

СҰЙЫҚТЫҚТЫҢ КИНЕМАТИКАЛЫҚ ТҰТҚЫРЛЫҒЫН ӨЛШЕУ САЛАСЫНДАҒЫ ЕКІ ЖАҚТЫ ПИЛОТТЫҚ САЛЫСТЫРУЛАР

АНДАТПА

Бұл мақалада "Қазақстан стандарттау және метрология институты" РМК (КазСтандарт) мемлекеттік метрологиялық мекемелердің (КООМЕТ) Еуро-Азиялық ынтымақтастығы шеңберінде қатысқан салыстыру нәтижелері қаралды. Мақалада ҚазСтандарт пен Өзбек ұлттық метрология институты (УзНИМ) арасындағы сұйықтықтың кинематикалық тұтқырлығының мемлекеттік эталондарының екі жақты пилоттық салыстыруларын ұйымдастыру талқыланады, онда ҚазСтандарт пилоттық зертхана рөлін атқарды. Салыстырудың негізгі мақсаты-тұтқырлық стандарттарының дәлдігі мен халықаралық қадағалануын растау.

Тұтқырлық маңызды физикалық сипаттама ретінде әр түрлі салаларда өлшенеді. Мақалада кинематикалық тұтқырлықты өлшеу әдістері қарастырылады, Мұнда негізгі әдістердің бірі капиллярлық вискозиметрия болып табылады. Бұл әдіс тұтқырлықты калибрленген капилляр арқылы сұйықтықтың стандартталған көлемінің аяқталу ұзақтығы арқылы өлшеуге мүмкіндік береді.

ҚазСтандарт кинематикалық тұтқырлықтың мемлекеттік эталонына ие бола отырып, жаһандық деңгейде өлшеулердің біркелкілігі мен дәлдігін қамтамасыз ету үшін халықаралық салыстыруларға белсенді қатысады. КООМЕТ жобасы аясында 587/RU-а / 12 ВНИИМ-мен салыстырулар жүргізілді. Д. И. Менделеева, онда ҚазСтандарт өзінің құзыреттілігін растады.

Түйін сөздер: КООМЕТ, салыстыру, белгісіздік, тұтқырлық, вискозиметрлер.

ДВУСТОРОННИЕ ПИЛОТНЫЕ СЛИЧЕНИЯ В ОБЛАСТИ ИЗМЕРЕНИЙ КИНЕМАТИЧЕСКОЙ ВЯЗКОСТИ ЖИДКОСТИ

АННОТАЦИЯ

В данной статье рассмотрены результаты сличений, в которых РГП «Казакстанский Институт стандартизации и метрологии» (КазСтандарт) участвовал в рамках Евро-азиатского сотрудничества государственных метрологических учреждений (КООМЕТ). В статье обсуждается организация двухсторонних пилотных сличений государственных эталонов кинематической вязкости жидкости между КазСтандартом и Узбекским национальным институтом метрологии (УзНИМ), где КазСтандарт выступил в роли пилотной лаборатории. Основная цель сличений – подтверждение точности и международной прослеживаемости эталонов вязкости.

Вязкость, как важная физическая характеристика, измеряется в различных отраслях промышленности. В статье рассматриваются методы измерения кинематической вязкости, где одним из ключевых методов является капиллярная вискозиметрия. Этот метод позволяет измерить вязкость через продолжительность истечения стандартизованного объема жидкости через калиброванный капилляр.

КазСтандарт, обладая государственным эталоном кинематической вязкости, принимает активное участие в международных сличениях для обеспечения единообразия и точности измерений на глобальном уровне. В рамках проекта КООМЕТ 587/RU-а/12 были проведены сличения с ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, где КазСтандарт подтвердил свою компетентность.

Ключевые слова: КООМЕТ, сличения, неопределённость, вязкость, вискозиметры.

TWO-WAY PILOT COMPARISONS IN THE FIELD OF MEASUREMENTS OF KINEMATIC VISCOSITY OF A LIQUID

ANNOTATION

This article presents the results of interlaboratory comparisons in which the RSE "Kazakhstan Institute of Standardization and Metrology" (KazStandard) participated within the framework of the Euro-Asian Cooperation of National Metrological Institutions (COOMET). The article discusses the organization of bilateral pilot comparisons of national standards for the kinematic viscosity of liquids between KazStandard and the Uzbek National Institute of Metrology (UzNIM), where KazStandard acted as the pilot laboratory. The main goal of these comparisons is to confirm the accuracy and international traceability of viscosity standards.

Viscosity, as an important physical property, is measured across various industries. The article reviews methods for measuring kinematic viscosity, with capillary viscometry being one of the key techniques. This method measures viscosity by recording the time it takes for a standardized volume of liquid to flow through a calibrated capillary.

With a national standard for kinematic viscosity, KazStandard actively participates in international comparisons to ensure the uniformity and accuracy of measurements on a global scale. As part of the COOMET 587/RU-a/12 project, comparisons were conducted with VNIIM named after D.I. Mendeleev, where KazStandard successfully confirmed its competence.

Keywords: COOMET, comparisons, uncertainty, viscosity, viscometers.

Вязкость является физическим свойством, которое поддается количественному определению. В различных отраслях промышленности, например, химической, нефтехимической, пищевой, стекольной, лакокрасочной и других, исходные и конечные продукты подвержены колебаниям вязкости. В связи с этим о ходе технологических процессов и качестве выпускаемой продукции удобно судить по измеренным значениям вязкости.

В настоящее время одним из распространенных и международно-признанных методов воспроизведения единицы кинематической вязкости, является метод капиллярной вискозиметрии, в которой характеристикой вязкости служит продолжительность истечения определенного (стандартизованного) объема жидкости под действием собственного веса через калиброванный капилляр.

Кинематическая вязкость может быть получена измерением времени вытекания заданного объема через калиброванное отверстие под действием силы тяжести. Размерность кинематической вязкости единицы измерения – «метр квадратный на секунду (m^2/c)».

В 2010 году с целью метрологического обеспечения в области измерения кинематической вязкости жидкости в Республике Казахстан был создан Государственный эталон единицы кинематической вязкости.

Государственный эталон единицы кинематической вязкости жидкости (Рис. 1) предназначен для воспроизведения, хранения и передачи размера единицы кинематической вязкости жидкости в диапазоне от $4 \cdot 10^{-7}$ до $1,0 \cdot 10^{-1} m^2/c$ рабочим эталонам 2 разряда методом прямых измерений и рабочим средствам измерений непосредственным сличением.

Эталон состоит из комплекса следующего оборудования:

- набора из стеклянных капиллярных вискозиметров с висязчим уровнем и длиной капилляра 500 мм;
- аппаратуры для автоматического отсчета времени течения жидкости в эталонных вискозиметрах;
- аппаратуры для поддержания и измерения температуры жидкости в эталонных вискозиметрах;



Рис. 1 - Государственный эталон единицы кинематической вязкости жидкости

Чтобы подтвердить калибровочные возможности и эквивалентность государственного эталона КазСтандарт в 2013 году принимает решение об участии в ключевых сличениях в области измерений кинематической вязкости жидкостей. Эти сличения проводились в рамках проекта COOMET M.V.-S2 (587/RU-a/12), и целью их было подтвердить точность измерений и международную прослеживаемость эталонов, используемых различными лабораториями.

Пилотной лабораторией выступала научно-исследовательская лаборатория государственных эталонов и научных исследований ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ, которая также участвовала в международных сличениях ССМ.V-K1 Международного бюро мер и весов (МБМВ).

Для сличений использовались три образца жидкости с номинальными значениями кинематической вязкости 20 мм²/с, 100 мм²/с и 1000 мм²/с при температуре 20 °С. Опорные значения, полученные в этих сличениях, были признаны и опубликованы на сайте МБМВ.

Результаты сличений приведены в таблице 1 и на рисунках 2, 3, 4.

Рисунок 2. Жидкость "20" (мм²/с)

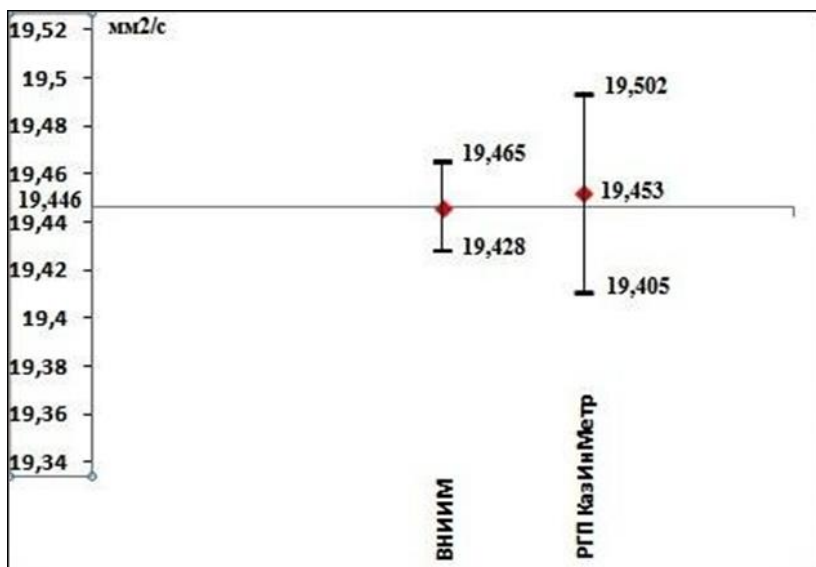


Рисунок 3. Жидкость "100" (мм²/с)

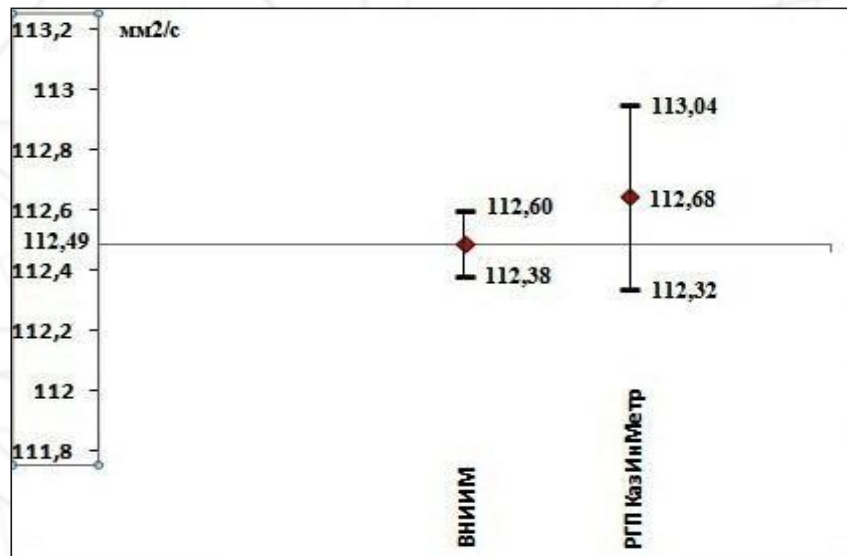


Рисунок 4 Жидкость "1000" (мм²/с)

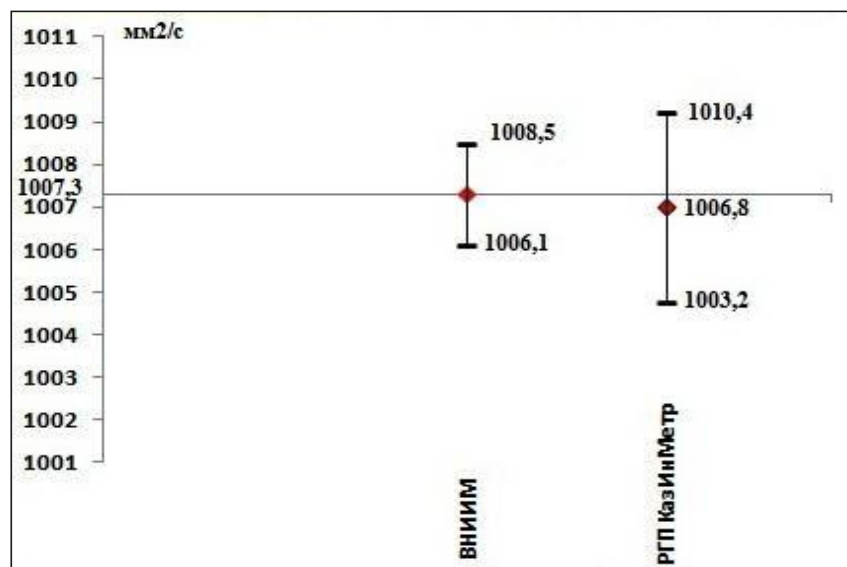


Таблица 1. Результаты сличений СОМЕТ.M.V-K1 ВНИИМ и РГП «КазСтандарт»

Лаборатория	Жидкость "20"			Жидкость "100"			Жидкость "1000"		
	ν , (мм ² /с)	u_{ν} , %	Δ_{ν} , (мм ² /с)	ν , (мм ² /с)	u_{ν} , %	Δ_{ν} , (мм ² /с)	ν , (мм ² /с)	u_{ν} , %	Δ_{ν} , (мм ² /с)
ВНИИМ	19,446	0,096		112,49	0,10		1007,3	0,1	
КазСтандарт	19,453	0,25	+ 0,007	112,68	0,32	+ 0,19	1006,8	0,4	- 0,5
Среднее значение	19,4495			112,585			1007,05		



Бюджеты неопределенности и подтверждения измерительных возможностей (СМС) соответствующих НМИ.

Таблица 2. Бюджет неопределенности

№	Неопределенность	ВНИИМ			КазСтандарт		
		Жидкость					
		"20"	"100"	"1000"	"20"	"100"	"1000"
1	Относительная стандартная неопределенность измерения времени течения жидкости в вискозиметрах (u_{ocx})	$5,53 \cdot 10^{-4}$	$5,12 \cdot 10^{-4}$	$3,51 \cdot 10^{-4}$	$0,19 \cdot 10^{-4}$	$2,91 \cdot 10^{-4}$	$0,96 \cdot 10^{-3}$
2	Относительная стандартная неопределенность измерения постоянной вискозиметра (u_{ok})	$3,91 \cdot 10^{-4}$	$4,48 \cdot 10^{-4}$	$5,45 \cdot 10^{-4}$	$1,25 \cdot 10^{-3}$	$1,6 \cdot 10^{-3}$	$1,65 \cdot 10^{-3}$
3	Относительная стандартная неопределенность измерения постоянной вискозиметра (u_{ob})	$1,625 \cdot 10^{-4}$					
4	Относительная стандартная неопределенность, обусловленная температурным градиентом ($u_{\partial y}$)	$2,198 \cdot 10^{-4}$	$2,21 \cdot 10^{-4}$	$2,80 \cdot 10^{-4}$	$0,25 \cdot 10^{-3}$		
5	Относительная стандартная неопределенность счетчика времени ($u_{от}$)	$2,968 \cdot 10^{-5}$	$5,13 \cdot 10^{-5}$	$0,57 \cdot 10^{-6}$	$0,50 \cdot 10^{-5}$	$0,46 \cdot 10^{-5}$	$0,49 \cdot 10^{-5}$
6	Суммарная стандартная неопределенность измерения кинематической вязкости жидкости (u_c)	$0,479 \cdot 10^{-3}$	$0,501 \cdot 10^{-3}$	$0,613 \cdot 10^{-3}$	$1,275 \cdot 10^{-3}$	$1,632 \cdot 10^{-3}$	$1,802 \cdot 10^{-3}$
7	Относительная расширенная неопределенность измерения кинематической вязкости жидкости (U_{op}), $k=2$	0,0958	0,100	0,12	0,2548	0,326	0,36

Подтверждение измерительных и калибровочных возможностей (СМС) участников сличений оценивалось в соответствии с COOMET R/GM/19:2008 «Руководство по оцениванию данных дополнительных сличений KOOMET».

Сличения COOMET.MV-S2 (587/RU-a/12) были отнесены к типу II, в соответствии COOMET R / GM / 19: 2008.

Порядок оценивания по данному типу, следующий:

1. Устанавливается опорное значение дополнительных сличений

Референтная лаборатория (VNIIM, RF) устанавливает на основе результатов измерений опорное значение дополнительных сличений - оценку значения транспортируемого эталона сравнения и соответствующую неопределенность:

$x_{ref}, u(x_{ref})$.

2. Проводится проверка согласованности данных сличений (критерий E_n) по формуле 3:

$$\tilde{E}_n = \frac{|x_i - x_{ref}|}{2\sqrt{u^2(x_i) + u^2(x_{ref}) - 2\text{cov}(x_i, x_{ref})}} < 1 \quad (1)$$

Если значения критерия E_n , вычисленная по представленному НМИ результату измерения, не превосходит единицы уровня доверия 0,95, то данные этого НМИ могут быть признаны подтверждающими заявленные неопределенности.

Примечание: для данных сличений значение ковариации принято равным нулю, $\text{cov}(x_i, x_{ref})=0$.

Результаты оценивания данных дополнительных сличений COOMET.MV-S2 (587/RU-/12) представлены в Таблице 3.



Таблица 8. Результаты оценивания данных дополнительных сличений

Жидкость	$(x_{KazStandard Kz} - x_{ref}), \text{ мм}^2/\text{с}$	$u^2(x_{KazStandard Kz}) + u^2(x_{ref})$	E_n
"20"	0,007	0,0717	0,013
"100"	0,19	0,1124	0,283
"1000"	0,5	0,17	0,61

Данные участников согласованы по критерию E_n , что подтверждает заявленные неопределенности КазСтандарт.

В 2019 году на заседании технического комитета ТК 1.6 «Масса и связанные величины» было принято решение о проведении двухсторонних пилотных сличений в области измерений кинематической вязкости жидкостей между КазСтандарт и УзНИМ по теме 788/KZ/19 «Пилотные сличения единицы кинематической вязкости жидкости при температурах: 20°C (250-400 мм²/с), 25°C (50-100 мм²/с), 40°C (20-70 мм²/с)».

Это стало важным шагом для КазСтандарт, так как организация впервые выступала в роли пилотной лаборатории, имея опыт участия в предыдущих международных сличениях.

Основной целью пилотных сличений является не только проверка и оценка точности измерений кинематической вязкости жидкостей, но и обмен опытом, знаниями и лучшими практиками. По просьбе УзНИМ, КазСтандарт делится своим опытом участия в международных сличениях, а также знаниями, накопленными в процессе проведения таких мероприятий. Это позволяет не только укрепить сотрудничество между метрологическими институтами, но и способствует повышению качества измерений и развитию новых методик, соответствующих международным стандартам.

Пилотные сличения способствуют поддержанию единства измерений в рамках Евроазиатского сотрудничества (далее - КОOMET), что необходимо для признания результатов измерений в международном сообществе.

Пилотные сличения позволяют установить более тесное сотрудничество между метрологическими учреждениями различных стран, что способствует обмену опытом и информацией, а также улучшению качества измерений.

Участие в сличениях помогает лабораториям подтвердить свою компетентность и соответствие международным требованиям, что особенно важно в контексте аккредитации и признания их результатов на международном уровне.

Для успешного проведения сличений пилотной лабораторией разрабатывается и согласовывается Технический протокол, который содержит:

- ✓ описание последовательности действий при проведении сличений;
- ✓ детальное описание средств измерений: модель, тип, серийный номер, размеры, вес, упаковка и технические данные;
- ✓ рекомендации по обращению с транспортируемым эталоном сравнения, включая инструкции по распаковке, пересылке и упаковке;
- ✓ последовательность действий при распаковке эталонов сравнения в каждой лаборатории;
- ✓ испытания и проверки, которые необходимо провести перед началом измерений;
- ✓ условия эксплуатации эталона сравнения во время измерений;
- ✓ форму представления результатов измерений;
- ✓ методику выполнения измерений;
- ✓ оценку неопределенности измерений и рекомендации по её расчёту, включая ковариационную матрицу;
- ✓ срок представления результатов измерений, который составляет один месяц после завершения измерений.

КазСтандартом был подготовлен и направлен объект сличений. Объект сличений представляет собой стандартный образец вязкости жидкости, изготовленный из минерального масла.

Характеристика стандартного образца: 20°C (250-400 мм²/с), 25°C (50-100 мм²/с), 40°C (20-70 мм²/с).

Для стандартного образца вязкости жидкости, нестабильность аттестованного значения не должно превышать 0,1 % в течение 2-3 месяцев. Каждая жидкость поставляется во флаконе вместимостью 500 мл.

После измерений лабораторией образцы отправляются обратно лаборатории-пилоту, для повторных измерений с целью определения возможного изменения вязкости образцов в процессе транспортировки и выполнения измерений лабораторией.

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ И РАСЧЕТ ВЯЗКОСТИ

Для сличений выбираются температуры 20°C (250-400 мм²/с), 25°C (50-100 мм²/с), 40°C (20-70 мм²/с).

Измерения кинематической вязкости каждого образца используются два вискозиметра Уббелоде, с близкими значениями постоянной, подобранные таким образом, чтобы время истечения жидкости составляло не менее 200 с.

Вискозиметры должны быть наполнены соответствующим объемом жидкости и установлены вертикально в термостатной ванне и должны выдерживаться не менее 30 минут при температуре (20±0,01°C), (25±0,01°C), (40±0,01°C). За время истечения градуировочной жидкости принимается среднее арифметическое значение. Время истечения каждого измерения не должно отличаться более чем на 0,1% от среднего арифметического значения. После измерений жидкости возвращаются в лабораторию-пилот после их получения.

Кинематическую вязкость жидкости рассчитывают по уравнению:

$$\gamma = \frac{g}{g_{cal}} C \cdot t - \frac{B}{t} \quad (2)$$

где: γ - кинематическая вязкость, мм²/с;

B - поправка на потерю жидкости кинетической энергии, мм²;

C - постоянная калибровки вискозиметра, мм²/с²;

t - время течения жидкости по капилляру вискозиметра, с;

g, g^{cal} - ускорение свободного падения в месте измерения вязкости и в месте калибровки вискозиметра, м²/с.

НЕОПРЕДЕЛЕННОСТЬ ИЗМЕРЕНИЙ

При оценке неопределённости измерений вязкости включают все влияющие величины, их значения и стандартные неопределенности. Расширенная неопределенность результата измерения кинематической вязкости, представленная в виде: $U_{95} = k_{95} \cdot u_c$ рассчитывается в соответствии с ИСО 1725 «руководство по выражению неопределенности измерений».

Для вычисления неопределенности кинематической вязкости жидкости рассматриваются следующие составляющие.

Пример расчета:

$$U_{\gamma} = 2 \cdot \sqrt{(S_k)^2 + (S_{\gamma})^2 + \frac{1}{2} [(S_T)^2 + (S_t)^2]} \quad (3)$$

Измерения вязкости осуществляются с помощью 2-х вискозиметров.

S_k - относительная неопределенность постоянной K, применяемых вискозиметров (берется из сертификата о калибровке);

S_{γ} - относительная неопределенность, обусловленная погрешностью термометра, градиента температуры в термостатной ванне температурным коэффициентом кинематической вязкости жидкости: (суммарная относительная неопределенность $\leq 1,33 \cdot 10^{-3}$);

S_T - относительная неопределенность счетчика времени течения жидкости;

S_t - относительное СКО времени течения жидкости.



ЗАКЛЮЧЕНИЕ

После завершения измерений, пилотная лаборатория готовит отчет, в котором анализируются данные, включая любые аномалии, для которых проводятся дополнительные проверки.

Участники получают результаты, и любые изменения возможны только при согласии всех сторон. Этот процесс гарантирует, что окончательные данные являются точными и надежными.

Важным аспектом является подтверждение того, что заявленные значения неопределенности соответствуют требованиям, что свидетельствует о высоком уровне метрологических возможностей лабораторий.

Результаты сличений способствуют не только улучшению методик измерений, но и развитию международных стандартов, что укрепляет сотрудничество и доверие между метрологическими учреждениями.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ:

1. Д.И. Менделеев 587/RU-a/12 КОМЕТАСЫ аясында АРМАНДАҒАН хаттамалар мен салыстыру нәтижелері.
2. ҚР СТ ИСО 3104-2008 " Мұнай өнімдері. Мөлдір және мөлдір емес сұйықтық. Кинематикалық тұтқырлықты анықтау және динамикалық тұтқырлықты есептеу".
3. COOMET R/GM/11:2006 "COOMET ұлттық метрологиялық институттарының стандарттарын салыстыру Туралы Ереже"
4. ГОСТ 34100.3-2017/ISO / IEC Нұсқаулығы 98-3:2008 "Өлшеу белгісіздігі. 3 бөлім. Өлшеу белгісіздігін білдіруге арналған нұсқаулық."ағылшын тілінде
5. Protocols and results of comparisons organized by the D.I. Mendeleev VNIIM within the framework of the COOMET 587/RU-a/12.
6. ST RK ISO 3104-2008 "Petroleum products. Transparent and opaque liquids. Determination of kinematic viscosity and calculation of dynamic viscosity".
7. COOMET R/GM/11:2006 "Regulations on comparisons of standards of national metrological institutes of COOMET"
8. GOST 34100.3-2017/ISO/IEC Guide 98-3:2008 "Measurement uncertainty. Part 3. Guidelines for expressing measurement uncertainty"