



ВАЛИДАЦИЯ МЕТОДОВ КОНТРОЛЯ ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ СВОЙСТВ ТОПЛИВ И МОТОРНЫХ МАСЕЛ

Шаталов К.В.¹, Зверева Э.Р.²

¹25 ГосНИИ химмотологии Минобороны России, г. Москва, Россия

²Казанский государственный энергетический университет, г. Казань, Россия

1499090@mail.ru

Резюме: АКТУАЛЬНОСТЬ. Разработка методов контроля материалов, изделий, веществ и природной среды должна завершаться этапом валидации. Известен перечень валидационных характеристик и рекомендации по их оцениванию для методов контроля состава материалов, изделий, веществ и природной среды. Однако эти описания и рекомендации не могут быть в полной мере использованы в случае методов контроля свойств материалов, изделий, веществ и природной среды, в частности, эксплуатационных свойств топлив и моторных масел. ЦЕЛЬ. Разработка процедуры валидации методов контроля эксплуатационных свойств топлив и моторных масел и подтверждение возможности её практической реализации. МЕТОДЫ. Практическая проверка теоретических положений проводилась в ходе валидации метода контроля термоокислительной стабильности топлив для реактивных двигателей в динамических условиях. Сущность метода заключается в оценке количества отложений, образующихся при окислении топлива для реактивных двигателей в условиях его прокачки по кольцевому каналу вдоль нагреваемой оценочной трубки, размещённой внутри канала. Продукты окисления накапливаются в виде отложений на поверхности оценочной трубки, понижая её светотражательную способность, и на контрольном фильтре, увеличивая перепад давления. Контроль термоокислительной стабильности проводится по показателям: индекс термостабильности, температура начала образования отложений, скорость перепада давления на фильтре. Метод реализуется на основе лабораторной установки ДТС-4. РЕЗУЛЬТАТЫ. Исходя из специфики процедуры и используемых средств контроля, предложен набор валидационных характеристик методов контроля эксплуатационных свойств топлив и моторных масел: прецизионность и точность метода контроля; пригодность средств контроля; диапазон значений контролируемых величин; чувствительность метода контроля к изменениям в составе топлива (масла); устойчивость (робастность) метода к небольшим изменениям параметров контроля; сравнение вновь разработанного метода с уже известными методами, имеющими сходное функциональное назначение; качество моделирования исследуемого химмотологического процесса. Для повышения эффективности работ по валидации целесообразно предусматривать дополнительный этап по разработке контрольного образца с постоянными, гарантировано воспроизводимыми значениями величин, характеризующими эксплуатационные свойства моторных топлив и масел (внутреннего стандарта метода контроля). ЗАКЛЮЧЕНИЕ Опыт работы по валидации метода ДТС-4 показывает, что разработанная процедура валидации методов контроля эксплуатационных свойств топлив и моторных масел обеспечивает получение достаточного количества объективных данных о том, что новый метод контроля позволяет получить достоверную информацию о заданном эксплуатационном свойстве исследуемого нефтепродукта.

Ключевые слова: валидация; метод контроля; эксплуатационные свойства; топлива; моторные масла; ДТС-4; термоокислительная стабильность в динамических условиях.

Для цитирования: Шаталов К.В., Зверева Э.Р. Валидация методов контроля эксплуатационных свойств топлив и моторных масел // Известия высших учебных заведений. ПРОБЛЕМЫ ЭНЕРГЕТИКИ. 2025. Т. 27. № 2. С. 33-48. doi: 10.30724/1998-9903-2025-27-2-33-48.

VALIDATION OF METHODS FOR CONTROLLING THE PERFORMANCE CHARACTERISTICS OF FUELS AND MOTOR OILS

Shatalov K.V.¹, Zvereva E.R.²

¹25-th State Research Institute of Chemmotology, Ministry of Defence of the Russian Federation, Moscow, Russia

²Kazan State Power Engineering University, Kazan, Russia
1499090@mail.ru

Abstract: *RELEVANCE.* The development of methods for controlling materials, products, substances and the natural environment should be completed by the validation stage. There is a well-known list of validation characteristics and recommendations for their evaluation for methods of controlling the composition of materials, products, substances and the natural environment. However, these descriptions and recommendations cannot be fully used in the case of methods for controlling the properties of materials, products, substances and the natural environment, in particular, the performance characteristics of fuels and motor oils. *THE PURPOSE.* Development of a procedure for validating methods for controlling the performance characteristics of fuels and motor oils and confirming the possibility of its practical implementation. *METHODS.* The practical verification of the theoretical provisions was carried out during the validation of the method for controlling the thermal and oxidative stability of jet engine fuels under dynamic conditions. The essence of the method is to estimate the amount of deposits formed during the oxidation of fuel for jet engines under conditions of its pumping through an annular channel along a heated evaluation tube located inside the channel. Oxidation products accumulate as deposits on the surface of the evaluation tube, reducing its reflectivity, and on the filter element of the control filter, increasing the pressure drop on the control filter. Thermal and oxidative stability is monitored according to the following indicators: thermal stability index, the temperature at which deposits form, and the rate of pressure drop across the filter. The method is implemented on the basis of the DTS-4 laboratory installation. *RESULTS.* Based on the specifics of the procedure and the controls used, a set of validation characteristics of methods for monitoring the operational properties of fuels and motor oils is proposed: precision and accuracy of the control method; suitability of controls; range of values of controlled quantities; sensitivity of the control method to changes in the composition of fuel (oil); robustness of the method to small changes in control parameters; comparison of the newly developed method with already known methods having a similar functional purpose; the quality of modeling of the studied chemmotological process. To increase the efficiency of validation work, it is advisable to provide an additional stage for the development of a control sample with constant, guaranteed reproducible values characterizing the performance properties of motor fuels and oils (the internal standard of the control method). *CONCLUSION.* The experience of validating the DTS-4 method shows that the developed procedure for validating methods for monitoring the performance characteristics of fuels and motor oils ensures that a sufficient amount of objective data is obtained that the new control method allows obtaining reliable information about a given operational property of the studied petroleum product.

Keywords: Validation; Control method; Performance characteristic of petroleum product; fuels; engine oils; DTS-4; thermal and oxidative stability under dynamic conditions.

For citation: Shatalov K.V., Zvereva E.R. Validation of methods for controlling the performance characteristics of fuels and motor oils. *Power engineering: research, equipment, technology.* 2025; 27 (2): 33-48. doi: 10.30724/1998-9903-2025-27-2-33-48.

Введение (Introduction)

В современной практике работы испытательных лабораторий обязательным является подтверждение пригодности¹ используемых методов контроля поставленной цели их применения [1]. Общепринятой процедурой подтверждения пригодности методов контроля материалов, изделий, веществ и природной среды является валидация. Валидация

¹ ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. – М.: Стандартинформ, 2021 – 32 с.

используемых методов контроля является актуальной для различных областей деятельности [2-5].

В общем виде рекомендации по валидации методов контроля представлены в Руководстве Европейской организации по аналитической химии EURACHEM [6]. Особенности областей применения и многообразие объектов контроля обуславливают необходимость адаптации положений ГОСТ ISO/IEC 17025¹ и Руководства [6] к конкретным сферам использования методов контроля. Например, известны документы^{2,3} устанавливающие требования к валидации методов контроля лекарственных средств и медицинских иммунобиологических препаратов.

Специфика контроля эксплуатационных свойств топлив и моторных масел диктует необходимость обоснования порядка проведения валидации используемых методов контроля, перечня валидационных характеристик и порядка их определения. При этом под эксплуатационными свойствами топлив и моторных масел понимаются свойства, характеризующие полезный эффект от использования топлив (масел) и проявляющиеся при их применении в двигателях. Например, прокачиваемость, испаряемость, воспламеняемость, горючесть, склонность к образованию отложений, совместимость с конструкционными материалами. А для их контроля используются уникальные лабораторные и моторные стенды, моделирующие условия работы топлив (масел) в двигателях и обеспечивающие такое направление и глубину взаимосвязанных и упорядоченных по времени физико-химических процессов превращения топлив (масел), которое характерно для реальных объектов техники.

Целью данной статьи является краткое изложение теоретических положений по валидации методов контроля эксплуатационных свойств топлив и моторных масел и подтверждение возможности их практической реализации на примере валидации метода контроля термоокислительной стабильности топлив для реактивных двигателей в динамических условиях.

Литературный обзор (Literature Review)

В общем случае под валидацией понимается процедура подтверждения пригодности метода контроля для достижения поставленных целей, включающая исследование и предоставление объективных доказательств того, что конкретные требования к специфическому целевому использованию метода выполняются [7].

Валидацию метода контроля эксплуатационных свойств топлив (масел) можно интерпретировать как процесс подтверждения того, что данный метод позволяет получить достоверную информацию о заданном эксплуатационном свойстве исследуемого нефтепродукта. Фактически валидация – это проверка того можно или нет с помощью данного метода оценить характеристику требуемого эксплуатационного свойства и получить при этом точный и достоверный результат.

Рекомендуется проводить валидацию методов контроля в следующих случаях [8, 9]:

- разработки нового метода;
- пересмотра либо модернизации общепризнанного метода;
- для демонстрации эквивалентности двух методов, например, нового и стандартного.

Перечень характеристик, контролируемых в ходе валидации и объем работ, необходимых для установления этих характеристик (далее – степень валидации) зависит от уровня новизны метода контроля. Для вновь разработанного метода необходимо проводить валидацию в полном объеме. Для пересматриваемых или модернизированных методов требуемая степень валидации будет зависеть от характера внесенных изменений. Общее правило таково – чем существеннее внесенные изменения, тем шире должен быть перечень характеристик и объем валидационных работ.

Перечень контролируемых характеристик и объем работ, как правило, оформляют в виде программы валидации. По результатам выполненных работ составляется отчет, который должен содержать подробные ответы на задачи, поставленные в программе и вывод о том, насколько эффективно валидированный метод позволяет оценивать эксплуатационные свойства топлив (масел). Ознакомление заинтересованных организаций

² Методические указания МУ 3.3.2.1886-04. Валидация методов контроля химических и физико-химических показателей качества медицинских иммунобиологических препаратов: организация, порядок проведения и представление результатов: – М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2004. – 39 с.

³ Валидация аналитических методик: Общая фармакопейная статья ОФС 1.1.0012.15. – М.: Минздрав России, - 13 с.

и лиц с полным и подробным отчетом о валидации позволит повысить доверие к новому методу и убедить коллег в его эффективности [7].

Сущность валидации заключается в том, что проводится экспериментальная оценка показателей точности метода контроля, а также ряда характеристик, которые принято называть валидационными.

Известен перечень валидационных характеристик и рекомендации по их оцениванию для методов контроля состава материалов, изделий, веществ и природной среды, например, работы [6, 8, 9]. Однако эти описания и рекомендации не могут быть в полной мере использованы в случае методов контроля *свойств* материалов, изделий, веществ и природной среды, в частности эксплуатационных свойств топлив и моторных масел.

Теоретические положения

На основе обобщения рекомендаций, изложенных в работах [6-9], специфики процедуры и используемых средств контроля предлагается следующий набор валидационных характеристик для методов контроля эксплуатационных свойств топлив и моторных масел:

- прецизионность и точность метода контроля;
- пригодность средств контроля (испытательного оборудования);
- диапазон значений контролируемых величин;
- чувствительность метода контроля к изменениям в составе топлива (масла);
- устойчивость (робастность) метода к небольшим изменениям параметров контроля;
- сравнение вновь разработанного метода с уже известными методами, имеющими сходное функциональное назначение;
- качество моделирования исследуемого химмотологического процесса⁴.

Для повышения эффективности работ по валидации методов контроля эксплуатационных свойств топлив и моторных масел целесообразно предусматривать дополнительный этап по разработке внутреннего стандарта метода контроля эксплуатационных свойств топлив (масел), который необходим для проверки и настройки испытательного оборудования, установления характеристик систематической погрешности метода контроля эксплуатационных свойств топлив (масел), а также для и сравнения характеристик систематической погрешности нового и известного методов контроля. Под внутренним стандартом понимается контрольный образец с постоянными, гарантировано воспроизводимыми значениями величин, характеризующими эксплуатационные свойства моторных топлив (масел).

Известно, что величина, характеризующая эксплуатационные свойства топлива, по тому или иному методу контроля, имеет постоянное значение для индивидуального химического соединения (углеводорода). Неизменность характеристик, описывающих эксплуатационные свойства топлив, для индивидуальных химических соединений позволяет создавать на их базе (или на основе их смесей) контрольные образцы с постоянными, неизменными характеристиками. Например, в методе контроля склонности дизельных топлив к нагарообразованию в качестве внутреннего стандарта используется смесь декагидронафталина (декалина) и н-гексадекана (цетана) в объемном соотношении 4:1. Для обеспечения подобия между химическим составами моторного топлива и внутреннего стандарта, его разработку целесообразно проводить на основе математических моделей вида «состав смеси индивидуальных углеводородов – характеристика эксплуатационного свойства».

На основе практики работ по созданию и применению «эталонных» масел [10] предлагается использовать в качестве внутреннего стандарта метода контроля эксплуатационных свойств моторных масел смесь базового масла (10-го класса вязкости по ГОСТ 17479.1⁵ или SAE 30 по API) с присадками, обеспечивающими требуемый уровень исследуемого эксплуатационного свойства.

Показатели прецизионности и точности методов контроля эксплуатационных свойств топлив и моторных масел устанавливаются в ходе внутрилабораторного эксперимента. Подробно порядок проведения эксперимента и обработки его результатов рассмотрен в работах [11, 12].

При проверке пригодности средств контроля (испытательного оборудования) определяют возможность воспроизведения условий испытания, заданных методом. В этой

⁴ Химмотологический процесс – совокупность взаимосвязанных и упорядоченных по времени физико-химических процессов превращения топлива (масла), протекающих в двигателе под воздействием внутренних и внешних факторов.

⁵ ГОСТ 17149.1-2015 Масла моторные. Классификация и обозначение. М.: Стандартинформ, 2016. 12 с.

части выполняемая работа идентична процедуре аттестации испытательного оборудования. Кроме того, проверяют возможность средств контроля поддерживать в пределах допустимых значений заданные параметры испытания (например, температуру, скорость потока и т.п.) в течение длительного периода времени минимум в 2-3 раза превышающего продолжительность испытания, указанную в методе.

Диапазон значений контролируемых величин (наибольшее и наименьшее значения) зависит от углеводородного и компонентного состава топлив (масел). Для его установления необходимо провести исследования производимых в настоящее время товарных топлив (масел) с использованием метода, подвергнутого валидации. При этом следует учитывать всё многообразие технологий производства и возможные вариации компонентного состава топлив (масел). Увеличение глубины переработки нефти, появление новых технологий производства топлив (масел) могут существенно повлиять на диапазон значений контролируемых величин.

Методы контроля эксплуатационных свойств должны быть чувствительны к изменению углеводородного и компонентного состава топлив (масел). Для хорошо разработанного метода небольшое изменение концентрации влияющего вещества (компонента) должно вызывать адекватное изменение наблюдаемого аналитического сигнала и контролируемой характеристики эксплуатационных свойств. Например, концентрации прямогонной керосиновой фракции в топливе для реактивных двигателей на температуру начала образования отложений (характеристики склонности к образованию отложений топлив для реактивных двигателей). Исследование чувствительности метода контроля, как правило, приводит к получению новых научных знаний - функциональной зависимости между значением контролируемой характеристики и содержанием влияющего вещества (компонента).

Методы контроля эксплуатационных свойств топлив (масел) должны быть устойчивы к небольшим изменениям параметров испытания, например, объема пробы, температуры, скорости нагрева, давления и т.п. Исследование устойчивости (робастности) метода контроля проводится с целью определения, какое отклонение в значениях параметров испытания приведет к появлению сверхнормативной погрешности, что позволит уточнить требования, либо к стабильности поддержания заданных параметров, либо к показателям точности метода контроля.

Критериями сравнения нового и известного метода контроля, имеющими сходное функциональное назначение, являются:

- достижение цели разработки нового метода (снижение времени, стоимости испытания, расширение диапазона значений контролируемых величин и т.п.);
- отношение дисперсий повторяемости;
- стандартизированная разность средних значений.

Отношение дисперсий повторяемости характеризует случайную ошибку (прецизионность) нового метода контроля. Если отношение дисперсии повторяемости нового метода (метод В) к дисперсии повторяемости известного метода (метод А) будет меньше или равно отношению квантиля χ^2 -распределения при вероятности p и числе степеней свободы $f_{rB} = (n_B - 1)$ к числу степеней свободы f_{rA} , то нет оснований считать, что прецизионность (случайная погрешность) нового метода хуже известного:

$$\frac{S_{rB}^2}{S_{rA}^2} \leq \frac{\chi_p^2(f_{rB})}{f_{rB}}, \quad (1)$$

где S_{rA}^2 – дисперсия повторяемости известного метода (метода А); S_{rB}^2 – дисперсия повторяемости нового метода (метода В); $\chi_p^2(f_{rB})$ – квантиль χ^2 -распределения при числе степеней свободы f_{rB} ; p – уровень значимости, равный 0,05; n – количество параллельных определений, предусмотренных методом контроля.

Для наиболее распространенного случая, когда методом предусмотрено проведение двух параллельных определений ($n = 2$; $f_{rB} = 1$; $\chi_p^2(f_{rB}) = 3,841$) формула (1) имеет вид:

$$\frac{S_{rB}^2}{S_{rA}^2} \leq 3,841. \quad (2)$$

Стандартизированная разность средних значений характеризует систематическую ошибку (правильность) нового метода контроля. Для этого с помощью нового метода (метод В) и известного метода (метод А) проводят не менее четырех испытаний одного и того же образца топлива (масла). Разность между средними значениями $\bar{X}_A$ и $\bar{X}_B$ для методов А и В не является статистически значимой, если она не превышает удвоенного среднеквадратического значения $S = \sqrt{S_A^2 + S_B^2}$ выборочных стандартных отклонений средних значений для этих методов:

$$|\bar{X}_A - \bar{X}_B| \leq 2S \text{ или } \left| \frac{\bar{X}_A - \bar{X}_B}{S} \right| \leq 2, \quad (3)$$

где $S = \sqrt{S_A^2 + S_B^2}$ рассчитывается по формуле (4); $N \geq 5$ – количество выполненных испытаний.

$$S = \sqrt{S_A^2 + S_B^2} = \sqrt{\frac{S_{RA}^2 - 0,5 \cdot S_{rA}^2}{N} + \frac{S_{RB}^2 - 0,5 \cdot S_{rB}^2}{N}}, \quad (4)$$

Определение показателей точности метода контроля эксплуатационных свойств топлив (масел) позволяет оценить качество моделирования химмотологического процесса, разработки испытательного оборудования. Если при разработке средств и метода контроля обеспечено точное регулирование или постоянство большинства влияющих факторов (высокое качество моделирования), то:

– систематическая погрешность метода контроля будет статистически незначимой величиной, то есть будет выполняться условие:

$$\frac{\sigma_c}{\sigma_R} \leq \frac{1}{3}, \quad (5)$$

где σ_c – стандартное отклонение систематической погрешности; σ_R – стандартное отклонение воспроизводимости;

– случайная погрешность метода контроля не будет превышать 1/3 нижней границы диапазона контроля LD :

$$\sigma_R \leq \frac{LD}{3}. \quad (6)$$

Если при разработке средств и метода контроля обеспечено точное регулирование или постоянство основных влияющих факторов (удовлетворительное качество моделирования), то:

– систематическая погрешность метода контроля будет статистически незначимой величиной;

– случайная погрешность метода контроля не будет превышать нижней границы диапазона контроля LD :

$$\sigma_R < LD. \quad (7)$$

Если же условия (5) и (7) не выполняются, то качество разработки средств и метода контроля (моделирования химмотологического процесса) следует признать неудовлетворительным, необходимо провести поиск и устранение причин появления сверхнормативной погрешности.

Высокое и удовлетворительное качество моделирования химмотологического процесса свидетельствует о том, что новый метод контроля позволяет получать данные об эксплуатационных свойствах топлив (масел) адекватные реальным условиям применения исследуемых нефтепродуктов в двигателях.

Рассмотрим процедуру валидации методов контроля эксплуатационных свойств топлив и моторных масел на примере метода контроля термоокислительной стабильности топлив для реактивных двигателей в динамических условиях на установке ДТС-4 (далее метод ДТС-4).

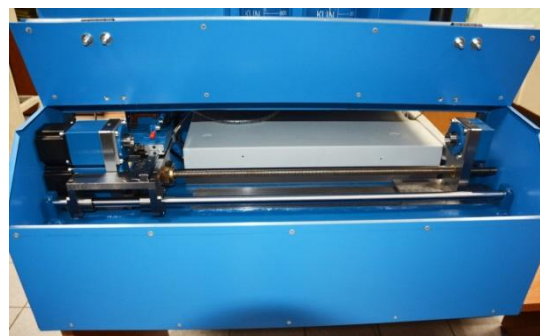
Методы (Methods)

Испытания проводятся на лабораторной установке ДТС-4 (рис. 1), которая состоит из гидравлического блока, устройства регистрации отложений и блока управления на базе панельного компьютера, размещенных в одном корпусе. Подробное описание лабораторной установки ДТС-4 приведено в работах [13, 14], её технические характеристики в таблице 1.

На базе лабораторной установки ДТС-4 разработан новый метод контроля термоокислительной стабильности топлив для реактивных двигателей в динамических условиях. Сущность метода заключается в оценке количества отложений, образующихся при окислении топлива для реактивных двигателей в условиях его прокачки по кольцевому каналу вдоль нагреваемой оценочной трубки, размещённой внутри канала, и через контрольный фильтр, а также температуры начала их образования. Продукты окисления накапливаются в виде отложений на поверхности оценочной трубки, понижая её светоотражательную способность, и на фильтроэлементе контрольного фильтра, увеличивая перепад давления на контрольном фильтре.



а) общий вид установки



б) устройство регистрации отложений

Рис. 1. Лабораторная установка ДТС-4: а) общий вид установки; б) устройство регистрации отложений

Fig. 1. DTS-4 laboratory installation: a) general view of the installation; b) sediment recording device

*Источник: составлено авторами Source: compiled by the author.

Таблица 1

Table 1

Технические характеристики установок ДТС
Technical characteristics of DTS installations

Наименование показателя	Значения показателя
Напряжение питания, В	220±20
Мощность, не более, Вт	1500
Габаритные размеры, мм: высота х ширина х глубина	700x800x700
Масса установки, кг	85
Диапазон изменения объемной скорости прокачки топлива по топливному контуру, см ³ /мин	(1 – 10) ±0,1
Максимальное давление топлива в топливном контуре, МПа	4±0,1
Максимальная температура рабочей поверхности оценочной трубки, °С	450
Температура топлива на входе в реактор, °С	230
Максимальный перепад давления на контрольном фильтре, кПа	100
Продолжительность испытания, ч	2,6
Объем топлива для одного испытания, дм ³	0,35

*Источник: составлено авторами Source: compiled by the author.

Испытания проводят следующим образом. Готовят к испытаниям оценочную трубку (удаляют отложения с помощью алмазной пасты и полируют до зеркального блеска) и проводят исходное сканирование трубки в устройстве регистрации отложений. Затем собирают и устанавливают контрольный блок, контрольный фильтр, заливают испытуемое топливо и проводят подготовку установки ДТС-4 к испытаниям. Включают топливный насос, проводят проверку герметичности установки, значений расхода топлива. Включают нагрев оценочной трубки. При достижении температуры стенки оценочной трубки значения $(270 \pm 1)^\circ\text{C}$ включают секундомер. Момент включения секундомера принимают за начало испытания. Во время испытания каждые 30 минут регистрируют перепад давления на контрольном фильтре и повторяют проверку расхода топлива. В случае увеличения перепада давления на контрольном фильтре до 100 кПа по истечении времени испытания, контролируют открытие байпасного клапана. Записывают время включения байпасного клапана.

Через 160 мин выключают нагрев оценочной трубки. Работу топливного насоса прекращают после уменьшения максимальной температуры стенки оценочной трубки до значения 45°C . После охлаждения контрольного блока проводят его демонтаж и разборку. Помещают оценочную трубку на 10 минут в контейнер с гептаном, извлекают ее, сушат на воздухе в течение 10 минут между листами фильтровальной бумаги. Сухую оценочную трубку помещают в устройство регистрации отложений и снимают диаграмму сканирования.

Контроль термоокислительной стабильности проводится по показателям:

- индекс термостабильности, ИТ (характеризует количество нерастворимых осадков, образующих отложения (оседающих) на элементах топливной системы);
- температура начала образования отложений, $T_{но}$ (характеризует максимальную температуру нагрева топлива, при которой начинается образование нерастворимых осадков);
- скорость перепада давления на фильтре, W_{ϕ} , кПа/мин (характеризует количество нерастворимых осадков, находящихся во взвешенном состоянии в топливе).

Скорость перепада давления W_{ϕ} вычисляют как отношение перепада давления ΔP наблюдаемого на контрольном фильтре к полному времени проведения испытания $\tau = 160$ мин или времени (τ , мин), необходимому для достижения максимального перепада давления $\Delta P = 100$ кПа:

$$W_{\phi} = \frac{\Delta P}{\tau}, \text{ кПа/мин.} \quad (8)$$

Индекс термостабильности и температуру начала образования отложений рассчитывают путем компьютерной обработки диаграмм сканирования оценочной трубки до и после испытания с помощью программы АУСЧ ДТС-4 [15].

Результаты (Results)

При проверке пригодности средств контроля определяли возможность установки ДТС-4 поддерживать в пределах допустимых значений заданные параметры испытания в течение периода времени в 3 раза превышающего установленную продолжительность испытания - 160 мин. Установлено, что установка ДТС-4 обеспечивает автоматическое поддержание заданных параметров испытания в течении 480 минут в допустимом интервале значений (табл. 2). На основании чего, был сделан вывод о соответствии установки ДТС-4 требованиям разрабатываемого метода.

Для установления диапазона значений контролируемых величин было проведено исследование 32 образцов топлив ТС-1, РТ, Т-6 и Т-8В различного компонентного и химического состава (табл. 3).

Таблица 2

Table 2

Сведения о стабильности поддержания на установке ДТС-4 заданных параметров испытания

Information on the stability of maintaining the set test parameters on the DTS-4 installation

Параметры испытания	Допустимый интервал значений	Продолжительность работы установки ДТС-4, мин							
		60	120	180	240	300	360	420	480
Температура стенки оценочной трубки, °С	269 – 271	270,5	270,0	269,8	270,5	270,3	269,7	270,2	270,1
Давление топлива, МПа	3,2 – 3,8	3,54	3,56	3,53	3,51	3,49	3,52	3,58	3,57
Расход топлива, см ³ /мин	1,4 – 1,6	1,52	1,53	1,52	1,50	1,49	1,50	1,54	1,53

*Источник: составлено авторами Source: compiled by the author.

Таблица 3

Table 3

Результаты испытаний по методу ДТС-4 образцов топлив с различным компонентным составом

Test results using the DTS-4 method for fuel samples with different component compositions

Компонентный состав топлива, % масс.			Массовая доля, %		Результаты испытания	
прямогонная фракция	гидроочищенная фракция	гидрокрекингговая фракция	серы	меркаптановой серы	$T_{но}$, °С	ИТ, ед.
100			0,0340	0,0007	126	1,18
100			0,0320	0,0006	131	1,27
63,2		36,8	0,1000	0,0019	132	0,98
100			0,0520	0,0015	134	1,4
100			0,0150	0,0013	142	1,16
	63	37	0,0100	0,0019	144	1,28
35	65		0,0150	0,0014	145	1,05
100			0,0300	0,001	145	1,05
100			0,0260	0,0009	147	1,29
5	95		0,0840	0,0021	149	0,82
90		10	0,0240	0,0026	150	1,35

5,3		94,7	0,0062	0,0008	151	0,59
100			0,0420	0,0018	153	0,99
5	95		0,1600	0,0021	162	0,77
5	95		0,0650	0,0017	165	1,17
12,3	87,7		0,0067	0,0008	165	0,71
34	66		0,0480	0,0008	168	0,85
	100		0,0030	0,0003	184	0,52
	100		0,0110	0,0003	184	0,78
	100		0,0010	0,0003	186	0,81
	100		0,0500	0,00025	186	0,55
		100	0,0008	0	191	0,51
	100		0,0480	0,0008	193	0,55
	100		0,0009	0	196	0,75
	100		0,0015	0,0003	201	0,4
	100		0,0020	0	201	0,48
	100		0,0030	0,002	205	0,84
	100		0,0080	0,0003	206	0,6
	100		0,0030	0	212	0,29
		100	0,0050	0	216	0,32
		100	0,0100	0	217	0,26
		100	0,0050	0	228	0,39

*Источник: составлено авторами Source: compiled by the author.

Из таблицы 3 следует, что для контролируемых величин можно выделить два базовых диапазона значений:

- для прямогонных и смесевых топлив для реактивных двигателей:
 - температура начала образования отложений от 126 до 170 °С;
 - индекс термостабильности от 0,59 до 1,4 усл. ед.;
- для гидрооблагороженных топлив для реактивных двигателей:
 - температура начала образования отложений от 180 до 228 °С;
 - индекс термостабильности от 0,26 до 0,84 усл. ед.

Установлено, что значения контролируемых показателей метода ДТС-4: температуры начала образования отложений и индекса термостабильности, в неявном виде зависят от химического и компонентного состава топлива – чем выше массовая доля общей и меркаптановой серы и прямогонной керосиновой фракции, тем ниже значения температуры начала образования отложений и выше индекс термостабильности (табл. 3). Аналогичный характер влияния компонентного и химического состава топлив отмечался ранее при исследовании термоокислительной стабильности топлив для реактивных двигателей на установках ДТС-2 [16].

Полученные результаты свидетельствуют об удовлетворительной ранжирующей способности метода ДТС-4, он позволяет выявлять образцы топлив с высокой (для сверхзвуковой авиации) и низкой (для дозвуковой авиации) термостабильностью.

Для обеспечения возможности реализации базовых процедур по обеспечению точности испытаний (настройки и регулировки испытательного оборудования, контроля за стабильностью работы оператора, установлению характеристик систематической погрешности) были выполнены исследования по разработке внутреннего стандарта метода ДТС-4 - контрольных образцов с постоянными, гарантировано воспроизводимыми значениями контролируемых величин. С учетом того, что метод ДТС-4 предназначен для контроля топлив для реактивных двигателей с двумя уровнями термоокислительной стабильности, было принято решение о разработке двух типов внутренних стандартов: ТОС ТРД 1, который должен воспроизводить уровень термоокислительной стабильности топлива ТС-1, и ТОС ТРД 2 – топлива марки РТ (табл. 4).

Для обоснования состава внутренних стандартов ТОС ТРД 1 и ТОС ТРД 2 была исследована термоокислительная стабильность индивидуальных углеводородов различных классов (ундекана, додекана, цетана, 1-децена, декалина, 1-метилнафталина), а также их смесей с сернистыми соединениями (1-гептантиолом, дибутилсульфидом). Установлено, что получение образцов, соответствующих требованиям таблицы 4, обеспечивают смеси следующего состава: ТОС ТРД 1 - 85% додекана + 14,95% ундекана и 0,05% 1-гептантиола, ТОС ТРД 2 – 85% масс. додекана и 15% масс. ундекана.

Таблица 4

Table 4

Требования к допустимому диапазону значений внутреннего стандарта метода ДТС-4
Requirements for the permissible range of values of the internal standard of the DTS-4 method

Показатель, единицы измерения	Допустимый диапазон значений	
	ТОС ТРД 1	ТОС ТРД 2
Индекс термостабильности, ед.	от 0,9 до 2,0	от 0,2 до 0,9
Температура начала образования отложений, °С	от 100 до 170	от 180 до 220

*Источник: составлено авторами Source: compiled by the author.

Валидированные значения внутренних стандартов серии ТОС ТРД (табл. 5) были установлены экспериментально по методике, приведенной в работе [11].

Таблица 5

Table 5

Валидированные значения внутреннего стандарта метода ДТС-4
Validated values of the internal standard of the DTS-4 method

Показатель, единицы измерения	Валидированное значение	
	ТОС ТРД 1	ТОС ТРД 2
Индекс термостабильности, ед.	1,9	0,5
Температура начала образования отложений, °С	132,7	212,8

*Источник: составлено авторами Source: compiled by the author.

С использованием внутренних стандартов серии ТОС ТРД и образцов товарных топлив был проведен эксперимент по установлению показателей прецизионности и точности метода ДТС-4. Эксперимент проводился в условиях внутрилабораторной прецизионности – привлекалось два оператора, использовался один экземпляр установки ДТС-4. Процедура эксперимента и обработки полученных результатов изложена в работах [11, 12]. Показатели точности методики ДТС-4 представлены в таблице 6. На основании проведенных исследований проведена аттестация метода ДТС-4, получено свидетельство об аттестации методики измерений № 01.00257-2013/14906-2019 от 26 ноября 2019 г., которая зарегистрирована в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений под номером ФР.1.31.2020.36086.

Исследование устойчивости (робастности) метода ДТС-4 заключалось в экспериментальной проверке выполнения условия⁶ (7) при проведении испытаний с отклонениями от значений указанных в таблице 2 на $\pm 5\%$ и $\pm 10\%$.

$$|\bar{X} - A| \leq \frac{1}{\sqrt{1,96}} \sqrt{(2,77\sigma_R)^2 - 0,5(2,77\sigma_r)^2}, \quad (9)$$

где $\bar{X}$ – результат испытания внутреннего стандарта; A – валидированное значение внутреннего стандарта; σ_R , σ_r – соответственно стандартное отклонение внутрилабораторной прецизионности и сходимости метода ДТС-4.

Таблица 6

Table 6

Показатели прецизионности и точности методики ДТС-4
Indicators of precision and accuracy of the DTS-4 methodology

Стандартное отклонение	Показатели, единицы измерения		
	Температура начала образования отложений, $T_{но}$, °С	Индекс термостабильности, ИТ, ед.	Скорость перепада давления, W , Па/мин
абсолютной погрешности	$0,0396T_{но} - 1,0026$	$0,1043ИТ + 0,1501$	$4 \cdot 10^{-5}W^2 + 0,145W + 1,06$
неисключенной систематической погрешности	$0,00675T_{но} - 0,4246$	$0,0139ИТ + 0,00258$	$0,0215W + 0,1333$
внутрилабораторной прецизионности	$0,0202T_{но} - 0,5115$	$0,0532ИТ + 0,0766$	$2 \cdot 10^{-5}W^2 + 0,074W + 0,54$
повторяемости	$0,0147T_{но} - 0,1094$	$0,0422ИТ + 0,0649$	$3 \cdot 10^{-5}W^2 + 0,049W + 0,45$

*Источник: составлено авторами Source: compiled by the author.

⁶ отклонение результата испытания внутреннего стандарта от его валидированного значения не должно превышать допустимое значение критической разности

Испытания проводили в условиях повторяемости с использованием внутренних стандартов ТОС ТРД 1 и ТОС ТРД 2. Каждый внутренний стандарт подвергался испытаниям в условиях соответствующих одновременному и однонаправленному изменению параметров испытаний. Установлено, что отклонения параметров испытаний сверхдопустимого на 5% не приводят к появлению сверхнормативной погрешности. Отклонения параметров на 10% являются недопустимыми, условие (9) не соблюдается (табл. 7).

Таблица 7

Table 7

Сведения об устойчивости метода ДТС-4 к отклонению от заданных параметров испытания

Information on the stability of the DTS-4 method to deviation from the specified test parameters

Параметры испытания	Исходные условия испытания	Изменения условий испытания			
		+5%	-5%	+10%	-10%
Температура стенки оценочной трубки, °C	270	285	256	298	242
Давление топлива, МПа	3,5	4,0	3,0	4,2	2,9
Расход топлива, см ³ /мин	1,5	1,7	1,3	1,8	1,3
Результат испытания					
ТОС ТРД 1:					
Температура начала образования отложений, °C					
наблюдаемая разность $ \bar{X} - A $	1,2	2,0	2,9	6,8	5,4
допустимое значение критической разности	3,4				
Индекс термостабильности, ед.					
наблюдаемая разность $ \bar{X} - A $	0,12	0,22	0,27	0,63	0,71
допустимое значение критической разности	0,29				
ТОС ТРД 2:					
Температура начала образования отложений, °C					
наблюдаемая разность $ \bar{X} - A $	3,8	4,2	5,7	10,4	9,8
допустимое значение критической разности	6,2				
Индекс термостабильности, ед.					
наблюдаемая разность $ \bar{X} - A $	0,09	0,13	0,15	0,64	0,42
допустимое значение критической разности	0,16				

*Источник: составлено авторами Source: compiled by the author.

Сравнение известного метода контроля термоокислительной стабильности топлив для реактивных двигателей в динамических условиях на установке ДТС-2 по ГОСТ РВ 9130-004-2019⁷ и вновь разработанного метода ДТС-4 показывает его преимущество по целому ряду позиций:

– условий испытания приближены к условиям, наблюдаемым в современных теплонепряженных авиационных газотурбинных двигателях, за счет повышения максимальной температуры рабочей поверхности оценочной трубки более чем в 2 раза – с 210 °C до 450 °C;

– за счет уменьшения габаритов реактора в 25 раз сократился объем топлива, необходимого для проведения испытания – с 9,0 дм³ до 0,35 дм³;

– за счет повышения давления в системе до 3,5 МПа сокращена продолжительность испытания в 2 раза – с 300 до 160 минут;

– за счет использования двух встроенных компьютеров и специально разработанного программного обеспечения автоматизирована процедура проведения испытания.

Результаты испытаний, получаемые на установке ДТС-4, хорошо прослеживаются к результатам, получаемым на установке ДТС-2 (рис. 2 и 3), корреляция между ними выражается зависимостями:

– по показателю «температура начала образования отложений»:

$$T_{\text{ноДТС-4}} = 9,1787 \cdot T_{\text{ноДТС-2}}^{0,6079}; \quad (10)$$

– по показателю «индекс термостабильности»:

$$ИТ_{\text{ДТС-4}} = 0,355 \cdot ИТ_{\text{ДТС-2}} + 0,1729. \quad (11)$$

⁷ ГОСТ РВ 9130-004-2019 Топлива для реактивных двигателей. Метод определения термоокислительной стабильности в динамических условиях. М.: Стандартинформ, 2020. 19 с.

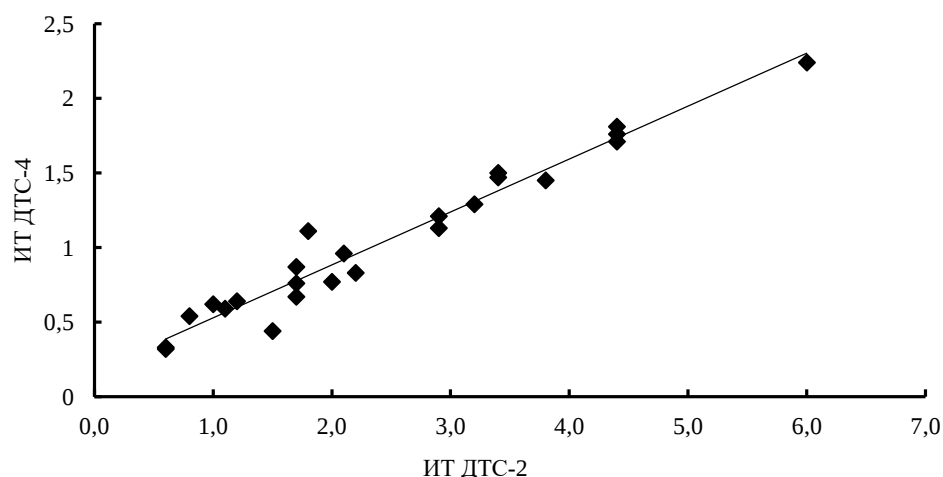


Рис. 2. Зависимость между значениями индекса термостабильности, определяемыми на установках ДТС-2 и ДТС-4, коэффициент корреляции 0,977

Fig. 2. The relationship between the values of the thermal stability index determined at the DTS-2 and DTS-4 installations, the correlation coefficient is 0.977

*Источник: составлено авторами Source: compiled by the author.

Значения средней скорости увеличения перепада давления на контрольном фильтре при испытаниях на ДТС-2 и ДТС-4 совпадают.

Сравнение характеристик повторяемости методов ДТС-4 и ДТС-2 проводили по критерию (1). Установлено, что для всего диапазона значений оцениваемых показателей отношение дисперсий повторяемости методик ДТС-4 и ДТС-2 меньше отношения квантиля χ^2 -распределения при вероятности $p = 0,05$ и числе степеней свободы $f_{TB} = 1$ к числу степеней свободы $f_{TB} = 1$ (табл. 8). Условие (1) выполнено, следовательно, прецизионность нового метода ДТС-4 находится на уровне прецизионности известной методики ДТС-2.

Правильность метода ДТС-4 (наличие систематической погрешности в получаемых результатах) оценивали путем сопоставления представительного множества результатов испытаний внутренних стандартов ТОС ТРД 1 и ТОС ТРД 2. Расчеты проводили по модифицированному критерию (2).

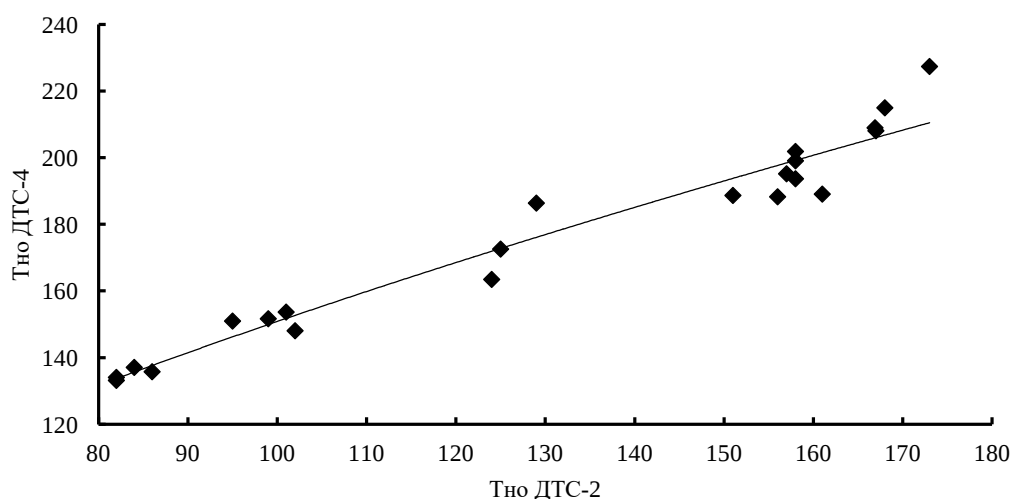


Рис. 3. Зависимость между значениями температуры начала образования отложений, определяемыми на установках ДТС-2 и ДТС-4, коэффициент корреляции 0,980

Fig. 3. The relationship between the temperature values of the beginning of sediment formation, determined at the DTS-2 and DTS-4 installations, the correlation coefficient is 0.980

*Источник: составлено авторами Source: compiled by the author.

Таблица 8
Table 8Сравнение характеристик повторяемости методов ДТС-4 и ДТС-2
Comparison of the repeatability characteristics of DTS-4 and DTS-2 methods

	Температура начала образования отложений, °С	Индекс термостабильности, ед.	Скорость перепада давления, Па/мин
Дисперсия повторяемости ДТС-4, $\sigma_{\text{ДТС-4}}^2$			
min	2,74	0,0054	0,249
max	12,71	0,0223	93,065
Дисперсия повторяемости ДТС-2, $\sigma_{\text{ДТС-2}}^2$			
min	6,30	0,0067	3,459
max	9,99	0,0100	27,457
Отношение $\sigma_{\text{ДТС-4}}^2 / \sigma_{\text{ДТС-2}}^2$			
min	0,435	0,800	0,072
max	1,273	2,229	3,389
Квантиль хи-квадрат	3,841	3,841	3,841

*Источник: составлено авторами Source: compiled by the author.

Если модуль разности между валидированным значением внутреннего стандарта A и общим средним результатом испытаний $\bar{X}$ не превышает удвоенное стандартное отклонение общего среднего, то можно считать, что новый метод ДТС-4 имеет удовлетворительную правильность, то есть найденное значение математического ожидания систематической погрешности не является статистически значимым⁸:

$$|A - \bar{X}| \leq 2 \cdot \sqrt{\frac{S_R^2 - 0,5S_F^2}{N}}, \quad (12)$$

где S_R^2 , S_F^2 – соответственно дисперсия воспроизводимости и повторяемости метода ДТС-4; N – количество испытанных образцов.

Для этого в условиях внутрилабораторной прецизионности по четыре раза ($N = 4$) проводили испытания по методу ДТС-4. Установлено, что во всех случаях разность между средними наблюдаемыми значениями не является статистически значимой, так как она не превышает удвоенного стандартного отклонения общего среднего (табл. 9).

Обобщенную оценку качества моделирования процесса образования отложений, разработки установки ДТС-4 давали по критериям (5) - (7) с использованием данных приведенных в таблицах 3 и 6. Установлено, что отношение стандартного отклонения неисключенной систематической погрешности σ_c к стандартному отклонению внутрилабораторной прецизионности σ_R имеет значения в диапазоне от 0,061 до 0,278 (табл. 10). Следовательно, условие (5) выполнено – не исключенная систематическая погрешность метода ДТС-4 является статистически незначимой величиной.

Таблица 9
Table 9Проверка значимости систематической погрешности метода ДТС-4
Checking the significance of the systematic error of the DTS-4 method

	Температура начала образования отложений, °С	Индекс термостабильности, ед.
ТОС ТРД 1		
Общее среднее значение	131,4	2,02
Валидированное значение	132,7	1,90
Разность	1,3	0,12
Удвоенное стандартное отклонение общего среднего	1,73	0,145
ТОС ТРД 2		
Общее среднее значение	215,5	0,44
Валидированное значение	212,8	0,50
Разность	2,7	0,06
Удвоенное стандартное отклонение общего среднего	3,13	0,083

*Источник: составлено авторами Source: compiled by the author.

⁸ ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике. – М.: Стандартинформ, 2006 – 50 с.

Сравнение данных таблицы 10 по 1/3 нижней границы диапазона измерений и стандартного отклонения внутрилабораторной прецизионности показывает, что условие (6) не выполняется для показателей «индекс термостабильности» и «скорость перепада давления».

Таблица 10

Table 10

Расчет критериев (5) – (7) для проверки качества моделирования химмотологического процесса образования отложений

Calculation of criteria (5) – (7) to verify the quality of modeling of the chemical process of sediment formation

	Температура начала образования отложений, °C	Индекс термостабильности, ед.	Скорость перепада давления, Па/мин
Диапазон значений			
1/3 нижней границы	40	0,0667	0,3333
min	120	0,2	1
max	250	2	170
Стандартное отклонение неисклученной систематической погрешности, σ_c			
min	0,39	0,0054	0,155
max	1,26	0,0304	3,788
Стандартное отклонение внутрилабораторной прецизионности, σ_R			
min	1,91	0,0872	0,6140
max	4,54	0,1830	13,6980
Отношение σ_c/σ_R			
min	0,202	0,061	0,252
max	0,278	0,166	0,277

**Источник: составлено авторами Source: compiled by the author.*

Однако для всех оценочных показателей метода ДТС-4 выполняется условие (7) - стандартное отклонение внутрилабораторной прецизионности не превышает нижней границы диапазона измерений. Следовательно, при разработке метода ДТС и установки ДТС-4 обеспечено точное регулирование или постоянство основных влияющих факторов, что обеспечивает удовлетворительное качество моделирования процесса образования отложений.

Заключение (Conclusions)

Опыт работы по валидации метода ДТС-4 показывает, что разработанная процедура валидации методов контроля эксплуатационных свойств топлив и моторных масел обеспечивает получение достаточного количества объективных данных о том, что новый метод контроля позволяют получить достоверную информацию о заданном эксплуатационном свойстве исследуемого нефтепродукта.

В ходе валидации метода ДТС-4 были разработаны два типа внутреннего стандарта ТОС ТРД 1 и ТОС ТРД 2, а также экспериментально установлены:

- показатели прецизионности и точности метода ДТС-4;
- способность лабораторной установки ДТС-4 поддерживать в пределах допустимых значений заданные параметры испытания в течение длительного периода времени;
- диапазон значений контролируемых величин (температуры начала образования отложений, индекса термостабильности), характерный для основных марок топлив для реактивных двигателей.

При исследовании чувствительность метода ДТС-4 к изменениям в составе топлив установлено, что значения контролируемых величин в неявном виде зависят от химического и компонентного состава топлива, и он позволяет выявлять образцы топлив с высокой (для сверхзвуковой авиации) и низкой (для дозвуковой авиации) термостабильностью.

При исследовании устойчивости (робастности) метода ДТС-4 установлено, что допустимо отклонение параметров испытаний на 5%, так как это не приводит к появлению сверхнормативной погрешности.

В ходе сравнения нового метода ДТС-4 с известным методом ДТС-2 установлены корреляционные зависимости между получаемыми результатами, показано преимущество метода ДТС-4.

На основании расчета характеристик систематической и случайной погрешности доказано, что при разработке метода и установки ДТС-4 достигнуто точное регулирование (постоянство) основных влияющих факторов, что обеспечивает удовлетворительное качество моделирования процесса образования отложений. Следовательно, метод ДТС-4 позволяет получать данные о склонности топлив для реактивных двигателей адекватные реальным условиям применения исследуемых топлив в газотурбинных двигателях.

Литература

1. Володарский Е.Т., Кошечая Л.А. Валидация методик измерений при аккредитации испытательных лабораторий // Технологический аудит и резервы производства. 2014. № 1. С. 9-11.
2. Коробейников С.М., Лютикова М.Н. Методы контроля влагосодержания жидких диэлектриков. Состояние и проблемы // Известия высших учебных заведений. Проблемы энергетики. 2017. Т. 19. № 9-10. С. 32-49.
3. Гизатуллин А.Р., Филимонова А.А., Чичирова Н.Д. Разработка и верификация многокомпонентной модели паровой конверсии метана // Известия высших учебных заведений. Проблемы энергетики. 2024. Т. 26. № 4. С. 124-135.
4. Гарифуллин М.Ш., Слободина Ю.Н., Бикзинуров А.Р., и др. Исследование содержания непредельных углеводородов в трансформаторных маслах с помощью ИК-спектроскопии // Известия высших учебных заведений. Проблемы энергетики. 2023. Т. 25. № 5. С. 3-19.
5. Гунар О. В., Буйлова И. А., Колосова Л. В., и др. Применение валидационных исследований для оценки микробиологических методик // Ведомости Научного центра экспертизы средств медицинского применения. 2013. №3. С.4-7. Доступно по: <https://www.vedomostinacesmp.ru/jour/issue/view/28>. Ссылка активна на 04 марта 2025 г.
6. EURACHEM Guide. The Fitness for Purpose of Analytical Methods. A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics. – second edition, 2014. – 69 p.
7. Шаталов К.В. Метрологическое обеспечение испытаний нефтепродуктов: монография. – М.: Изд-во «Первый том», 2021. – 1088 с.
8. Validation of Analytical Procedures: Methodology/ ICH Q2B /CGMP/ICH/281/95
9. Ваганова О.А., Касакин И.А., Скобелев Д.О. Валидация аналитических методик // Методы оценки соответствия. 2007. № 8. С. 12-14.
10. Зеленская Р.Г., Резников В.Д., Белянчиков Г.П., и др. Эталонные моторные масла // Сборник трудов ВНИИ НП, Вып. XXV. Новые методы испытания моторных масел. – М.: ЦНИИТЭнефтехим, 1977. С.24-30.
11. Шаталов К.В. Новый способ определения показателей прецизионности и точности методик лабораторно-стендовых испытаний нефтепродуктов // Труды 25 ГосНИИ МО РФ. Вып. 61. 2023. С. 257 – 274.
12. Шаталов К.В. Робастные процедуры оценки показателей прецизионности и точности методик измерений величин, характеризующих состав и свойств нефтепродуктов // Южно-Сибирский научный вестник. 2022. № 4. – С.67-73. Доступно по: <http://s-sibsb.ru>. Ссылка активна на 14 февраля 2025 г.
13. Астафьев В.А., Анисимов Д.И., Шаталов К.В. Установка для определения термоокислительной стабильности топлив в динамических условиях. Патент РФ на изобретение № 2609861. 06.02.2017, Бюл. № 6.
14. Шаталов К.В., Волгин С.Н. Методы оценки склонности к образованию отложений и сохраняемости топлив для реактивных двигателей // Химия и технология топлив и масел. 2024. № 6. С. 22-30.
15. Анисимов Д.И., Журавлева В.Д., Лихтерова Н.М. Программа «АУСЧ ДТС-4» автоматического управления считывающим устройством установки ДТС-4 для оценки термоокислительной стабильности в динамических условиях топлив для реактивных двигателей. Свидетельство о регистрации программы для ЭВМ № 2021662868. 06.08.2021.
16. Гладких В.А., Серегин Е.П., Сашевский В.В., и др. Определение термической стабильности реактивных топлив в динамических условиях // Химия и технология топлив и масел. 1977. № 2. С.48-51.

Авторы публикации

Шаталов Константин Васильевич – канд. техн. наук, доцент, начальник отдела квалификационных испытаний топлив и масел 25 ГосНИИ химмотологии Минобороны России, г. Москва, Россия. E-mail: 1499090@mail.ru

Зверева Эльвира Рафиковна – д-р техн. наук, доцент, профессор кафедры «Инженерная экология и безопасность труда» Казанского государственного энергетического университета (КГЭУ), г. Казань, Россия. E-mail: 6elvira6@list.ru

References

1. Volodarskiy ET, Koshevaya LA. Validaciya metodik izmerenij pri akkreditacii ispytatel'nyh laboratorij. *Tekhnologicheskij audit i rezervy proizvodstva*. 2014; 1: 9-11. (In Russ)
2. Korobeynikov SM, Lyutikova MN. Liquid insulating materials moisture content control methods. Condition and problems. *Power engineering: research, equipment, technology*. 2017; 19(9-10): 32-49. (In Russ). doi: 10.30724/1998-9903-2017-19-9-10-32-49
3. Gizzatullin AR, Filimonova AA, Chichirova ND. Development and verification of a multicomponent model for steam methane reforming // *Power engineering: research, equipment, technology*. 2024; 26(4): 124-135. (In Russ). doi: 10.30724/1998-9903-2024-26-4-124-135
4. Garifullin MSh, Slobodina YN, Bikzinurov AR., et al. Investigation of the content of unsaturated hydrocarbons in transformer oils using IR spectroscopy. *Power engineering: research, equipment, technology*. 2023; 25(5): 3-19. (In Russ). doi: 10.30724/1998-9903-2023-25-5-3-19
5. Gunar OV, Bujlova IA, Kolosova LV., et al. Primenenie validacionnykh issledovanij dlya ocenki mikrobiologicheskikh metodik. *Vedomosti Nauchnogo centra ekspertizy sredstv medicinskogo primeneniya*. 2013; 3: 4-7. (In Russ).
6. EURACHEM Guide. The Fitness for Purpose of Analytical Methods. A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics. – second edition, 2014.
7. Shatalov KV. *Metrologicheskoe obespechenie ispytaniy nefteproduktov: monografiya*. – Moscow: «Pervyj tom»; 2021. (In Russ).
8. Validation of Analytical Procedures: Methodology/ ICH Q2B /CGMP/ICH/281/95.
9. Vaganova OA, Kasakin IA, Skobelev DO. Validaciya analiticheskikh metodik. *Metody ocenki sootvetstviya*. 2007; 8: 12-14. (In Russ).
10. Zelenskaya RG, Reznikov VD, Belyanchikov GP., et al. Etalonnye motornye masla. *Sbornik trudov VNII NP. Novye metody ispytaniya motornykh masel*. 1977; XXV: 24-30. (In Russ).
11. Shatalov KV. Novyj sposob opredeleniya pokazatelej precizionnosti i tochnosti metodik laboratorno-stendovykh ispytaniy nefteproduktov. *Trudy 25 GosNII MO RF*. 2023; 61:257 – 274. (In Russ).
12. Shatalov KV. Robastnye procedury ocenki pokazatelej precizionnosti i tochnosti metodik izmerenij velichin, karakterizuyushchih sostav i svoystv nefteproduktov. *Yuzhno-Sibirskij nauchnyj vestnik*. 2022; 4:67-73. Available at: <http://s-sibsb.ru>. Accessed: 14 Feb 2025. (In Russ).
13. Astafev VA, Anisimov DI, Shatalov KV. *Ustanovka dlya opredeleniya termookislitel'noj stabil'nosti topliv v dinamicheskikh usloviyah*. Patent RUS № 2609861. 06.02.2017, Byul. № 6. (In Russ).
14. Shatalov KV, Volgin SN. Metody ocenki sklonnosti k obrazovaniyu otlozhenij i sohranyaemosti topliv dlya reaktivnykh dvigatelej. *Himiya i tekhnologiya topliv i masel*. 2024; 6: 22-30. (In Russ).
15. Anisimov DI, Zhuravleva VD, Lihterova NM. *Programma «AUSCh DTS-4» avtomaticheskogo upravleniya schityvayushchim ustrojstvom ustanovki DTS-4 dlya ocenki termookislitel'noj stabil'nosti v dinamicheskikh usloviyah topliv dlya reaktivnykh dvigatelej*. Svidetel'stvo o registracii programmy dlya EVM № 2021662868. 06.08.2021. (In Russ).
16. Gladkih VA, Seregin EP, Sashevskij VV., et al. Opredelenie termicheskoy stabil'nosti reaktivnykh topliv v dinamicheskikh usloviyah. *Himiya i tekhnologiya topliv i masel*. 1977; 2: 48-51. (In Russ).

Authors of the publication

Konstantin V. Shatalov – 25-th State Research Institute of Chemmotology, Ministry of Defense of the Russian Federation, Moscow, Russia. E-mail: 1499090@mail.ru

Elvira R. Zvereva – Kazan State Power Engineering University, Kazan, Russia. E-mail: 6elvira6@list.ru

Шифр научной специальности: 2.2.8. Методы и приборы контроля и диагностики материалов, изделий, веществ и природной среды

Получено

09.03.2025 г.

Отредактировано

01.04.2025 г.

Принято

11.04.2025 г.