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

УТВЕРЖДАЮ:

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



А.Д. Гумановский

« » 2009г.

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА 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 кислотного числа 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 № 63-09 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 кислотного числа в пробах огнестойких турбинных масел типа ОМТИ (ОМТИ),*** представляющих собой смесь триарилфосфатов различного изомерного состава, устанавливает процедуру выполнения измерений кислотного числа в пробах товарных и эксплуатационных (светлых и темных) огнестойких масел титриметрическим методом в диапазоне (0,030 – 1,00) 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

Турбинное масло	Диапазон измерений кислотного числа, мг КОН/ г	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) ±Δ, мг КОН/г при Р=0,95	Показатель повторяемости (абсолютное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, мг КОН/г	Предел повторяемости, r, мг КОН/г при Р=0,95, n=2
Товарное и эксплуатационное (светлое)	От 0,030 до 0,30 вкл.	0,012	0,003	0,007
Эксплуатационное (темное)	Св. 0,30 до 1,00 вкл	0,04	0,004	0,011

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, посуду, реактивы и материалы.

3.1 Средства измерений

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

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

- пипетка с одной отметкой 2-2-10 по ГОСТ 29169-91;

- колба мерная, 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74;

- цилиндры 1-50-2, 1-100-2, 1-1000-2 по ГОСТ 1770-74;

3.2 Вспомогательные устройства

- Колбы КН-1, 2-250ТС по ГОСТ 25336-82;

- капельница 2-50ХС по ГОСТ 25336-82;

- набор стеклянной посуды для перегонки по ГОСТ 25336-82;

- трубка хлоркальциевая по ГОСТ 25336-82;

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

3.3 Реактивы и материалы

- спирт этиловый ректификованный высшего сорта по ГОСТ 18300-87;

- бензол, квалификации «х.ч.» по ГОСТ 5955-75;

- индикатор фенолфталеин по ТУ 6-09-5360-88,

- индикатор щелочной голубой по ТУ 6-09-07-356-75;

- калия гидроокись, квалификации «ч.д.а.» по ГОСТ 24363-80;

- калий марганцевокислый, квалификации «х.ч.» по ГОСТ 20490-75;

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

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

- натронная известь по ГОСТ 6755-88 или аскарит по ТУ 6-09-4128-88;

- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

- бумага фильтровальная по ГОСТ 12026-76.

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

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Сущность метода заключается в титровании спиртового раствора пробы масла ОМТИ спиртовым раствором калия гидроокиси в присутствии индикатора щелочного голубого до изменения цвета.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При выполнении измерений соблюдают правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

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 оборудованием и устройствами используемыми 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;

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 ПРОВЕДЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Подготовка посуды

Посуду и стеклянное оборудование, используемые для проведения измерений, ополаскивают хромовой смесью, тщательно моют водой и затем ополаскивают дистиллированной водой.

8.2 Подготовка спирта для приготовления растворов

Спирт перегоняют дважды, причем, в первый раз - в присутствии калия гидроокиси или калия марганцевокислого.

8.3 Приготовление растворов

8.3.1 Приготовление спиртового раствора фенолфталеина с массовой долей 1 % по ГОСТ 4919.1-77.

1 г фенолфталеина растворяют в 80 $см^3$ этилового спирта и доводят объем раствора дистиллированной водой до 100 $см^3$. Раствор пригоден в течение одного месяца.

8.3.2 Приготовление спиртового раствора индикатора щелочного голубого с массовой долей 1 %.

В стеклянную колбу вместимостью 250 $см^3$ берут навеску (1,0 ± 0,1) г щелочного голубого, добавляют мерным цилиндром 100 $см^3$ этилового спирта и растворяют интенсивным перемешиванием. Полученный раствор нагревают до

кипения на водяной бане. Затем отфильтровывают через бумажный фильтр и переливают в склянку с притертой пробкой.

Раствор пригоден для работы в течение одного месяца.

8.3.3 Приготовление спиртового раствора КОН с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3

Для приготовления раствора в стеклянную склянку (бутылку) вместимостью 1,0 дм^3 помещают навеску КОН (3,0 ± 0,1) г, добавляют мерным цилиндром 0, 950 дм ^{3} дважды перегнанного этилового спирта и растворяют интенсивным перемешиванием. Раствор выдерживают в течение 10 суток в темноте, затем фильтруют через бумажный фильтр в другую емкость и устанавливают его титр.

Полученный раствор хранят в темной склянке с притёртой пробкой в течение 2-х месяцев, периодически – не реже одного раза в неделю проверяя его титр.

8.3.4 Приготовление раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3 с использованием стандарт-титра

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 количественно переносят содержимое ампулы, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – не более трёх месяцев. Титр раствора проверяют не реже 2-х раз в месяц.

8.3.5 Приготовление спирто-бензольной смеси.

В коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см^3 мерным цилиндром помещают сначала 25 см^3 спирта, затем 100 см^3 бензола и перемешивают.

8.3.6 Приготовление хромовой смеси.

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.

8.4 Определение точной массовой концентрации (титра) спиртового раствора КОН.

В коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают с помощью пипетки 10 $см^3$ раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 0,1 моль /$дм^3$, добавляют 5 капель раствора фенолфталеина, титруют спиртовым раствором КОН с молярной концентрацией 0,05 моль/$дм^3$ до появления розового окрашивания, используя бюретку вместимостью 25 $см^3$, защищенную трубкой с натронной известью или аскаритом.

Массовую концентрацию калия гидроокиси в спиртовом растворе, Т, мг/$см^3$, вычисляют по формуле (1)

$$T = \frac{V_{HCl} \times C_{HCl} \times M_{KOH}}{V_{KOH}} = \frac{56{,}104}{V_{KOH}}, \qquad (1)$$

где: V_{KOH} –объем раствора КОН, израсходованный на титрование, $см^3$;

V_{HCl} – объем раствора соляной кислоты, взятой для титрования, $см^3$ (V_{HCl} = 10 $см^3$);

C_{HCl}– молярная концентрация раствора соляной кислоты, моль/$дм^3$ (C_{HCl} = 0,1 моль/$дм^3$);

M_{KOH} – молярная масса КОН, г/моль (M_{KOH} = 56,104 г/моль).

За результат определения титра принимают среднее арифметическое значение результатов не менее трех параллельных определений, максимальное расхождение между которыми не должно превышать 0,2 мг/ $см^3$.

8.5 Подготовка проб к анализу

8.5.1 Для каждой пробы масла выполняют два параллельных определения.

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Товарное и светлое эксплуатационное масло

При определении кислотного числа в пробах товарного (свежего) масла типа ОМТИ и светлого эксплуатационного масла типа ОМТИ выполняют следующие операции.

В коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ берут навеску товарного (свежего) масла (10,0 ± 0,5) г, результат взвешивания регистрируют до второго десятичного знака. В другую коническую колбу наливают 25 $см^3$ этилового спирта и, в присутствии 10 капель индикатора щелочного голубого, нейтрализуют раствором калия гидроокиси с молярной концентрацией 0,05 моль/$дм^3$ до изменения окраски от голубой до розовой. Нейтрализованный спирт помещают в колбу с навеской масла и перемешивают до полного растворения последнего.

Полученный раствор в спирте титруют из бюретки, защищенной хлоркальциевой трубкой с натронной известью или аскаритом, раствором КОН с молярной концентрацией 0,05 моль/$дм^3$ до первого изменения окраски от голубой до розовой.

9.2 **Темное эксплуатационное масло**

При определении кислотного числа эксплуатационного масла, в случае если оно имеет темную окраску (на фоне которой не определяется точка цветового перехода индикатора при выполнении измерений по 9.1), выполняют следующие операции. В коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ берут навеску эксплуатационного масла (1,0 ± 0,1) г, результат взвешивания регистрируют до второго десятичного знака. В другую коническую колбу наливают 25 $см^3$ спирто-бензольной смеси, приготовленной по 8.3.5, и, в присутствии 15 капель индикатора щелочного голубого, нейтрализуют раствором калия гидроокиси с молярной концентрацией 0,05 моль/$дм^3$ до изменения окраски от голубой до розовой. Нейтрализованный растворитель добавляют в колбу с навеской масла, перемешивают до полного растворения и титруют раствором КОН с молярной концентрацией 0,05 моль/$дм^3$ до первого изменения окраски раствора.

10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Кислотное число (К) масла, мг КОН/г, вычисляют по формуле (2)

$$K = \frac{V \times T}{m}, \qquad (2)$$

где: V – объем раствора КОН с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3, израсходованного на титрование, см^3;

m – масса пробы масла, г;

T – массовая концентрация раствора КОН, мг/см^3.

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

$$|K_1 - K_2| \le r, \qquad (3)$$

где: K_1, K_2 – результаты параллельных определений кислотного числа К пробы испытуемого масла, мг КОН/г,

r – значение предела повторяемости, мг КОН/г (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)

$$|K_{max} - K_{min}| \le CR_{0,95}, \qquad (4)$$

где K_{max}, K_{min} – максимальное и минимальное значения из полученных четырех параллельных определений кислотного числа, 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 кислотного числа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

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

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

$\pm\Delta$ – границы абсолютной погрешности (P = 0,95), мг КОН/г (таблица 1).

В случае, если кислотное число в пробе испытуемого масла, мг КОН/г, ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале:

«кислотное число менее 0,030 мг КОН/г (более 0,30 мг КОН/г)»;

«кислотное число менее 0,30 мг КОН/г (более 1,00 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 20 до 30.

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 № 63-09

ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ
КИСЛОТНОГО ЧИСЛА В ПРОБАХ
ОГНЕСТОЙКИХ ТУРБИННЫХ МАСЕЛ ТИПА ОМТИ (ОМТИ)

Методика выполнения измерений кислотного числа 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