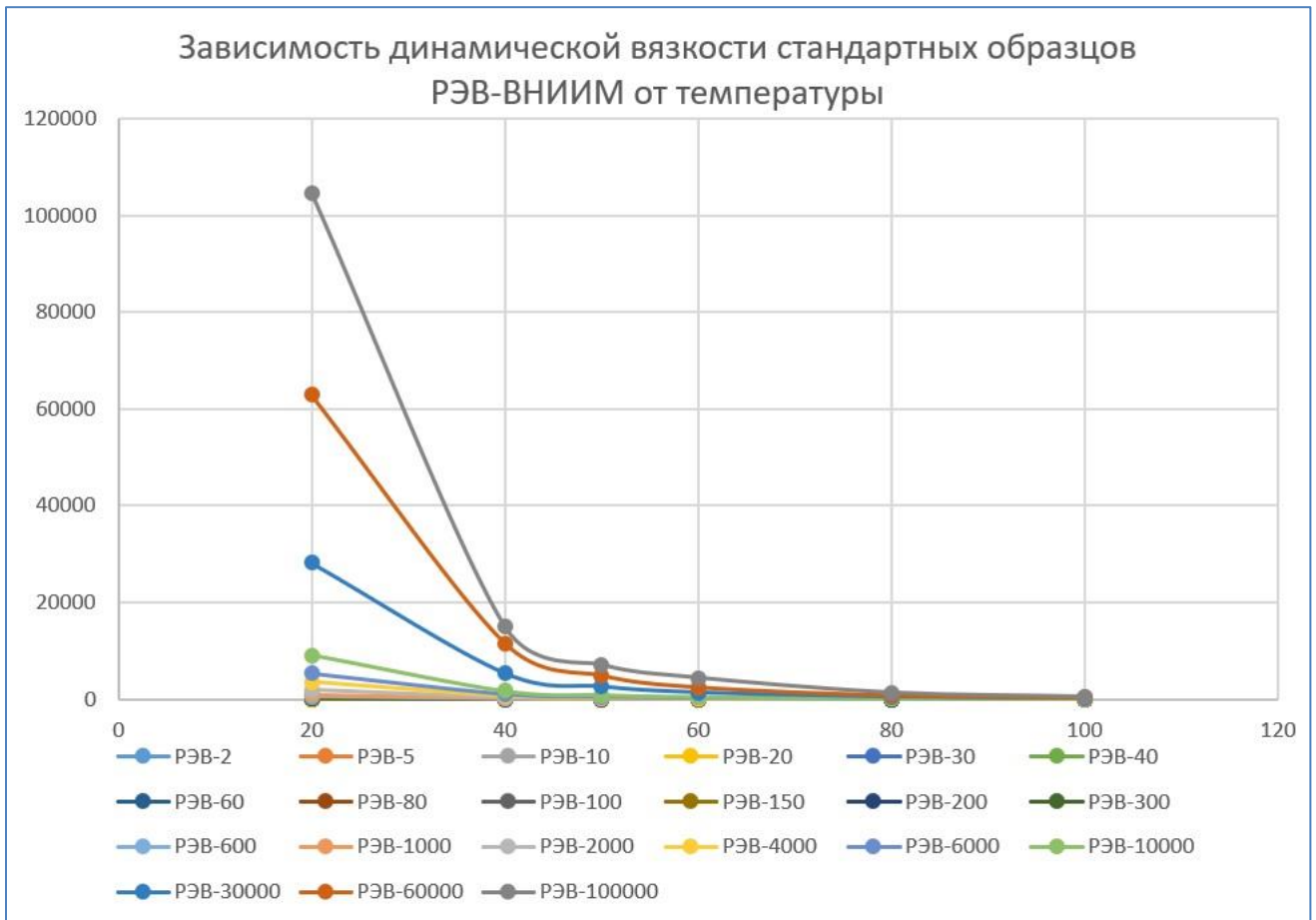


Рисунок Д1 – Зависимости динамической вязкости от температуры СО РЭВ, производимых ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

Таблица Д2 – Результаты измерений кинематической вязкости при различных температурах СО РЭВ, производимых ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

Индекс СО	Температура, °С						Экспоненциальная функция
	20	40	50	60	80	100	
РЭВ-2, п. 046	2,143	1,538	1,354	1,192	0,951	0,782	$v = 2,6236e^{-0,013T}$
РЭВ-5, п. 065	5,165	3,239	2,658	2,225	1,637	1,277	$v = 6,6514e^{-0,017T}$
РЭВ-10, п. 058	9,846	5,468	4,290	3,456	2,402	1,787	$v = 13,21e^{-0,021T}$
РЭВ-20, п. 078	20,39	9,605	7,113	5,394	3,482	2,466	$v = 27,999e^{-0,026T}$
РЭВ-30, п. 052	30,38	13,48	9,714	7,310	4,557	3,124	$v = 43,709e^{-0,028T}$
РЭВ-40, п. 020	43,86	17,43	12,31	9,094	5,496	3,684	$v = 63,811e^{-0,03T}$
РЭВ-60, п. 036	59,99	23,56	16,07	11,59	6,763	4,425	$v = 90,41e^{-0,032T}$
РЭВ-80, п. 019	82,61	30,79	20,70	15,01	8,268	5,261	$v = 129,19e^{-0,034T}$
РЭВ-100, п. 117	102,2	36,38	23,97	16,68	9,182	5,746	$v = 162,2e^{-0,035T}$
РЭВ-150, п. 006	152,5	50,55	32,20	21,84	11,51	7,020	$v = 248,2e^{-0,038T}$
РЭВ-200, п. 028	197,3	62,53	39,30	26,11	13,29	7,885	$v = 331,64e^{-0,04T}$
РЭВ-300, п. 049	304,8	90,00	54,88	35,71	17,48	10,05	$v = 529,24e^{-0,042T}$
РЭВ-600, п. 030	602,9	162,5	92,30	58,57	26,44	14,78	$v = 331,64e^{-0,04T}$
РЭВ-1000, п. 046	1049	256,7	144,2	86,96	37,8	19,91	$v = 2021,1e^{-0,049T}$
РЭВ-2000, п. 013	2100	467,2	253,2	148,0	60,37	29,69	$v = 4256,1e^{-0,052T}$
РЭВ-4000, п. 007	3927	826,5	433,6	245,8	95,44	45,36	$v = 8309,8e^{-0,055T}$
РЭВ-6000, п. 012	5973	1214	622,4	349,0	131,0	60,37	$v = 13029e^{-0,057T}$
РЭВ-10000, п. 020	9598	1892	959,4	527,2	191,5	85,05	$v = 22302e^{-0,059T}$
РЭВ-30000, п. 007	31460	5926	2898	1501	503,7	207,1	$v = 47519e^{-0,056T}$
РЭВ-60000, п. 005	62870	11550	5578	2806	881,5	364,1	$v = 77524e^{-0,054T}$
РЭВ-100000, п.005	116800	21320	10200	5055	1649	630,5	$v = 192212e^{-0,059T}$

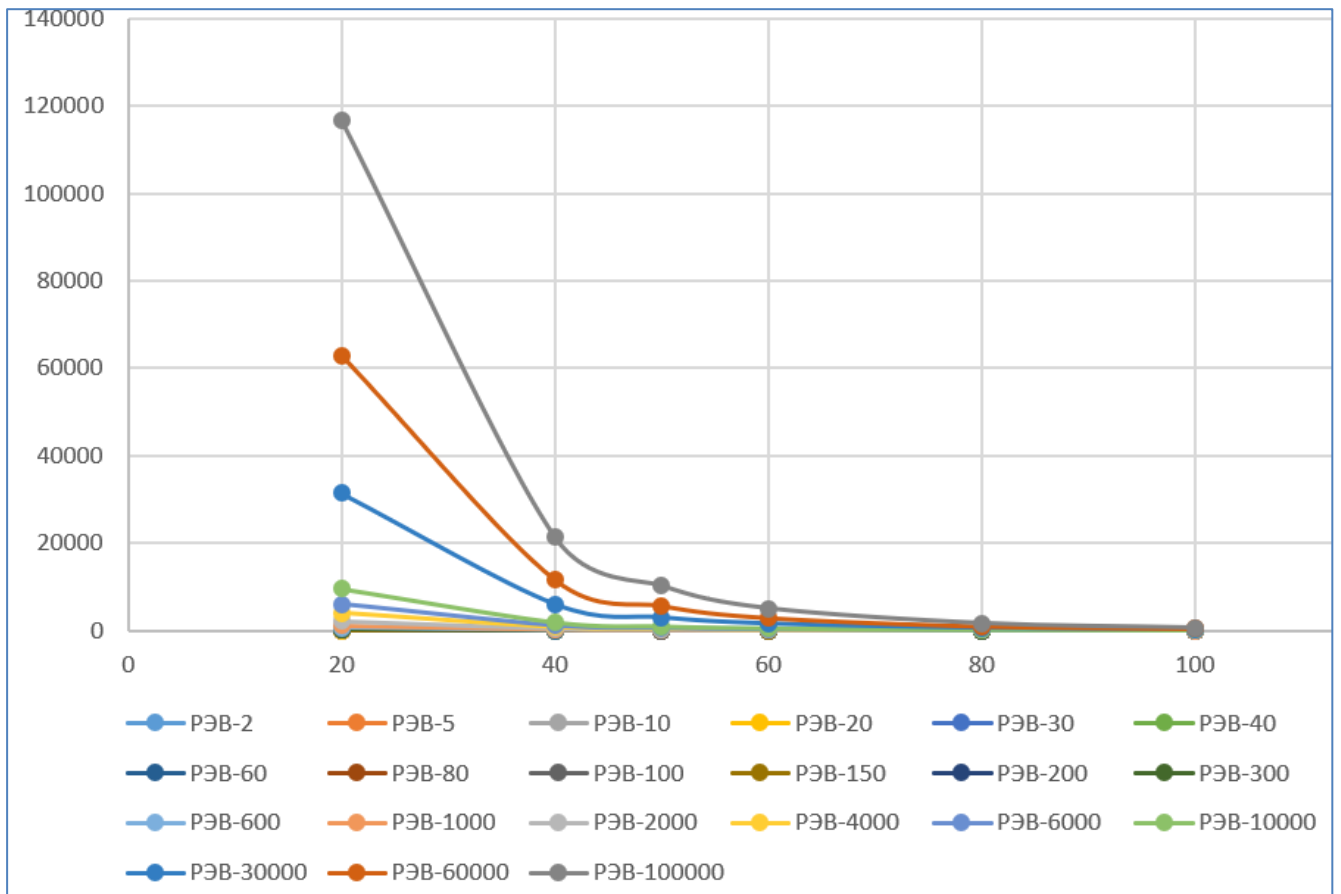


Рисунок Д2 – Зависимости кинематической вязкости от температуры СО РЭВ, производимых ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

Таблица Д3 – Результаты измерений плотности при различных температурах СО РЭВ, производимых ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

Индекс СО	Температура, °С						Экспоненциальная функция
	20	40	50	60	80	100	
РЭВ-2, п. 046	0,80198	0,78733	0,78012	0,77270	0,75770	0,74234	$\rho = -0,0007T + 0,8173$
РЭВ-5, п. 065	0,82820	0,81450	0,80730	0,80040	0,78650	0,77230	$\rho = -0,0007T + 0,8423$
РЭВ-10, п. 058	0,84280	0,82940	0,82260	0,81580	0,80210	0,78840	$\rho = -0,0007T + 0,8566$
РЭВ-20, п. 078	0,85705	0,84394	0,83740	0,83060	0,81730	0,80380	$\rho = -0,0007T + 0,8704$
РЭВ-30, п. 052	0,85729	0,84431	0,83783	0,83150	0,81820	0,80541	$\rho = -0,0007T + 0,8706$
РЭВ-40, п. 020	0,85940	0,84661	0,84020	0,83371	0,82082	0,80772	$\rho = -0,0006T + 0,8724$
РЭВ-60, п. 036	0,86276	0,85001	0,84370	0,83728	0,82440	0,81187	$\rho = -0,0006T + 0,8756$
РЭВ-80, п. 019	0,86840	0,85570	0,84941	0,84300	0,83001	0,81704	$\rho = -0,0006T + 0,8814$
РЭВ-100, п. 117	0,86851	0,85584	0,84944	0,84301	0,83102	0,81802	$\rho = -0,0006T + 0,8810$
РЭВ-150, п. 006	0,87433	0,86178	0,85582	0,84950	0,83658	0,82437	$\rho = -0,0006T + 0,8873$
РЭВ-200, п. 028	0,87826	0,86575	0,85953	0,85330	0,84080	0,82820	$\rho = -0,0006T + 0,8889$
РЭВ-300, п. 049	0,88174	0,86903	0,86322	0,85700	0,84450	0,83190	$\rho = -0,0006T + 0,8941$
РЭВ-600, п. 030	0,88700	0,87400	0,86710	0,86090	0,84800	0,83500	$\rho = -0,0006T + 0,8889$
РЭВ-1000, п. 046	0,89052	0,87830	0,87222	0,86612	0,85410	0,84198	$\rho = -0,0006T + 0,9011$
РЭВ-2000, п. 013	0,89285	0,88072	0,87352	0,86880	0,85680	0,84456	$\rho = -0,0006T + 0,9046$
РЭВ-4000, п. 007	0,89322	0,88167	0,87566	0,86976	0,85800	0,84625	$\rho = -0,0006T + 0,9050$
РЭВ-6000, п. 012	0,89441	0,88232	0,87632	0,87032	0,85855	0,84711	$\rho = -0,0006T + 0,9060$
РЭВ-10000, п. 020	0,89431	0,88282	0,87701	0,87140	0,85983	0,84844	$\rho = -0,0006T + 0,9049$
РЭВ-30000, п. 007	0,89580	0,88460	0,87903	0,87360	0,86230	0,85100	$\rho = -0,0006T + 0,9071$
РЭВ-60000, п. 005	0,89640	0,88570	0,87960	0,87400	0,86250	0,85180	$\rho = -0,0006T + 0,9074$
РЭВ-100000, п.005	0,89570	0,88520	0,87980	0,87450	0,86410	0,85380	$\rho = -0,0004T + 0,8971$

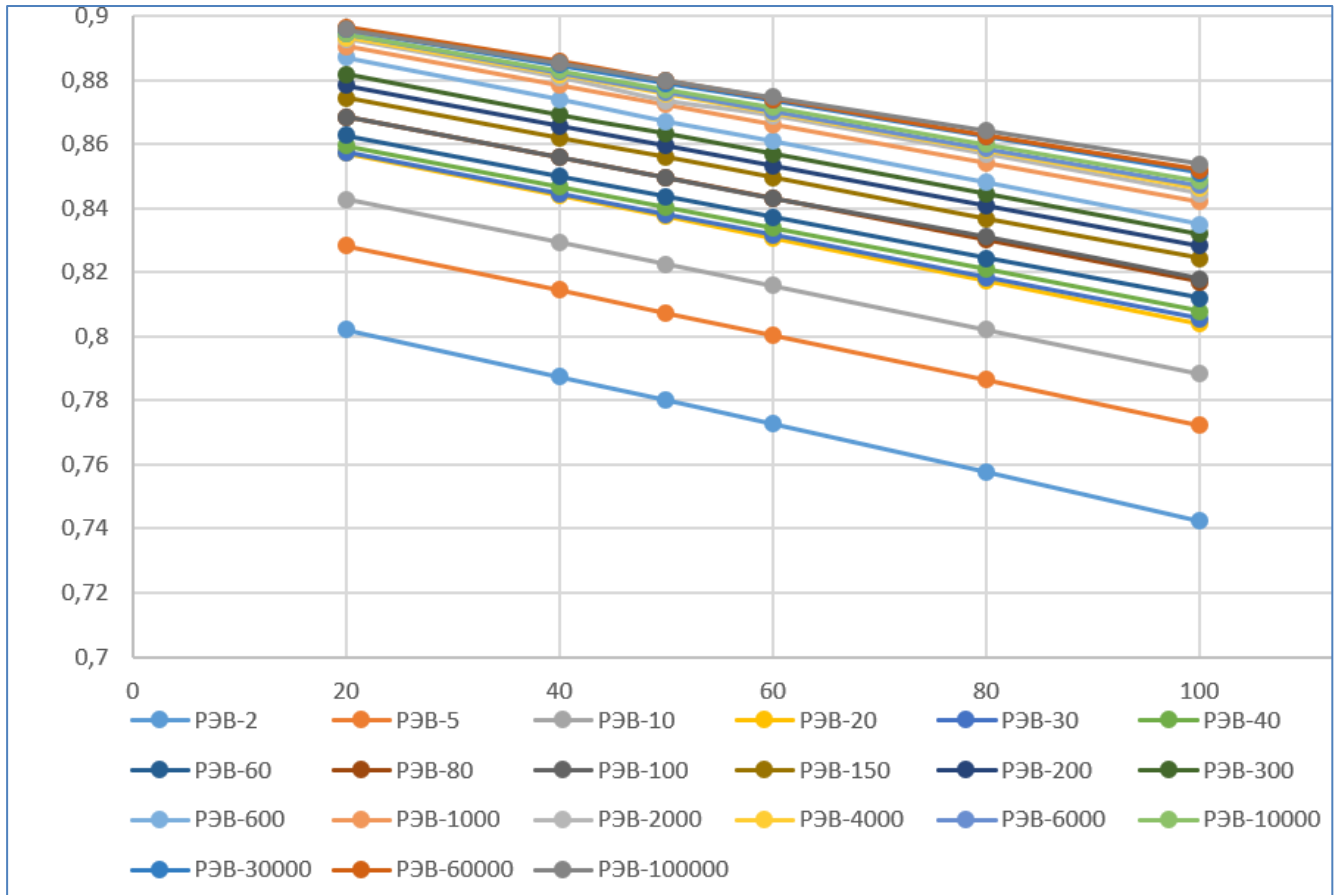


Рисунок Д3 – Зависимости плотности от температуры СО РЭВ, производимых ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

Таблица Д4 – Результаты измерений динамической вязкости при различных температурах новых низкотемпературных СО РЭВ

Наименование образца	Температура, °C / средние измеренные значения								Экспоненциальная функция
	$\Delta T = \pm 0,02$				$\Delta T = \pm 0,01$				
	-40,00	-35,00	-30,00	-25,00	-20,00	-15,00	-10,00	-5,00	
	Динамическая вязкость, мПа·с								
РЭВ-50-ВНИИИМ	6974	3759	2211	1359	867,1	571,7	388,7	270,8	$\eta = 150,9e^{-0,092T}$
РЭВ-100-ВНИИИМ	15220	7637	4324	2583	1601	1029	682,5	467,2	$\eta = 248,1e^{-0,098T}$
РЭВ-200-ВНИИИМ	30000	14640	7953	4562	2740	1710	1106	737,3	$\eta = 375,7e^{-0,105T}$
	Кинематическая вязкость, мм ² /с								
РЭВ-50-ВНИИИМ	8084	4374	2583	1159	1021	675,6	461,2	322,6	$\nu = 176,5e^{-0,090T}$
РЭВ-100-ВНИИИМ	17570	8846	5028	3015	1875	875,7	805,5	553,5	$\nu = 269,0e^{-0,100T}$
РЭВ-200-ВНИИИМ	34530	16920	9221	5308	3200	1459	1301	624,5	$\nu = 344,4e^{-0,112T}$
	Плотность, г/см ³								
РЭВ-50-ВНИИИМ	0,8627	0,8594	0,8561	0,8528	0,8495	0,8462	0,8429	0,8396	$\rho = -0,0006T + 0,8363$
РЭВ-100-ВНИИИМ	0,8665	0,8633	0,8601	0,8569	0,8537	0,8505	0,8473	0,8441	$\rho = -0,0006T + 0,8409$
РЭВ-200-ВНИИИМ	0,8687	0,8656	0,8625	0,8594	0,8563	0,8532	0,8501	0,8470	$\rho = -0,0006T + 0,8439$

Таблица Д5 – Результаты измерений динамической вязкости при различных температурах новых высокотемпературных СО РЭВ

Наименование образца	Температура, °C / средние измеренные значения						Экспоненциальная функция
	$\Delta T = \pm 0,01$			$\Delta T = \pm 0,05$			
	20,00	40,00	80,00	100,00	125,00	150,00	
	Динамическая вязкость, мПа·с						
РЭВ-10000-ВНИИИМ	9243	1821	175,4	77,04	34,15	18,37	$\eta = 13820e^{-0,048T}$
РЭВ-30000 -ВНИИИМ	28280	5194	491,9	242,5	74,52	35,51	$\eta = 47400e^{-0,051T}$
РЭВ-60000-ВНИИИМ	50560	9133	1378	279,7	108,7	52,09	$\eta = 96730e^{-0,053T}$
	Кинематическая вязкость, мм ² /с						
РЭВ-10000-ВНИИИМ	10340	2063	203,8	90,73	40,89	22,07	$\nu = 15310e^{-0,047T}$
РЭВ-30000 -ВНИИИМ	31530	5875	570,7	206,3	89,04	42,57	$\nu = 51240e^{-0,051T}$
РЭВ-60000-ВНИИИМ	56430	10320	1596	328,1	129,6	62,31	$\nu = 106950e^{-0,053T}$
	Плотность, г/см ³						
РЭВ-10000-ВНИИИМ	0,8939	0,8827	0,8603	0,8491	0,8351	0,8323	$\rho = -0,0005T + 0,9020$
РЭВ-30000 -ВНИИИМ	0,8952	0,8841	0,8619	0,8508	0,8369	0,8342	$\rho = -0,0005T + 0,9032$
РЭВ-60000-ВНИИИМ	0,8959	0,8850	0,8632	0,8523	0,8387	0,8360	$\rho = -0,0005T + 0,9037$

ПРИЛОЖЕНИЕ Ж
ДААННЫЕ ПО ОДНОРОДНОСТИ И СТАБИЛЬНОСТИ
ИССЛЕДОВАННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Таблица Е1 – Результаты исследования внутриэкземплярной однородности кинематической вязкости образцов РЭВ-50-ВНИИМ, РЭВ-100-ВНИИМ и РЭВ-200-ВНИИМ при $T=(-20,00 \pm 0,01) \text{ } ^\circ\text{C}$

Образец	Среднее арифметическое по всем результатам ($\bar{\nu}$), мм ² /с	Средний размах, мм ² /с, \bar{R}	Квадрат СКО средних измеренных значений по пробам, мм ² /с \overline{SS}_h	Стандартное отклонение измеренных значений, мм ² /с $S_e = a(J)\bar{R}$, $a(J) = 0,43$	Характеристика неоднородности, мм ² /с	Относительная стандартная неопределённость, обусловленная внутриэкземплярной неоднородностью, u_{rib}
РЭВ-50-ВНИИМ	1021	0,80	$1,96 \cdot 10^{-2}$	0,34	0,11	$1,12 \cdot 10^{-4}$
РЭВ-100-ВНИИМ	1874	1,47	$7,96 \cdot 10^{-2}$	0,63	0,21	$1,12 \cdot 10^{-4}$
РЭВ-200-ВНИИМ	3200	0,53	$1,26 \cdot 10^{-1}$	0,23	0,34	$1,06 \cdot 10^{-4}$

Таблица Е2 – Результаты исследования внутриэкземплярной однородности кинематической вязкости образцов РЭВ-10000-ВНИИМ, РЭВ-30000-ВНИИМ и РЭВ-60000-ВНИИМ при $T=(20,00 \pm 0,01) \text{ } ^\circ\text{C}$

Образец	Среднее арифметическое по всем результатам ($\bar{\nu}$), мм ² /с	Средний размах, мм ² /с, \bar{R}	Квадрат СКО средних измеренных значений по пробам, мм ² /с \overline{SS}_h	Стандартное отклонение измеренных значений, мм ² /с $S_e = a(J)\bar{R}$, $a(J) = 0,43$	Характеристика неоднородности, мм ² /с	Относительная стандартная неопределённость, обусловленная внутриэкземплярной неоднородностью, u_{rib}
РЭВ-10000-ВНИИМ	10340	4,67	6,81	2,01	2,45	$2,37 \cdot 10^{-4}$
РЭВ-30000-ВНИИМ	31530	35	9,69	15,1	5,02	$1,59 \cdot 10^{-4}$
РЭВ-60000-ВНИИМ	56430	8	4,32	3,44	6,39	$1,13 \cdot 10^{-4}$

Таблица Е3 – Результаты исследования внутриэкземплярной однородности плотности образцов РЭВ-50-ВНИИМ, РЭВ-100-ВНИИМ и РЭВ-200-ВНИИМ при $T=(-20,00 \pm 0,01) \text{ } ^\circ\text{C}$

Образец	Среднее арифметическое по всем результатам ($\bar{\rho}$), г/см ³	Средний размах, г/см ³ , \bar{R}	Квадрат СКО средних измеренных значений по пробам, г/см ³ \overline{SS}_h	Стандартное отклонение измеренных значений, г/см ³ $S_e = a(J)\bar{R}$, $a(J) = 0,43$	Характеристика неоднородности, г/см ³	Относительная стандартная неопределённость, обусловленная внутриэкземплярной неоднородностью, u_{rib}
РЭВ-50-ВНИИМ	0,8487	$6,67 \cdot 10^{-5}$	0	$2,87 \cdot 10^{-5}$	$9,6 \cdot 10^{-6}$	$1,13 \cdot 10^{-5}$
РЭВ-100-ВНИИМ	0,8537	0	0	0	0	0
РЭВ-200-ВНИИМ	0,8563	$3,33 \cdot 10^{-5}$	0	$1,43 \cdot 10^{-5}$	$4,8 \cdot 10^{-6}$	$0,56 \cdot 10^{-5}$

Таблица Е4 – Результаты исследования внутриэкземплярной однородности плотности образцов РЭВ-10000-ВНИИМ, РЭВ-30000-ВНИИМ и РЭВ-60000-ВНИИМ при $T=(20,00 \pm 0,01) \text{ } ^\circ\text{C}$

Образец	Среднее арифметическое по всем результатам ($\bar{\rho}$), г/см ³	Средний размах, г/см ³ , \bar{R}	Квадрат СКО средних измеренных значений по пробам, г/см ³ \overline{SS}_h	Стандартное отклонение измеренных значений, г/см ³ $S_e = a(J)\bar{R}$, $a(J) = 0,43$	Характеристика неоднородности, г/см ³	Относительная стандартная неопределённость, обусловленная внутриэкземплярной неоднородностью, u_{rib}
РЭВ-10000-ВНИИМ	0,8939	$3,33 \cdot 10^{-5}$	0	$1,43 \cdot 10^{-5}$	$4,8 \cdot 10^{-6}$	$0,54 \cdot 10^{-5}$
РЭВ-30000-ВНИИМ	0,8952	$3,33 \cdot 10^{-5}$	0	$1,43 \cdot 10^{-5}$	$4,8 \cdot 10^{-6}$	$0,54 \cdot 10^{-5}$
РЭВ-60000-ВНИИМ	0,8959	0	0	0	0	0

Таблица Е5 – Результаты исследования межэкземплярной однородности кинематической вязкости образцов РЭВ-50-ВНИИМ, РЭВ-100-ВНИИМ и РЭВ-200-ВНИИМ при $T=(-20,00 \pm 0,01) \text{ } ^\circ\text{C}$

Образец	Среднее арифметическое по всем результатам ($\bar{\nu}$), мм ² /с	Средний размах, мм ² /с, \bar{R}	Квадрат СКО средних измеренных значений по пробам, мм ² /с \overline{SS}_h	Стандартное отклонение измеренных значений, мм ² /с $S_e = a(J)\bar{R}$, $a(J) = 0,43$	Характеристика неоднородности, мм ² /с	Относительная стандартная неопределённость, обусловленная межэкземплярной неоднородностью, u_{rib}
РЭВ-50-ВНИИМ	1021	0,26	0,22	0,09	0,46	$4,54 \cdot 10^{-4}$
РЭВ-100-ВНИИМ	1874	0,88	0,69	0,30	0,82	$4,38 \cdot 10^{-4}$
РЭВ-200-ВНИИМ	3200	0,30	1,76	0,76	1,28	$4,01 \cdot 10^{-4}$

Таблица Е6 – Результаты исследования межэкземплярной однородности кинематической вязкости образцов РЭВ-10000-ВНИИМ, РЭВ-30000-ВНИИМ и РЭВ-60000-ВНИИМ при $T=(20,00 \pm 0,01) \text{ } ^\circ\text{C}$

Образец	Среднее арифметическое по всем результатам ($\bar{\nu}$), мм ² /с	Средний размах, мм ² /с, \bar{R}	Квадрат СКО средних измеренных значений по пробам, мм ² /с \overline{SS}_h	Стандартное отклонение измеренных значений, мм ² /с $S_e = a(J)\bar{R}$, $a(J) = 0,43$	Характеристика неоднородности, мм ² /с	Относительная стандартная неопределённость, обусловленная межэкземплярной неоднородностью, u_{rib}
РЭВ-10000-ВНИИМ	10340	3,6	27,9	12,0	4,0	$3,87 \cdot 10^{-4}$
РЭВ-30000-ВНИИМ	31530	3,4	77,2	33,2	11,1	$3,51 \cdot 10^{-4}$
РЭВ-60000-ВНИИМ	56430	5,0	146,6	63,0	21,0	$3,72 \cdot 10^{-4}$

Таблица Е7 – Результаты исследования долговременной стабильности материалов образцов РЭВ-50-ВНИИМ, РЭВ-100-ВНИИМ и РЭВ-200-ВНИИМ при $T=(-20,00 \pm 0,01) \text{ } ^\circ\text{C}$

Образец	Отрезок, отсекаемый на оси координат, b_0	Наклон, b_1	Оценка относительного стандартного отклонения, $s(b_1)$	Относительная стандартная неопределённость, обусловленная нестабильностью материала CO_2 , u_{rts}
РЭВ-50-ВНИИМ	1021	0,01	$2,93 \cdot 10^{-5}$	$3,51 \cdot 10^{-4}$
РЭВ-100-ВНИИМ	1867	1,67	$2,76 \cdot 10^{-5}$	$3,32 \cdot 10^{-4}$
РЭВ-200-ВНИИМ	3204	-0,95	$3,05 \cdot 10^{-5}$	$3,66 \cdot 10^{-4}$

Таблица Е7 – Результаты исследования долговременной стабильности материалов образцов РЭВ-50-ВНИИМ, РЭВ-100-ВНИИМ и РЭВ-200-ВНИИМ при $T=(-20,00 \pm 0,01) \text{ } ^\circ\text{C}$

Образец	Отрезок, отсекаемый на оси координат, b_0	Наклон, b_1	Оценка относительного стандартного отклонения, $s(b_1)$	Относительная стандартная неопределённость, обусловленная нестабильностью материала CO_2 , u_{rts}
РЭВ-50-ВНИИМ	10335	0,07	$3,66 \cdot 10^{-5}$	$4,41 \cdot 10^{-4}$
РЭВ-100-ВНИИМ	31310	4,8	$3,47 \cdot 10^{-5}$	$4,20 \cdot 10^{-4}$
РЭВ-200-ВНИИМ	56500	3,0	$3,93 \cdot 10^{-5}$	$4,72 \cdot 10^{-4}$

ПРИЛОЖЕНИЕ И
ПРОЕКТЫ ОПИСАНИЯ ТИПА
НА РАЗРАБОТАННЫЕ СО РЭВ-ВНИИМ

ОПИСАНИЕ ТИПА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА

**СТАНДАРТНЫЙ ОБРАЗЕЦ
ВЯЗКОСТИ ЖИДКОСТИ (РЭВ-ВНИИМ-50)
ГСО _____-201_**

Назначение стандартного образца: поверка, калибровка, градуировка средств измерений, а также контроль метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа, аттестация методик (методов) измерений, контроль точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) измерений в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

Область применения, где преимущественно могут использоваться стандартные образцы: химическая, нефтедобывающая и нефтеперерабатывающая промышленность при проведении контроля качества нефтепродуктов.

Описание стандартного образца: материал стандартного образца представляет собой 1-децен (CAS 68037-01-4), разлитый в стеклянные или полимерные флаконы с этикеткой номинальной вместимостью 50, 100, 250 или 500 см³.

Форма выпуска: серийное производство периодически повторяющимися партиями.

Метрологические характеристики:

Аттестуемые характеристики – динамическая вязкость, мПа·с; кинематическая вязкость, мм²/с; плотность, г/см³.

Таблица – Нормированные метрологические характеристики

Индекс стандартного образца	Аттестуемая характеристика	Температура, °С / интервал допускаемых аттестованных значений							
		$\Delta T = \pm 0,02$				$\Delta T = \pm 0,01$			
		-40,00	-35,00	-30,00	-25,00	-20,00	-15,00	-10,00	-5,00
РЭВ-ВНИИМ-50	Кинематическая вязкость, мм ² /с	6870 – 9300	3715 – 5035	2195 – 2975	985 – 1335	865 – 1200	574 – 777	392 – 530	274 – 370
	Динамическая вязкость, мПа·с	5930 – 8020	3195 – 4325	1875 – 2545	1155 – 1565	735 – 1000	485 – 657	330 – 450	230 – 315
	Плотность, г/см ³	0,87 – 0,85				0,85 – 0,82			
Относительная расширенная неопределённость аттестованных значений динамической и кинематической вязкости (U_{Rv})*, k=2, %		0,4				0,3			
Расширенная неопределённость аттестованного значения плотности (U_{ρ})**, г/см ³		0,0005							

*Соответствует границам относительной погрешности, $\pm\delta$, % (P=0,95).

**Соответствует границам абсолютной погрешности, $\pm\Delta$, г/см³ (P=0,95).

Срок годности экземпляра: 1 год.

Знак утверждения типа: наносится печатным способом в правом верхнем углу первого листа паспорта и в правом верхнем углу этикетки стандартного образца.

Комплектность стандартного образца: экземпляр стандартного образца снабжен этикеткой и паспортом стандартного образца, оформленными по ГОСТ Р 8.691-2010 «Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы материалов (веществ). Содержание паспортов и этикеток».

Документы, устанавливающие требования к стандартному образцу:**1. Наименование и обозначение технической документации, по которой выпущен (будет выпускаться) стандартный образец:**

- «Стандартные образцы вязкости жидкости. Техническое задание», утвержденное ФГУП «ВНИИМ им. Менделеева» в 2018 г.;
- ТУ 4381-053-02566450-2019 «Стандартные образцы вязкости жидкости. Технические условия», утвержденные ФГУП «ВНИИМ им. Менделеева» в 2018 г.

2. Документы, определяющие применение стандартного образца на методики (методы) измерений (испытаний):

ГОСТ 33-2016 Нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости. Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости;

ГОСТ 33111-2014 Масла моторные. Метод определения кажущейся вязкости в интервале температур от минус 5 °С до минус 35 °С с использованием имитатора холодной прокрутки;

ГОСТ 33768-2015. Метод определения кинематической вязкости и расчет динамической вязкости прозрачных и непрозрачных жидкостей;

ГОСТ Р 53708-2009. Нефтепродукты. Жидкости прозрачные и непрозрачные. Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости;

ASTM D 5293 Standard test method for apparent viscosity of engine oils and base stocks between minus 5 °C and minus 35 °C using cold-cranking simulator.

- другие документы:

ГОСТ 8.025-96 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений вязкости жидкостей;

МП 2302-0100-2017 Имитаторы холодной прокрутки двигателя модификаций CCS-2100, CCS-2100LT. Методика поверки и др.

3. Периодичность актуализации технической документации на стандартный образец: один раз в пять лет.

Номер экземпляра (партии), дата выпуска: представлена в целях утверждения типа стандартного образца партия № 002, выпущенная 10.07.2019 г.

Изготовитель: Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), 190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19. ИНН 7809022120.

Заявитель: Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), 190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19.

Испытательный центр: Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), 190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19. Аттестат аккредитации в области обеспечения единства измерений № RA.RU.310494.

ОПИСАНИЕ ТИПА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА

**СТАНДАРТНЫЙ ОБРАЗЕЦ
ВЯЗКОСТИ ЖИДКОСТИ (РЭВ-ВНИИМ-100)
ГСО _____-201_**

Назначение стандартного образца: поверка, калибровка, градуировка средств измерений, а также контроль метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа, аттестация методик (методов) измерений, контроль точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) измерений в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

Область применения, где преимущественно могут использоваться стандартные образцы: химическая, нефтедобывающая и нефтеперерабатывающая промышленность при проведении контроля качества нефтепродуктов.

Описание стандартного образца: материал стандартного образца представляет собой 1-децен (CAS 68037-01-4), разлитый в стеклянные или полимерные флаконы с этикеткой номинальной вместимостью 50, 100, 250 или 500 см³.

Форма выпуска: серийное производство периодически повторяющимися партиями.

Метрологические характеристики:

Аттестуемые характеристики – динамическая вязкость, мПа·с; кинематическая вязкость, мм²/с; плотность, г/см³.

Таблица – Нормированные метрологические характеристики

Индекс стандартного образца	Аттестуемая характеристика	Температура, °C / интервал допускаемых аттестованных значений							
		$\Delta T = \pm 0,02$				$\Delta T = \pm 0,01$			
		-40,00	-35,00	-30,00	-25,00	-20,00	-15,00	-10,00	-5,00
РЭВ-ВНИИМ-100	Кинематическая вязкость, мм ² /с	14930 – 20210	7515 – 1025	4270 – 5780	2560 – 3470	1590 – 2160	740 – 1010	685 – 925	470 – 640
	Динамическая вязкость, мПа·с	12930 – 17500	6490 – 8780	3675 – 4975	2195 – 2975	1360 – 1840	870 – 1180	580 – 790	395 – 545
	Плотность, г/см ³	0,87 – 0,85				0,85 – 0,83			
Относительная расширенная неопределённость аттестованных значений динамической и кинематической вязкости (U_{Rv})*, $k=2$, %		0,4				0,3			
Расширенная неопределённость аттестованного значения плотности (U_{ρ})**, г/см ³		0,0005							

*Соответствует границам относительной погрешности, $\pm\delta$, % (P=0,95).

**Соответствует границам абсолютной погрешности, $\pm\Delta$, г/см³ (P=0,95).

Срок годности экземпляра: 1 год.

Знак утверждения типа: наносится печатным способом в правом верхнем углу первого листа паспорта и в правом верхнем углу этикетки стандартного образца.

Комплектность стандартного образца: экземпляр стандартного образца снабжен этикеткой и паспортом стандартного образца, оформленными по ГОСТ Р 8.691-2010 «Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы материалов (веществ). Содержание паспортов и этикеток».

Документы, устанавливающие требования к стандартному образцу:**1. Наименование и обозначение технической документации, по которой выпущен (будет выпускаться) стандартный образец:**

- «Стандартные образцы вязкости жидкости. Техническое задание», утвержденное ФГУП «ВНИИМ им. Менделеева» в 2018 г.;
- ТУ 4381-053-02566450-2019 «Стандартные образцы вязкости жидкости. Технические условия», утвержденные ФГУП «ВНИИМ им. Менделеева» в 2019 г.

2. Документы, определяющие применение стандартного образца на методики (методы) измерений (испытаний):

ГОСТ 33-2016 Нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости. Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости;

ГОСТ 33111-2014 Масла моторные. Метод определения кажущейся вязкости в интервале температур от минус 5 °С до минус 35 °С с использованием имитатора холодной прокрутки;

ГОСТ 33768-2015. Метод определения кинематической вязкости и расчет динамической вязкости прозрачных и непрозрачных жидкостей;

ГОСТ Р 53708-2009. Нефтепродукты. Жидкости прозрачные и непрозрачные. Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости;

ASTM D 5293 Standard test method for apparent viscosity of engine oils and base stocks between minus 5 °C and minus 35 °C using cold-cranking simulator.

- другие документы:

ГОСТ 8.025-96 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений вязкости жидкостей;

МП 2302-0100-2017 Имитаторы холодной прокрутки двигателя модификаций CCS-2100, CCS-2100LT. Методика поверки и др.

3. Периодичность актуализации технической документации на стандартный образец: один раз в пять лет.

Номер экземпляра (партии), дата выпуска: представлена в целях утверждения типа стандартного образца партия № 002, выпущенная 10.07.2019 г.

Изготовитель: Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), 190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19. ИНН 7809022120.

Заявитель: Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), 190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19.

Испытательный центр: Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), 190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19. Аттестат аккредитации в области обеспечения единства измерений № RA.RU.310494.

ОПИСАНИЕ ТИПА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА

**СТАНДАРТНЫЙ ОБРАЗЕЦ
ВЯЗКОСТИ ЖИДКОСТИ (РЭВ-ВНИИМ-200)
ГСО _____-201_**

Назначение стандартного образца: поверка, калибровка, градуировка средств измерений, а также контроль метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа, аттестация методик (методов) измерений, контроль точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) измерений в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

Область применения, где преимущественно могут использоваться стандартные образцы: химическая, нефтедобывающая и нефтеперерабатывающая промышленность при проведении контроля качества нефтепродуктов.

Описание стандартного образца: материал стандартного образца представляет собой 1-децен (CAS 68037-01-4), разлитый в стеклянные или полимерные флаконы с этикеткой номинальной вместимостью 50, 100, 250 или 500 см³.

Форма выпуска: серийное производство периодически повторяющимися партиями.

Метрологические характеристики:

Аттестуемые характеристики – динамическая вязкость, мПа·с; кинематическая вязкость, мм²/с; плотность, г/см³.

Таблица – Нормированные метрологические характеристики

Индекс стандартного образца	Аттестуемая характеристика	Температура, °C / интервал допускаемых аттестованных значений							
		$\Delta T = \pm 0,02$				$\Delta T = \pm 0,01$			
		-40,00	-35,00	-30,00	-25,00	-20,00	-15,00	-10,00	-5,00
РЭВ-ВНИИМ-200	Кинематическая вязкость, мм ² /с	29350 – 39710	14380 – 19460	7835 – 10605	4510 – 6105	2720 – 3680	1240 – 1680	1105 – 1495	530 – 720
	Динамическая вязкость, мПа·с	25500 – 34500	12445 – 16835	6760 – 9140	3875 – 5242	2330 – 3150	1450 – 1970	935 – 1270	625 – 850
	Плотность, г/см ³	0,87 – 0,85				0,85 – 0,83			
Относительная расширенная неопределённость аттестованных значений динамической и кинематической вязкости (U_{Rv})*, $k=2$, %		0,4				0,3			
Расширенная неопределённость аттестованного значения плотности (U_{ρ})**, г/см ³		0,0005							

*Соответствует границам относительной погрешности, $\pm\delta$, % (P=0,95).

**Соответствует границам абсолютной погрешности, $\pm\Delta$, г/см³ (P=0,95).

Срок годности экземпляра: 1 год.

Знак утверждения типа: наносится печатным способом в правом верхнем углу первого листа паспорта и в правом верхнем углу этикетки стандартного образца.

Комплектность стандартного образца: экземпляр стандартного образца снабжен этикеткой и паспортом стандартного образца, оформленными по ГОСТ Р 8.691-2010 «Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы материалов (веществ). Содержание паспортов и этикеток».

Документы, устанавливающие требования к стандартному образцу:

4. Наименование и обозначение технической документации, по которой выпущен (будет выпускаться) стандартный образец:

- «Стандартные образцы вязкости жидкости. Техническое задание», утвержденное ФГУП «ВНИИМ им. Менделеева» в 2018 г.;
- ТУ 4381-053-02566450-2019 «Стандартные образцы вязкости жидкости. Технические условия», утвержденные ФГУП «ВНИИМ им. Менделеева» в 2018 г.

5. Документы, определяющие применение стандартного образца: на методики (методы) измерений (испытаний):

ГОСТ 33-2016 Нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости. Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости;

ГОСТ 33111-2014 Масла моторные. Метод определения кажущейся вязкости в интервале температур от минус 5 °С до минус 35 °С с использованием имитатора холодной прокрутки;

ГОСТ 33768-2015. Метод определения кинематической вязкости и расчет динамической вязкости прозрачных и непрозрачных жидкостей;

ГОСТ Р 53708-2009. Нефтепродукты. Жидкости прозрачные и непрозрачные. Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости;

ASTM D 5293 Standard test method for apparent viscosity of engine oils and base stocks between minus 5 °C and minus 35 °C using cold-cranking simulator.

- другие документы:

ГОСТ 8.025-96 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений вязкости жидкостей;

МП 2302-0100-2017 Имитаторы холодной прокрутки двигателя модификаций CCS-2100, CCS-2100LT. Методика поверки и др.

6. Периодичность актуализации технической документации на стандартный образец: один раз в пять лет.

Номер экземпляра (партии), дата выпуска: представлена в целях утверждения типа стандартного образца партия № 002, выпущенная 10.07.2019 г.

Изготовитель: Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), 190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19. ИНН 7809022120.

Заявитель: Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), 190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19.

Испытательный центр: Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), 190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19. Аттестат аккредитации в области обеспечения единства измерений № RA.RU.310494.

ОПИСАНИЕ ТИПА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА

**СТАНДАРТНЫЙ ОБРАЗЕЦ
ВЯЗКОСТИ ЖИДКОСТИ (РЭВ-ВНИИМ-10000)
ГСО _____-201_**

Назначение стандартного образца: поверка, калибровка, градуировка средств измерений, а также контроль метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа, аттестация методик (методов) измерений, контроль точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) измерений в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

Область применения, где преимущественно могут использоваться стандартные образцы: химическая, нефтедобывающая и нефтеперерабатывающая промышленность при проведении контроля качества нефтепродуктов.

Описание стандартного образца: материал стандартного образца представляет собой смесь авиационного масла МС-20 по ГОСТ 2173-76 и октола по ТУ 38.001179-74, разлитую в стеклянные или полимерные флаконы с этикеткой номинальной вместимостью 50, 100, 250 или 500 см³.

Форма выпуска: серийное производство периодически повторяющимися партиями.

Метрологические характеристики:

Аттестуемые характеристики – динамическая вязкость, мПа·с; кинематическая вязкость, мм²/с; плотность, г/см³.

Таблица – Нормированные метрологические характеристики

Индекс стандартного образца	Аттестуемая характеристика	Температура, °С / интервал допускаемых аттестованных значений					
		$\Delta T = \pm 0,01$				$\Delta T = \pm 0,05$	
		20,00	40,00	80,00	100,00	125,00	150,00
РЭВ-ВНИИМ-10000	Кинематическая вязкость, мм ² /с	8790 – 11890	1750 – 2370	173 – 235	77 – 105	34 – 47	18 – 26
	Динамическая вязкость, мПа·с	7855 – 10635	1545 – 2095	149 – 202	65 – 89	29 – 40	15 – 22
	Плотность, г/см ³	0,89 – 0,81					
Относительная расширенная неопределённость аттестованных значений динамической и кинематической вязкости (U_{Rv})*, k=2, %		0,2				0,3	
Расширенная неопределённость аттестованного значения плотности (U_{ρ})**, г/см ³		0,0002					

*Соответствует границам относительной погрешности, $\pm\delta$, % (P=0,95).

**Соответствует границам абсолютной погрешности, $\pm\Delta$, г/см³ (P=0,95).

Срок годности экземпляра: 1 год.

Знак утверждения типа: наносится печатным способом в правом верхнем углу первого листа паспорта и в правом верхнем углу этикетки стандартного образца.

Комплектность стандартного образца: экземпляр стандартного образца снабжен этикеткой и паспортом стандартного образца, оформленными по ГОСТ Р 8.691-2010 «Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы материалов (веществ). Содержание паспортов и этикеток».

Документы, устанавливающие требования к стандартному образцу:

7. Наименование и обозначение технической документации, по которой выпущен (будет выпускаться) стандартный образец:

- «Стандартные образцы вязкости жидкости. Техническое задание», утвержденное ФГУП «ВНИИМ им. Менделеева» в 2018 г.;

- ТУ 4381-053-02566450-2019 «Стандартные образцы вязкости жидкости. Технические условия», утвержденные ФГУП «ВНИИМ им. Менделеева» в 2018 г.

**8. Документы, определяющие применение стандартного образца:
на методики (методы) измерений (испытаний):**

ГОСТ 33-2016 Нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости. Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости;

ГОСТ 33768-2015. Метод определения кинематической вязкости и расчет динамической вязкости прозрачных и непрозрачных жидкостей;

ГОСТ Р 53708-2009. Нефтепродукты. Жидкости прозрачные и непрозрачные. Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости;

- другие документы:

ГОСТ 8.025-96 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений вязкости жидкостей и др.

9. Периодичность актуализации технической документации на стандартный образец: один раз в пять лет.

Номер экземпляра (партии), дата выпуска: представлена в целях утверждения типа стандартного образца партия № 002, выпущенная 05.07.2019 г.

Изготовитель: Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), 190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19. ИНН 7809022120.

Заявитель: Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), 190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19.

Испытательный центр: Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), 190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19. Аттестат аккредитации в области обеспечения единства измерений № RA.RU.310494.

ОПИСАНИЕ ТИПА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА

**СТАНДАРТНЫЙ ОБРАЗЕЦ
ВЯЗКОСТИ ЖИДКОСТИ (РЭВ-ВНИИМ-30000)
ГСО _____-201_**

Назначение стандартного образца: поверка, калибровка, градуировка средств измерений, а также контроль метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа, аттестация методик (методов) измерений, контроль точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) измерений в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

Область применения, где преимущественно могут использоваться стандартные образцы: химическая, нефтедобывающая и нефтеперерабатывающая промышленность при проведении контроля качества нефтепродуктов.

Описание стандартного образца: материал стандартного образца представляет собой смесь авиационного масла МС-20 по ГОСТ 2173-76 и октола по ТУ 38.001179-74, разлитую в стеклянные или полимерные флаконы с этикеткой номинальной вместимостью 50, 100, 250 или 500 см³.

Форма выпуска: серийное производство периодически повторяющимися партиями.

Метрологические характеристики:

Аттестуемые характеристики – динамическая вязкость, мПа·с; кинематическая вязкость, мм²/с; плотность, г/см³.

Таблица – Нормированные метрологические характеристики

Индекс стандартного образца	Аттестуемая характеристика	Температура, °С / интервал допускаемых аттестованных значений					
		$\Delta T = \pm 0,01$			$\Delta T = \pm 0,05$		
		20,00	40,00	80,00	100,00	125,00	150,00
РЭВ-ВНИИМ-30000	Кинематическая вязкость, мм ² /с	26800 – 36260	4990 – 6760	485 – 655	175 – 238	75 – 102	36 – 49
	Динамическая вязкость, мПа·с	24040 – 32520	4410 – 5980	415 – 565	206 – 280	63 – 86	30 – 41
	Плотность, г/см ³	0,89 – 0,81					
Относительная расширенная неопределённость аттестованных значений динамической и кинематической вязкости (U_{Rv})*, $k=2$, %		0,2			0,3		
Расширенная неопределённость аттестованного значения плотности (U_{ρ})**, г/см ³		0,0002					

*Соответствует границам относительной погрешности, $\pm\delta$, % (P=0,95).

**Соответствует границам абсолютной погрешности, $\pm\Delta$, г/см³ (P=0,95).

Срок годности экземпляра: 1 год.

Знак утверждения типа: наносится печатным способом в правом верхнем углу первого листа паспорта и в правом верхнем углу этикетки стандартного образца.

Комплектность стандартного образца: экземпляр стандартного образца снабжен этикеткой и паспортом стандартного образца, оформленными по ГОСТ Р 8.691-2010 «Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы материалов (веществ). Содержание паспортов и этикеток».

Документы, устанавливающие требования к стандартному образцу:

10. Наименование и обозначение технической документации, по которой выпущен (будет выпускаться) стандартный образец:

- «Стандартные образцы вязкости жидкости. Техническое задание», утвержденное ФГУП «ВНИИМ им. Менделеева» в 2018 г.;
- ТУ 4381-053-02566450-2019 «Стандартные образцы вязкости жидкости. Технические условия», утвержденные ФГУП «ВНИИМ им. Менделеева» в 2018 г.

11. Документы, определяющие применение стандартного образца: на методики (методы) измерений (испытаний):

ГОСТ 33-2016 Нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости. Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости;

ГОСТ 33768-2015. Метод определения кинематической вязкости и расчет динамической вязкости прозрачных и непрозрачных жидкостей;

ГОСТ Р 53708-2009. Нефтепродукты. Жидкости прозрачные и непрозрачные. Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости;

- другие документы:

ГОСТ 8.025-96 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений вязкости жидкостей и др.

12. Периодичность актуализации технической документации на стандартный образец:
один раз в пять лет.

Номер экземпляра (партии), дата выпуска: представлена в целях утверждения типа стандартного образца партия № 002, выпущенная 05.07.2019 г.

Изготовитель: Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), 190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19. ИНН 7809022120.

Заявитель: Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), 190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19.

Испытательный центр: Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), 190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19. Аттестат аккредитации в области обеспечения единства измерений № RA.RU.310494.

ОПИСАНИЕ ТИПА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА

**СТАНДАРТНЫЙ ОБРАЗЕЦ
ВЯЗКОСТИ ЖИДКОСТИ (РЭВ-ВНИИМ-60000)
ГСО _____-201_**

Назначение стандартного образца: поверка, калибровка, градуировка средств измерений, а также контроль метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа, аттестация методик (методов) измерений, контроль точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) измерений в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

Область применения, где преимущественно могут использоваться стандартные образцы: химическая, нефтедобывающая и нефтеперерабатывающая промышленность при проведении контроля качества нефтепродуктов.

Описание стандартного образца: материал стандартного образца представляет собой смесь авиационного масла МС-20 по ГОСТ 2173-76 и октола по ТУ 38.001179-74, разлитую в стеклянные или полимерные флаконы с этикеткой номинальной вместимостью 50, 100, 250 или 500 см³.

Форма выпуска: серийное производство периодически повторяющимися партиями.

Метрологические характеристики:

Аттестуемые характеристики – динамическая вязкость, мПа·с; кинематическая вязкость, мм²/с; плотность, г/см³.

Таблица – Нормированные метрологические характеристики

Индекс стандартного образца	Аттестуемая характеристика	Температура, °С / интервал допускаемых аттестованных значений					
		$\Delta T = \pm 0,01$			$\Delta T = \pm 0,05$		
		20,00	40,00	80,00	100,00	125,00	150,00
РЭВ-ВНИИМ-60000	Кинематическая вязкость, мм ² /с	47960 – 64900	8770 – 11870	1355 – 1835	278 – 378	110 – 150	52 – 72
	Динамическая вязкость, мПа·с	42970 – 58140	7760 – 10500	1170 – 1580	237 – 322	92 – 125	44 – 60
	Плотность, г/см ³	0,89 – 0,81					
Относительная расширенная неопределённость аттестованных значений динамической и кинематической вязкости (U_{Rv})*, $k=2$, %		0,2			0,3		
Расширенная неопределённость аттестованного значения плотности (U_{ρ})**, г/см ³		0,0002					

*Соответствует границам относительной погрешности, $\pm\delta$, % (P=0,95).

**Соответствует границам абсолютной погрешности, $\pm\Delta$, г/см³ (P=0,95).

Срок годности экземпляра: 1 год.

Знак утверждения типа: наносится печатным способом в правом верхнем углу первого листа паспорта и в правом верхнем углу этикетки стандартного образца.

Комплектность стандартного образца: экземпляр стандартного образца снабжен этикеткой и паспортом стандартного образца, оформленными по ГОСТ Р 8.691-2010 «Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы материалов (веществ). Содержание паспортов и этикеток».

Документы, устанавливающие требования к стандартному образцу:

13. Наименование и обозначение технической документации, по которой выпущен (будет выпускаться) стандартный образец:

- «Стандартные образцы вязкости жидкости. Техническое задание», утвержденное ФГУП «ВНИИМ им. Менделеева» в 2018 г.;
- ТУ 4381-053-02566450-2019 «Стандартные образцы вязкости жидкости. Технические условия», утвержденные ФГУП «ВНИИМ им. Менделеева» в 2018 г.

14. Документы, определяющие применение стандартного образца: на методики (методы) измерений (испытаний):

ГОСТ 33-2016 Нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости. Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости;

ГОСТ 33768-2015. Метод определения кинематической вязкости и расчет динамической вязкости прозрачных и непрозрачных жидкостей;

ГОСТ Р 53708-2009. Нефтепродукты. Жидкости прозрачные и непрозрачные. Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости;

- другие документы:

ГОСТ 8.025-96 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений вязкости жидкостей и др.

15. Периодичность актуализации технической документации на стандартный образец:
один раз в пять лет.

Номер экземпляра (партии), дата выпуска: представлена в целях утверждения типа стандартного образца партия № 002, выпущенная 05.07.2019 г.

Изготовитель: Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), 190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19. ИНН 7809022120.

Заявитель: Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), 190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19.

Испытательный центр: Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), 190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19. Аттестат аккредитации в области обеспечения единства измерений № RA.RU.310494.