



МИНОБРНАУКИ РОССИИ
федеральное государственное автономное
образовательное учреждение
высшего образования
«Санкт-Петербургский политехнический
университет Петра Великого»
(ФГАОУ ВО «СПбПУ»)

Отзыв официального оппонента на диссертацию

Витковского Олега Сергеевича

«Разработка и исследование рабочего эталона для метрологического обеспечения в области измерений давления насыщенных паров нефтепродуктов»,
представленную на соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.11.01 «Приборы и методы измерений по видам измерений (измерение механических величин)»

Целью работы является совершенствование метрологического обеспечения измерения давления насыщенных паров (ДНП) нефтепродуктов. Современное метрологическое обеспечение должно удовлетворять растущим потребностям нефтяной промышленности. В работе поставлены задачи создания рабочего эталона, исследования его точности, разработки комплекса мер для проведения поверки, калибровки и утверждения типа анализаторов ДНП.

Экономика нашей страны и её авторитет на международной арене во многом зависят от развития нефтедобывающего комплекса Российской Федерации. При оценке качества нефтепродуктов одной из главных характеристик является ДНП. От этой характеристики зависят эксплуатационные свойства нефтепродуктов (топлив, масел, растворителей и т.д.) и технологических процессов их производства. Нефтепродукты являются источником загрязнения окружающей среды. Количество загрязнений зависит от испаряемости нефтепродуктов, которая характеризуется ДНП. Без должного контроля этого параметра невозможно принятие мер по предотвращению загрязнения. Существовавшее в Российской Федерации метрологическое обеспечение измерения ДНП не соответствовало мировому уровню.

Разработка современного метрологического обеспечения для измерения ДНП нефтепродуктов, имеющего необходимую для практики точность имеет большое народнохозяйственное значение, а цели и задачи данной работы являются актуальными.

Диссертационная работа состоит из введения, 4-х глав, заключения, списка литературы и приложения. Общий объем работы составляет 166 страниц машинописного



текста, включая 19 рисунков, 24 таблицы, 2 графика и списка литературы из 55 наименований.

Основные положения диссертационной работы представлены в 16 печатных работах, 3 статьи опубликованы в ведущих научных журналах, рекомендованных ВАК.

Структура работы состоит из введения, обзора (глава 1), описания методов измерения ДНП нефтепродуктов (глава 2), создание рабочего эталона (глава 3), определение погрешностей эталона, разработка стандартных образцов и методик поверки анализаторов ДНП (глава 4), приложения с актами внедрения, документами на рабочий эталон и методики поверки.

Научная новизна

Предложен пневматический метод измерения давления насыщенных паров нефтепродуктов, позволяющий обеспечить необходимую для практики точность измерений ДНП, что не было возможно с применением существующих методов. Сущность метода заключается в том, что в измерительную камеру загружается испытуемый образец с соотношением объемов пар-жидкость 4:1, образец охлаждается до + 3°C, измерительная камера откачивается до установившегося остаточного давления и затем нагревается до температуры 37,8 ° С. При этой температуре установившееся в измерительной камере давление за вычетом остаточного давления будет считаться давлением насыщенных паров испытуемого образца.

Составлен и рассчитан бюджет погрешностей рабочего эталона, использующего пневматический метод. Показано, что его погрешность 0,25% значительно меньше, чем для существовавших ранее эталонных средств измерения (СИ).

Разработана локальная поверочная схема для СИ ДНП, включающая рабочий эталон 3-го разряда, стандартные образцы и рабочие СИ.

Практическая ценность работы

Разработан и утверждён государственный рабочий эталон. Он позволяет ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» осуществлять поверку и калибровку СИ давления насыщенных паров, а также проводить аттестацию стандартных образцов нефтепродуктов.

Разработаны и утверждены методики испытаний и поверки СИ давления насыщенных паров нефтепродуктов.

Разработана и утверждена методика аттестации государственных стандартных образцов давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов.

По результатам исследований улучшены стандартные образцы АДНП.

Автором проведён анализ СИ давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов отечественного и зарубежного производства различных принципов действия, проведено сравнение их метрологических характеристик.

Рассмотрены термодинамические методы измерения давления и сделаны выводы по перспективным возможностям их применения для измерения давления насыщенных паров. Методы измерения давлений на основе непрерывных участков кривых плавления, сублимации и парообразования чистых веществ, в отличие от метода фиксированных тройных точек позволяют получить более точные результаты измерений давления. Исследовалась возможность создания естественных эталонов давления на основе чистых веществ и жидкостей на базе зависимости давления от температуры в дополнении к измерению давления через массу и площадь или через плотность и высоту столба жидкости.

На основе пневматического метода разработана и исследована эталонная установка УДНП для измерений давления насыщенных паров с учётом стандартов ГОСТ 1756-2000, зарубежных ASTM и EN при соотношении фаз пар-жидкость - 4:1, при температуре 37,8 °С. В установке использован преобразователь давления фирмы МИДА, с диапазоном измерений 0 – 160 кПа, класса точности 0,15.

Рабочий эталон № 3.1.ZZB.0033.2015 был создан на базе модернизированной установки УДНП. Совершенствование УДНП выполнено путем замены составных частей, модернизации пневматической системы откачки, а также модернизации самой измерительной камеры. По уравнению измерений был составлен бюджет неопределённостей по типу А и В. Неопределённость по типу А оценивается по результатам десяти испытаний установки на экспериментальном образце $u_A=0,08$ кПа

Оценка из уравнения измерений стандартных неопределённостей измерений по типу В, обусловленных источниками неопределённости, имеющими систематический характер, при равномерном распределении внутри их пределов $u_B=0,065$ кПа.

Наибольшее влияние на суммарную неопределённость измерений по типу В имеет высота столба аттестуемого образца жидкости в измерительной камере. Суммарная погрешность измерений рабочего эталона не превышает 0,2 кПа.

Кроме государственного рабочего эталона автором был реализован проект автоматической установки для измерения давления насыщенных паров АУИДНП с относительной погрешностью 2,5%, в котором использован метод измерения ДНП заложенный в государственном рабочем эталоне. В нём в целях ускорения выхода измерительной камеры на заданную температуру применен двухконтурный регулятор. Этот проект можно рассматривать как шаг к полной автоматизации рабочего эталона.

Исследованы и усовершенствованы стандартные образцы АДНП для поверки анализаторов ДНП разработаны многочисленные методики испытаний с целью утверждения новых типов анализаторов ДНП на территории Российской Федерации.

По работе имеются следующие замечания:

1. Некоторые элементы научной новизны и практической ценности сформулированы одинаково.

2. При расчёте бюджета неопределённостей не обоснован выбор пределов неопределённости входящих величин.

3. Выбор стеклянной конструкции измерительной камеры нельзя считать удачным, т.к. она имеет недостаточную прочность, а её шлифовые соединения с элементами вакуумной системы не надёжны.

4. Парциальное давления воздуха, который переходит из жидкой в газовую фазу при нагревании образца от 3 до 38,7° С, можно включить в измерительное уравнение и бюджет неопределённостей эталона. Оценить значимость этого параметра возможно по зависимостям растворимости воздуха в нефтепродуктах от давления и температуры. Уменьшить его влияние можно, увеличивая долю газовой фазы в соотношении объёмов жидкость - газ в измерительной камере или заменой в операции откачки охлаждения на нагревание образца выше 38,7 °С.

5. Остаточное давление спиральных вакуумных насосов равно 0,5 Па, что делает остаточное давление при откачки камеры во время охлаждения равным давлению насыщенного пара нефтепродукта. Его вычитание в измерительном уравнении из давления при 38,7° С не требуется.

6. Операция встряхивания измерительной камеры, используемая в пневматическом методе, кажется слишком произвольной для рабочего эталона. При измерении давления насыщенных паров равновесие согласно молекулярно-кинетической теории наступает при равенстве скорости испарения и конденсации на поверхности раздела жидкой и газообразной фазы образца. Для неоднородных образцов с различной скоростью испарения компонентов требуется время для установления равновесия. Возможно, непрерывное перемешивание образца может дать лучший эффект, чем встряхивание.

7. Работа написана достаточно аккуратно, но в ней имеются ошибки, например, разряженный вместо разрежённый, теоритический вместо теоретического.

Сделанные замечания не снижают общего хорошего впечатления по работе, позволившей сделать заметный шаг в метрологическом обеспечении измерения давления насыщенных паров нефтепродуктов в Российской Федерации.

Достоверность полученных результатов подтверждается повторяемостью результатов, отсутствием противоречий в выводах автора, а также хорошей согласованностью выполненных сличений.

В статьях и автореферате опубликовано основное содержание диссертации.

Считаю, что диссертация Витковского Олега Сергеевича представляет собой законченную научно-квалификационную работу, которая соответствует критериям, установленным п.п.9-14 «Положения о присуждении учёных степеней», утверждённых постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842 (в ред. от 01.10.2018 №1168), а именно содержит решение актуальной задачи совершенствования метрологического обеспечения измерения давления насыщенных паров нефтепродуктов. Полученные результаты успешно использованы при создании рабочего эталона, разработке методик поверки анализаторов и аттестации стандартных образцов.

Автор диссертационной работы Витковский Олег Сергеевич заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.11.01 «Приборы и методы измерений по видам измерений (измерения физических величин).

Главный инженер проекта
Лаб. Газовой динамики ТМ
СПбГПУ Петра Великого, проф., д.т.н.

06.06.2019г.

