ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 70391— 2022

МАСЛА ТУРБИННЫЕ ЭКСПЛУАТАЦИОННЫЕ

Определение нерастворимых продуктов деградации методом колориметрии осадка на мембранном фильтре

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Российский институт стандартизации» (ФГБУ «РСТ»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 031 «Нефтяные топлива и смазочные материалы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 октября 2022 г. № 1123-ст

4 В настоящем стандарте учтены основные нормативные положения стандарта АСТМ Д7843—21 «Стандартный метод измерения образовавшихся цветных частиц в эксплуатационных турбинных маслах методом колориметрии осадка на мембранном фильтре» [ASTM D7842—21 «Standard test method for measurement of lubricant generated insoluble color bodies in in-service turbine oils using membrane patch colorimetry», NEQ]

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2022

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МАСЛА ТУРБИННЫЕ ЭКСПЛУАТАЦИОННЫЕ

Определение нерастворимых продуктов деградации методом колориметрии осадка на мембранном фильтре

In-service turbine oils. Determination of insoluble degradation products by membrane patch colorimetry

Дата введения — 2023—01—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает определение нерастворимых продуктов деградации в турбинных эксплуатационных маслах методом колориметрии осадка с использованием мембранного нитроцеллюлозного фильтра диаметром 47 мм с размером пор 0,45 мкм.

1.2 Настоящий стандарт не применим для турбинных эксплуатационных масел, содержащих красители.

1.3 Настоящий стандарт можно использовать в качестве руководства по исследованию образования нерастворимых отложений при применении смазочных материалов.

1.4 Результаты определения по настоящему стандарту могут быть использованы в качестве инструмента отслеживания трендов состояния масла в рамках комплексной программы (например, см. [1]).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 2517 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 31873 Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **цветовые шкалы CIELAB** (CIELAB color scales): Цветовые шкалы CIE 1976 L^*, a^*, b^*, основанные на системе противоположных цветов, где значение параметра a^* является положительным в направлении красного цвета и отрицательным в направлении зеленого цвета; значение параметра b^*

Издание официальное

является положительным в направлении желтого цвета и отрицательным в направлении синего цвета; значение параметра L^* является положительным в направлении светлого цвета и отрицательным в направлении темного цвета.

3.2 **эксплуатационное масло** (in-service oil): Смазочное масло, присутствующее в машине (двигателе, редукторе, трансформаторе, турбине и т. д.), которое находилось при рабочей температуре не менее одного часа.

3.3 **цвет осадка на мембранном фильтре** (membrane color): Визуальная оценка частиц механических примесей на мембранном фильтре по цветовым стандартам АСТМ.

3.4 **мембранный фильтр** (membrane filter): Пористый предмет с точно заданным размером пор, через который пропускают жидкость для отделения суспендированного нерастворимого материала.

3.5 **лак** (varnish): Тонкое, твердое, блестящее, нерастворимое в масле отложение, состоящее в основном из органических остатков и легко определяемое по интенсивности цвета.

Примечание — Лак сложно удалить путем протирания чистым, сухим, мягким, безворсовым протирочным материалом; он устойчив к воздействию алифатических растворителей. Цвет лака может быть разным, но обычно он бывает серого, коричневого или янтарного оттенков.

3.6 **период выдерживания** (incubation period): Промежуток времени, в течение которого предварительно нагретую пробу эксплуатационного масла выдерживают в темноте для формирования стабильной суспензии окрашенных частиц.

4 Сущность метода

Сущность метода заключается в экстрагировании нерастворимых загрязняющих примесей из образца эксплуатируемого масла с последующем анализом цвета осадка на мембранном фильтре с помощью спектрофотометра. Результаты анализа выражают в виде условного значения ΔE по цветовой шкале CIE LAB.

5 Аппаратура

5.1 Использование аппаратуры, отличной от приведенной, в особенности мембранных фильтров, или изменение установочных параметров вакуумного насоса могут оказать существенное влияние на результаты испытания. При использовании мембранного фильтра другого типа необходимо убедиться, что такой фильтр обеспечивает получение равноценных и достоверных результатов испытания

5.2 Фильтр мембранный нитроцеллюлозный диаметром 47 мм с размером пор 0,45 мкм.

5.3 Пинцет, гладкий.

5.4 Держатель мембранного фильтра из боросиликатного стекла (воронка для фильтрования).

5.5 Колба фильтровальная из боросиликатного стекла.

5.6 Бутылка промывочная с мембранами с размером пор 0,22 мкм.

5.7 Источник вакуума, способный поддерживать разрежение (71 ± 5) кПа.

5.8 Цилиндр градуированный вместимостью 150—200 $см^3$.

5.9 Стакан вместимостью 100—250 $см^3$.

5.10 Чашка Петри.

5.11 Спектрофотометр с возможностью анализа стандартной 15-миллиметровой мишени с геометрией измерения 0°/45°, углом наблюдения 10°, минимальным разрешением спектральных интервалов 10 нм, видимым спектральным диапазоном от 400 до 700 нм и показателями измерения по шкале CIELAB.

5.12 Термостат, обеспечивающий условия проведения испытаний.

5.13 Допускается использовать аппаратуру, отличную от указанной, с характеристиками не хуже установленных настоящим стандартом и обеспечивающую получение достоверных результатов определения.

6 Реактивы и материалы

6.1 Во всех испытаниях используют химические вещества квалификации ч. д. а.

6.2 Нефтяной растворитель (петролейный эфир) с пределами выкипания от 35 °С до 60 °С.

Примечание — Петролейный эфир является чрезвычайно огнеопасным. Вреден при вдыхании. Пары легко воспламеняются от электростатических разрядов, вызывая мгновенное возгорание.

6.3 Допускается использовать реактивы и материалы, отличные от указанных, с характеристиками не хуже установленных настоящим стандартом и обеспечивающие получение достоверных результатов определения.

7 Отбор проб

7.1 Отбирают представительную пробу испытуемого материала объемом не менее 60 $см^3$ по ГОСТ 2517 или ГОСТ 31873.

Примечание — Используемый контейнер для пробы должен исключать воздействие ультрафиолетового излучения, поскольку масло чувствительно к освещению и солнечному свету. Флуоресцентное излучение содержит УФ-компоненты и способствует увеличению уровня отложений. Такое воздействие может произойти как при отборе пробы, так и в течение периода выдерживания. Темные лабораторные бутылки с широким горлом из полиэтилена высокой плотности (HDPE) защищают пробу масла от воздействия УФ-излучения. Допускается использовать другие полупрозрачные или прозрачные бутылки для проб при условии, что сразу после отбора проб и затем в течение периода нагревания/периода выдерживания они будут помещены в упаковку или хранилище, исключающие попадание света. Для этих целей подходят цилиндрические картонные упаковочные контейнеры.

7.2 Нагревают пробу до температуры от 60 °С до 65 °С в течение периода от 23 до 25 ч, затем выдерживают в течение периода от 68 до 76 ч (период выдерживания) при температуре от 15 °С до 25 °С, защищая от УФ-излучения. Пробы, испытываемые без выдерживания, могут давать меньше окрашенных продуктов деградации на мембранном фильтре, что приведет к занижению величины ΔE и снижению ценности анализа трендов.

Примечание — Допускается по согласованию с конечным пользователем испытывать пробы через более длительные или более короткие интервалы времени. Выбранная продолжительность выдерживания пробы может оказывать влияние на количество осадка и, следовательно, на результаты испытаний. В ряде случаев рекомендуется проводить дополнительные испытания одной пробы с различными периодами выдерживания для получения полного представления о процессах, протекающих в эксплуатируемой системе.

8 Проведение испытания

8.1 Подготовка образцов и материалов

8.1.1 Энергично перемешивают пробу не менее 15 с для равномерного повторного суспендирования нерастворимых продуктов деградации. Перед отбором испытуемого образца визуально осматривают внутреннюю поверхность бутылки на наличие прилипших частиц материала.

Примечание — Если прилипший материал невозможно удалить из бутылки после нескольких попыток интенсивного перемешивания, регистрируют это в протоколе испытаний.

8.1.2 Переносят (50 ± 1) $см^3$ пробы в чистый стакан.

8.1.3 Добавляют примерно (50 ± 1) $см^3$ нефтяного растворителя в стакан с образцом.

8.1.4 Перемешивают образец в течение примерно 30 с для достижения полного растворения (и полного смешения).

8.1.5 Переносят образец в фильтровальную воронку (держатель фильтра из боросиликатного стекла) в течение 1—2 мин после смешивания с растворителем.

8.2 Фильтрование

8.2.1 Устанавливают мембранный фильтр в центре держателя фильтра при помощи пинцета.

8.2.2 Устанавливают фильтровальную воронку в фильтровальную колбу и надежно закрепляют зажимом.

8.2.3 Создают вакуум, следя за тем, чтобы достигалось и поддерживалось разрежение не более 76 кПа.

8.2.4 Промывают стакан, в котором находился разбавленный растворителем образец, двумя порциями нефтяного растворителя не менее 35 $см^3$ каждая и выливают промывочную жидкость в фильтровальную колбу.

8.2.5 Дают фильтрату полностью стечь в фильтровальную колбу.

8.2.6 Осторожно ослабевают зажим и снимают воронку. Смывают со стенок воронки оставшиеся на внутренней поверхности нерастворимые продукты деградации нефтяным растворителем на мембранный фильтр. Осторожно промывают мембранный фильтр, особенно его края, нефтяным растворителем из промывочной бутылки.

Примечание — Если на высушенном мембранном фильтре не остается какая-то часть осадка (или не удерживается на его поверхности), определение повторяют.

8.2.7 Осторожно сбрасывают вакуум.

8.2.8 Пинцетом помещают мембранный фильтр в чистую сухую чашку Петри. Для облегчения работы мембранные фильтры можно класть на чистые стеклянные стержни, помещенные в чашку Петри.

8.2.9 Сушат мембранный фильтр, помещая его в нагревательный аппарат, обеспечивающий слабый нагрев, без источников открытого пламени, которые могут вызвать воспламенение горючих паров, или выдерживая фильтр на воздухе (как правило, в течение 3 ч) при отсутствии источников пыли. Степень сухости оценивают путем визуального сравнения белого цвета по краям мембранного фильтра с цветом нового мембранного фильтра.

8.3 Определение цвета осадка на мембранном фильтре

8.3.1 Калибруют спектрофотометр с использованием фильтра после фильтрования чистого растворителя для установки фонового белого цвета.

8.3.2 Выполняют калибровку в соответствии с инструкцией изготовителя прибора.

8.3.3 Анализируют осадок на испытуемом мембранном фильтре в соответствии с инструкцией изготовителя спектрофотометра.

8.3.4 Определяют цвет осадка на мембранном фильтре в соответствии с инструкцией изготовителя спектрофотометра для получения значения ΔE по шкале CIELAB.

9 Обработка результатов

9.1 Равноконтрастное цветовое пространство CIE 1976 *L* a* b** и уравнение цветового различия

9.1.1 Систему с приблизительно равноконтрастным цветовым пространством (см. [2]) получают путем нанесения в декартовых координатах величин L^*, a^*, b^*, вычисляемых по следующим формулам:

$$L^* = 116\sqrt[3]{\frac{Y}{Y_n}} - 16; \quad (1)$$

$$a^* = 500\left(\sqrt[3]{\frac{X}{X_n}} - \sqrt[3]{\frac{Y}{Y_n}}\right); \quad (2)$$

$$b^* = 200\left(\sqrt[3]{\frac{Y}{Y_n}} - \sqrt[3]{\frac{Z}{Z_n}}\right); \quad (3)$$

$$\frac{X}{X_n};\ \frac{Y}{Y_n};\ \frac{Z}{Z_n} > 0{,}01. \quad (4)$$

9.1.2 Цветовые координаты X_n, Y_n, Z_n определяют цвет нормализованной белой точки, в данном случае — цвет нового мембранного фильтра. В данных условиях X_n, Y_n, Z_n представляют собой цветовые координаты при стандартном угле наблюдения 10° и освещении D65.

9.1.3 Полное цветовое различие ΔE^*_{ab} между двумя цветами, заданными в координатах L^*, a^*, b^*, вычисляют по формуле

$$\Delta E^*_{ab} = \sqrt{\left(\Delta L^*\right)^2 + \left(\Delta a^*\right)^2 + \left(\Delta b^*\right)^2}. \quad (5)$$

9.2 Протокол испытаний

9.2.1 Регистрируют значения ΔE с точностью до одного десятичного знака.

9.2.2 Регистрируют длительность периода выдерживания после нагревания вместе со значением ΔE.

9.2.3 Регистрируют любые отклонения от указанной процедуры.

10 Прецизионность

10.1 Прецизионность данного метода испытаний установлена по результатам межлабораторных испытаний, проведенных АСТМ в 2011 г. В испытаниях принимали участие 12 лабораторий, испытывали семь различных турбинных масел в течение трех- и пятидневных периодов. Лаборатории сообщали результаты повторных испытаний. При разработке плана испытаний использовали [3].

10.1.1 Предел повторяемости *r*

Результаты двух испытаний, полученные в одной лаборатории, признают неэквивалентными, если они отличаются более чем на величину *r* для данного испытуемого материала; величина *r* представляет собой интервал, который характеризует предельно допустимое расхождение между результатами двух испытаний одного и того же образца, полученными одним оператором на одном и том же оборудовании в один и тот же день в одной и той же лаборатории.

Пределы повторяемости приведены в таблицах 1 и 2.

10.1.2 Предел воспроизводимости *R*

Результаты двух испытаний признают неэквивалентными, если они отличаются более чем на величину *R* для данного испытуемого материала; величина *R* представляет собой интервал, который характеризует предельно допустимое расхождение между результатами двух испытаний одного и того же образца, полученными разными операторами с использованием разного оборудования в разных лабораториях.

Пределы воспроизводимости приведены в таблицах 1 и 2.

Таблица 1 — Прецизионность при нагревании и выдерживании в течение 72 ч (3 дней)

Материал	Среднее арифметическое значение $\bar{x}$	Среднеквадратическое отклонение повторяемости s_r	Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости s_R	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R
Образец 1	15,332	0,861	3,169	2,410	8,874
Образец 2	7,409	0,910	2,830	2,547	7,925
Образец 3	6,970	0,839	3,085	2,349	8,637
Образец 4	3,472	0,468	2,047	1,309	5,732
Образец 5	6,993	0,852	2,968	2,386	8,309
Образец 6	34,258	3,656	11,556	10,236	32,357
Образец 7	3,475	0,176	1,647	0,494	4,611

Таблица 2 — Прецизионность для нагревания и выдерживания в течение 120 ч (5 дней)

Материал	Среднее арифметическое значение $\bar{x}$	Среднеквадратическое отклонение повторяемости s_r	Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости s_R	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R
Образец 1	17,125	1,530	4,287	4,284	12,004
Образец 2	7,618	0,715	2,919	2,003	8,174
Образец 3	7,473	0,710	3,000	1,989	8,401
Образец 4	3,584	0,519	1,872	1,452	5,242
Образец 5	7,883	0,620	3,132	1,736	8,770
Образец 6	38,615	4,889	12,300	13,690	34,439
Образец 7	3,867	0,437	1,568	1,223	4,392

10.1.3 Использование вышеупомянутых терминов «предел повторяемости» и «предел воспроизводимости» — см. [4].

10.1.4 Любая оценка по 11.1.1 и 11.1.2 будет верной с доверительной вероятностью 95 %.

10.2 Показатели прецизионности были определены путем статистической обработки 312 результатов испытаний семи турбинных масел, проведенных в 12 лабораториях. Программа испытаний была следующей:

образец 1: 1 сентября 2011 г., нагревание в течение 3 дней — выдерживание в течение 3 дней после нагревания + 1 сентября 2011 г., нагревание в течение 5 дней — выдерживание в течение 5 дней после нагревания;

образец 2: 2 сентября 2011 г., нагревание в течение 3 дней — выдерживание в течение 3 дней после нагревания + 2 сентября 2011 г., нагревание в течение 5 дней — выдерживание в течение 5 дней после нагревания;

образец 3: 3 сентября 2011 г., нагревание в течение 3 дней — выдерживание в течение 3 дней после нагревания + 3 сентября 2011 г., нагревание в течение 5 дней — выдерживание в течение 5 дней после нагревания;

образец 4: 4 сентября 2011 г., нагревание в течение 3 дней — выдерживание в течение 3 дней после нагревания + 4 сентября 2011 г., нагревание в течение 5 дней — выдерживание в течение 5 дней после нагревания;

образец 5: 5 сентября 2011 г., нагревание в течение 3 дней — выдерживание в течение 3 дней после нагревания + 5 сентября 2011 г., нагревание в течение 5 дней — выдерживание в течение 5 дней после нагревания;

образец 6: 6 сентября 2011 г., нагревание в течение 3 дней — выдерживание в течение 3 дней после нагревания + 6 сентября 2011 г., нагревание в течение 5 дней — выдерживание в течение 5 дней после нагревания;

образец 7: 7 сентября 2011 г., нагревание в течение 3 дней — выдерживание в течение 3 дней после нагревания + 7 сентября 2011 г., нагревание в течение 5 дней — выдерживание в течение 5 дней после нагревания.

Библиография

[1] АСТМ Д4378 Стандартная практика мониторинга эксплуатируемых минеральных турбинных масел для паровых, газовых и турбин комбинированного цикла

(ASTM D4378) (Standard practice for in-service monitoring of mineral turbine oils for steam, gas, and combined cycle turbines)

[2] АСТМ Е308 Стандартная практика вычисления цвета объектов с использованием системы CIE

(ASTM E308) (Standard practice for computing the colors of objects by using the CIE system)

[3] АСТМ Е691 Стандартная практика проведения межлабораторных испытаний для определения прецизионности методов испытаний

(ASTM E691) (Standard practice for conducting an interlaboratory study to determine the precision of a test Method)

[4] АСТМ Е177 Стандартная практика применения терминов прецизионность и смещение в методах испытания АСТМ

(ASTM E177) (Standard practice for use of the terms precision and bias in ASTM test methods)

УДК 665.765:665.7.035.5:543.422.7:006.354 ОКС 75.100

Ключевые слова: масла турбинные эксплуатационные, определение нерастворимых продуктов деградации методом колориметрии осадка на мембранном фильтре

Редактор *Г.Н. Симонова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 17.10.2022. Подписано в печать 01.11.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru