Открытое акционерное общество
«Всероссийский теплотехнический научно-исследовательский институт»
(ОАО «ВТИ»)

УТВЕРЖДАЮ:

Научный руководитель, первый заместитель генерального директора, д.т.н.

_____ А.Г. Тумановский

« » _____ 2009г.

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ВОДОРОДНОГО ПОКАЗАТЕЛЯ ВОДНОЙ ВЫТЯЖКИ ИЗ ПРОБ ОГНЕСТОЙКИХ ТУРБИННЫХ МАСЕЛ ТИПА ОМТИ (ОМТИ)

Руководитель работы:

Заведующий лабораторией

топлив и масел, к.т.н. _____ А. Г. Вайнштейн

МОСКВА – 2009

gost.e-ecolog.ru

Методика выполнения измерений водородного показателя водной вытяжки из проб огнестойких турбинных масел типа ОМТИ (ОМТИ)

Авторы и разработчики методики: Вайнштейн А.Г., Серёгина Л.Ш. – ОАО «ВТИ»

Методика аттестована Федеральным Государственным Унитарным Предприятием «Всероссийский Научно-Исследовательский Институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»). Свидетельство об аттестации № 65-09 от 17.11.2009 г., порядковый номер регистрации в Федеральном реестре методик выполнения измерений, применяемых в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора_____, регистрационный код МВИ по Федеральному реестру_____.

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ – ***Методика выполнения измерений водородного показателя водной вытяжки из проб огнестойких турбинных масел типа ОМТИ (далее - ОМТИ),*** представляющих собой смесь триарилфосфатов различного изомерного состава, устанавливает процедуру выполнения измерений водородного показателя водного экстракта из ОМТИ (pH) потенциометрическим методом в диапазоне от 5,8 до 8,0.

2 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой значение погрешности (и ее составляющих) результатов измерений не превышает значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений водородного показателя водной вытяжки pH	Показатель точности (граница абсолютной погрешности) ±Δ, при P=0,95	Показатель повторяемости (абсолютное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r	Предел повторяемости, r, при P=0,95, n=2
от 5,8 до 8,0 вкл.	0,25	0,07	0,2

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, приведенные ниже.

3.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

- pH-метр-милливольтметр pH-410 с абсолютной погрешностью измерений pH (± 0,04) по ГОСТ 27987-88;

- электроды стеклянные лабораторные марки ЭСЛ-43-07СР по ТУ 25.05.2234-77;

-стандарт-титры буферных растворов – эталоны сравнения 3-го разряда с pH 6,86 и 7,43 (при 25°С) по ГОСТ 8.135-2004;

- весы лабораторные общего назначения I класса точности по ГОСТ 24104-2001 с наибольшим пределом взвешивания 1000 г;

- термометр ртутный стеклянный лабораторный ТЛ-4 с диапазоном измерения от 0 до 100°С с ценой деления 0,1°С второго класса точности по ГОСТ 28498-90;

- пипетка с одной отметкой 2-2-100 по ГОСТ 29169-91;

- колбы мерные 2-1000-2 по ГОСТ 1770;

- колбы КН-1 2-100, 2-250, 29/32 ТС по ГОСТ 25336-82;

- стакан В-1-50 ТС по ГОСТ 25336-82;

- воронка делительная ВД-1-500Х по ГОСТ 25336-82;

- воронка В-100-80ХС по ГОСТ 25336-82;

- шкаф лабораторный сушильный, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима от 40 ^{0}С до 150 ^{0}С с погрешностью (± 5) ^{0}С по ТУ 16-531.639-78;

- ступка 3 и пестик 3 по ГОСТ 9147-80;

- электроплитка по ГОСТ 14919-83;

3.2 Реактивы и материалы

- Калий двухромовокислый, квалификации «х.ч.» по ГОСТ 4220-77;

- кислота серная концентрированная, квалификации «х.ч.» по ГОСТ 4204-77;

- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

- бумага фильтровальная ФБ-III по ГОСТ 12026-82.

Примечание – Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже приведенных выше.

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод заключается в получении водного экстракта пробы масла ОМТИ, в котором измеряют водородный показатель (pH). Водородный показатель определяют потенциометрическим методом с помощью pH-метра.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При выполнении измерений соблюдают правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79, а также требования, изложенные в технической документации на pH-метр.

Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и ППБ-01-93 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005-88. Организацию обучения работающих безопасности труда осуществляют по ГОСТ 12.0.004-90.

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

К выполнению измерений допускают лиц не моложе 18 лет, имеющих высшее или среднетехническое образование, имеющих опыт проведения химико-лабораторных работ, прошедших инструктаж по технике безопасности. Операторы должны быть знакомы с операциями, проводимыми при выполнении измерений и обработке результатов.

7 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории соблюдают следующие условия:

температура окружающего воздуха	(20±5) °*С*;
атмосферное давление	от 84,0 до 106,7 *кПа*;
влажность воздуха	не более 80% при 25°*С*;
напряжение переменного тока	$(220 \pm^{22}_{33})$ *В*;
частота переменного тока	(50 ±1) *Гц*.

Содержание агрессивных веществ в воздухе помещения не должно превышать санитарных норм; механические воздействия, внешние электрические и магнитные поля, влияющие на работоспособность, должны быть исключены.

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Используемую при выполнении измерений стеклянные посуду и средства измерения моют хромовой смесью, водой, ополаскивают дистиллированной водой и высушивают в сушильном шкафу.

8.2 Подготовка средств измерений к анализу

Установку и включение pH-метр-милливольтметр pH-410 и подготовку электродов осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.3 Подготовку к работе аналитических весов осуществляют в соответствии с Руководством по эксплуатации.

8.4 Приготовление эталонов сравнения pH (буферных растворов) из стандарт-титров.

Содержимое ампулы стандарт-титра количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, многократно омывая ампулу изнутри дистиллированной водой, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Приготовленные растворы хранят в плотно закрытой стеклянной или полиэтиленовой посуде в затемнённом месте при температуре не выше 25^0С. Срок хранения – 1 месяц с момента приготовления.

8.5 Хромовая смесь – в стакан вместимостью 150 $см^3$ наливают с помощью мерного цилиндра 52 $см^3$ концентрированной серной кислоты (95 г), затем в этот же стакан осторожно добавляют навеску 5 г измельчённого кристаллического калия двухромовокислого (взвешенную на технических весах), и осторожно нагревают на водяной бане до полного растворения.

8.6 Градуировка pH-метра

Градуировку pH-метра проводят при выпуске прибора из производства и далее - при выполнении работ по техническому обслуживанию прибора не реже 1-го раза в год.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят ежедневно перед выполнением анализа с использованием эталонов сравнения pH (pH 6,86 и 7,43 при 25°С), приготовленных по 8.4. Градуировочную характеристику считают стабильной, если измеренное значение pH буферного раствора отличается от его номинального значения не более чем на 0,04.

Если это условие не выполняется, измерения повторяют для свежеприготовленных растворов. При повторном невыполнении данного условия прибор отдают в ремонт.

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Для каждой пробы выполняют два параллельных определения.

9.2 В плоскодонной колбе вместимостью 500 $см^3$ взвешивают на технических весах (100,0±0,1) пробы масла, результат взвешивания регистрируют до второго десятичного знака; добавляют пипеткой 100 $см^3$ дистиллированной воды вставляют в колбу термометр и, придерживая его рукой, при слабом помешивании нагревают смесь до (55 ± 1)°С, контролируя температуру смеси по термометру. Затем полученную смесь переливают в делительную воронку и перемешивают со средней интенсивностью в течение 5 минут. После разделе-

ния фаз, сливают нижний слой масла, а водный экстракт фильтруют через бумажный фильтр диаметром 90 мм в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ и охлаждают до комнатной температуры.

9.3 Измерение водородного показателя (pH).

Полученный экстракт наливают в стакан вместимостью 50$см^3$, и с помощью pH - метра измеряют в нем водородный показатель. Показания прибора записывают в журнал.

10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости (1)

$$|C_1 - C_2| \le r, \qquad (1)$$

где: C_1, C_2 – результаты параллельных определений водородного показателя (pH);

r – значение предела повторяемости (таблица 1).

10.2 Если условие (2) не выполняется, получают еще два результата в полном соответствии с данной МВИ. За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов четырех определений, если выполняется условие (3)

$$|C_{max} - C_{min}| \le CR_{0,95}, \qquad (2)$$

где: C_{max}, C_{min} – максимальное и минимальное значения из полученных четырех параллельных определений водородного показателя pH;

$CR_{0,95}$ – значение критического диапазона для уровня вероятности P=0,95 и n результатов определений.

$$CR_{0,95}=f(n)\cdot\sigma_r.$$

Для n=4 $$CR_{0,95}=3,6\cdot\sigma_r. \qquad (3)$$

Если условие (2) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями МВИ.

10.3. Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$\overline{C} \pm \Delta \text{ при } P=0,95,$$

где: $\overline{C}$ – среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по п.п. 10.1; 10.2, pH;

$\pm\Delta$ – границы относительной погрешности (pH) (таблица 1).

В случае, если значения водородного показателя (pH) ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «значения водородного показателя (pH) водной вытяжки из испытуемом массе ОМТИ ниже 5,8 pH (более 8,0 pH)».

11 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов измерений в лаборатории при реализации методики осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 (Точность, (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений), используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения повторяемости по 6.2.2 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 и контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности по 6.2.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002. Периодичность контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Рекомендуется устанавливать контролируемый период так, чтобы количество результатов контрольных измерений было от 10 до 20.

При неудовлетворительных результатах контроля, например, при превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ
РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
ВНИИМС ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ

119361 Москва, Озёрная ул., д. 46 E-mail gost.e-ecolog.ru Тел. (495) 437 9419
Факс: (495) 437 5666

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 65-09

ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ВОДОРОДНОГО ПОКАЗАТЕЛЯ ВОДНОЙ ВЫТЯЖКИ ИЗ ПРОБ ОГНЕСТОЙКИХ ТУРБИННЫХ МАСЕЛ ТИПА ОМТИ (ОМТИ)

Методика выполнения измерений водородного показателя водной вытяжки из проб огнестойких турбинных масел типа ОМТИ (ОМТИ), разработанная ОАО «Всероссийский теплотехнический научно-исследовательский институт», аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563–96, ГОСТ Р ИСО 5725-2002.

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований МВИ.

В результате аттестации установлено, что МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными на обороте настоящего свидетельства.

При реализации методики в лаборатории обеспечивают контроль стабильности результатов анализа на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения промежуточной прецизионности и показателя правильности.

Дата выдачи 25 ноября 2009 года

Заместитель директора В.Н. Яншин

gost.e-ecolog.ru