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

УТВЕРЖДАЮ:

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

А.Г. Тумановский

« » 2009

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ (мг КОН/г) ВОДОРАСТВОРИМЫХ КИСЛОТ В ПРОБАХ 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 массовой доли (мг КОН/г) водорастворимых кислот в пробах 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 № 64-09 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 массовой доли (мг КОН/г) водорастворимых кислот в пробах огнестойких турбинных масел типа ОМТИ (далее - ОМТИ),*** представляющих собой смесь триарилфосфатов различного изомерного состава, устанавливает процедуру выполнения измерений содержания в нём водорастворимых кислот титриметрическим методом в диапазоне от 0,10 мг КОН/г до 0,50 мг КОН/г.

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

Наименование	Диапазон измерений	Показатель точности (границы относительной погрешности) ±δ, % при P=0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Предел повторяемости, r,% при P=0,95, n=2
Массовая доля водорастворимых кислот, мг КОН/г	от 0,10 до 0,50 вкл.	10	2,5	7

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы, приведенные ниже.

3.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

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

- термометр ртутный стеклянный лабораторный ТЛ-4 с диапазоном измерений (0 – 100) °С с ценой деления 0,1°С II класса точности по ГОСТ 28498-90;

- стандарт-титр соляной кислоты с молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3, и относительной погрешностью аттестованного значения (± 1) % по ТУ 6-09-2540-87;

- бюретки 1-1-2-2-0,01 или 1-1-2-5-0,01; 1-1-2-25-0,1 по ГОСТ 29251-91;

- пипетки с одной отметкой 2-2-10, 2-2-100 по ГОСТ 29169-91;

- колбы мерные 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74;

- цилиндры мерные с носиком 1-50-2, 1-100-2, 1-500-2, 1-1000-2 по ГОСТ 1770-74;

- колбы КН-2-50-22 ТХС и Кн-2-100-50 ТХС по ГОСТ 25336-82;

- колбы П-2-500 -40 ТХС по ГОСТ 25336-82;

- стаканы В-1-50 ТС и В-1-150 ТХС по ГОСТ 25336-82;

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

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

- капельница 2-50ХС по ГОСТ 25336-82;

- бумага фильтровальная по ГОСТ 12026-82;

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

- электроплитка по ГОСТ 14919-83;

- ступка 3 и пестик 3 по ГОСТ 9147-80

3.2 Реактивы и материалы

- Калия гидроокись, квалификации «х.ч.», по ГОСТ 24363-80;

- индикатор фенолфталеин, квалификации «х.ч.»по ТУ 6-09-5360-88 ;

- 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.

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 из масла ОМТИ, с последующим определением в нем массовой доли водорастворимых кислот (в пересчете на КОН) титриметрическим методом.

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.

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 Приготовление растворов

8.2.1 Приготовление спиртового раствора фенолфталеина с массовой долей 1 % - навеску фенолфталеина 1 г, растворяют при интенсивном перемешивании в 80 $см^3$ этилового спирта, доводят объем раствора дистиллированной водой до 100 $см^3$ и снова перемешивают.

Раствор хранят в защищенном от света месте не более одного месяца.

Раствор хранят в защищенном от света месте не более одного месяца.

8.2.2 Приготовление водного раствора КОН с молярной концентрацией 0,01 моль/$дм^3$

Навеску калия гидроокиси (0,5610 ± 0,0002) г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем раствора до метки и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора – один месяц.

8.2.3 Приготовление водного раствора HCl с молярной концентрацией 0,1 моль/ дм^3 из стандарт-титра.

В мерную колбу, вместимостью 1000 см^3, количественно переносят содержимое ампулы стандарт- титра соляной кислоты, ополаскивают ампулу дистиллированной водой, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Раствор стабилен в течение трёх месяцев.

8.2.4 Приготовление водного раствора HCl с молярной концентрацией 0,01 моль/ дм^3.

В мерную колбу, вместимостью 100 см^3, помещают пипеткой 10 см^3 раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3 по 8.2.4, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Раствор готовят непосредственно перед применением.

8.2.5 Установление титра раствора КОН.

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 пипеткой помещают 10 см^3 раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 0,01 моль/ дм^3 и титруют водным раствором КОН, приготовленным по 8.2.3, с помощью бюретки вместимостью 25 см^3 в присутствии 5 капель раствора индикатора фенолфталеина по 8.2.1 до розового окрашивания. Титр водного раствора КОН (фактическую массовую концентрацию), мг/ см^3, вычисляют по формуле (1)

$$T = \frac{V_1 \times N_{HCl} \times M_{KOH}}{V}, \qquad (1)$$

где:

V - объём водного раствора КОН, израсходованный на титрование, см^3;

V_1 - объём раствора соляной кислоты, взятый для титрования, см^3 (V_1 = =10 см^3);

N_{HCl}- молярная концентрация раствора соляной кислоты, моль/дм^3;

M_{KOH} - молярная масса калия гидроокиси, г/моль ;

Проверку титра водного раствора КОН следует проводить один раз в неделю.

8.2.6 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.

8.3 Подготовка проб к анализу

8.3.1 Для каждой пробы масла выполняют два параллельных определения.

8.3.2 В плоскодонной колбе вместимостью 500 см^3 взвешивают (100,00 ± ± 0,01) г масла, добавляют пипеткой 100 см^3 дистиллированной воды, вставляют в колбу термометр и при слабом помешивании нагревают смесь до (55 ± ± 1)°С, контролируя температуру смеси по показаниям термометра, затем её переливают в делительную воронку и перемешивают со средней интенсивностью в течение 5 минут. После разделения фаз, сливают нижний слой масла, а водный экстракт фильтруют через бумажный фильтр диаметром 90 мм в коническую колбу вместимостью 250 см^3.

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

При помощи пипетки отбирают аликвотную часть водной вытяжки (10 см^3), приготовленной по 8.3.2, помещают ее в коническую колбу вместимостью 50 см^3 и титруют ее с помощью бюретки с ценой деления 0,01 см^3 водным раствором КОН с молярной концентрацией 0,01 моль/дм^3 в присутствии 5 капель индикатора фенолфталеина до появления светло-розовой окраски.

10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Массовую долю водорастворимых кислот (Х) в мг КОН на 1 г масла вычисляют по формуле (2)

$$X = \frac{V_1 \times T \times V_3}{m \times V_2}, \qquad (2)$$

где: V_1 - объем водного раствора КОН, израсходованного на титрование, см^3;

V_2 - объем аликвоты водной вытяжки, отобранной для титрования, $см^3$ (V_2 = 10 $см^3$);

V_3 - объем водной вытяжки, (V_2 = 100 $см^3$);

Т – массовая концентрация водного раствора КОН по 8.2.6, $мг/см^3$;

m – навеска масла, г.

10.2 За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости (3)

$$\frac{2\cdot|X_1 - X_2|\cdot 100}{(X_1 + X_2)} \le r, \qquad (3)$$

где: X_1, X_2 – результаты параллельных определений содержания водорастворимых кислот, мг КОН/г,

r – значение предела повторяемости, % (таблица 1).

10.3 Если условие (3) 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 (4)

$$\frac{4\cdot|X_{max} - X_{min}|\cdot 100}{(X_1 + X_2 + X_3 + X_4)} \le CR_{0,95}, \qquad (4)$$

где: X_{max}, X_{min} – максимальное и минимальное значения из полученных результатов четырех параллельных определений содержания водорастворимых кислот, мг КОН/г,

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

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

Для n=4 $$CR_{0,95}=3,6\cdot\sigma_r. \qquad (5)$$

Если условие (4) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями МВИ.

10.4 Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$\overline{X} \pm 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{X} \text{ при } P{=}0{,}95,$$

где: $\overline{X}$ – среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по п.п. 10.2; 10.3, мг КОН/г;

$\pm\delta$ – границы относительной погрешности (Р = 0,95), % (таблица 1).

В случае, если массовая доля водорастворимых кислот, мг КОН/г, ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «содержание водорастворимых кислот в пробе масла ОМТИ менее 0,10 мг КОН/г (более 0,50 мг КОН/г)».

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
ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ
ВНИИМС
119361 Москва, Озёрная ул., д. 46 E-mail: gost.e-ecolog.ru Тел. (495) 437 9419
Факс: (495) 437 5666

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 64-09

ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ (мгКОН/г) ВОДОРАСТВОРИМЫХ КИСЛОТ В ПРОБАХ ОГНЕСТОЙКИХ ТУРБИННЫХ МАСЕЛ ТИПА ОМТИ (ОМТИ)

Методика выполнения измерений массовой доли (мгКОН/г) водорастворимых кислот в пробах 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