ОАО «ВСЕРОССИЙСКИЙ ДВАЖДЫ ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ ТЕПЛОТЕХНИЧЕСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ»
(ОАО «ВТИ»)

УТВЕРЖДАЮ:

Первый заместитель генерального директора, научный руководитель, д.т.н.

А.Г. Тумановский

« » 2009 г.

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ ШЛАМА В ПРОБАХ МИНЕРАЛЬНЫХ ЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ МАСЕЛ

Руководитель работы:

Заведующий лабораторией топлив и масел, к.т.н. А.Г. Вайнштейн

Ответственный исполнитель, старший научный сотрудник Н.М. Первушина

МОСКВА – 2009

gost.e-ecolog.ru

Методика выполнения измерений массовой доли шлама в пробах минеральных энергетических масел

Автор и разработчик методики: Первушина Н.М.

Методика аттестована Федеральным Государственным Унитарным Предприятием «Всероссийский Научно-Исследовательский Институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»). Свидетельство об аттестации № 62-09 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 массовой доли шлама в пробах минеральных энергетических масел*** устанавливает процедуру выполнения измерений массовой доли шлама, образующегося в минеральных турбинных и изоляционных маслах в процессе их эксплуатации в диапазоне измерений от 0,0040 % до 0,0100 %.

Шлам – это продукты старения масла и их взаимодействия с конструкционными материалами, загрязнения, содержащиеся в масле.

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 массовой доли шлама, %	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) $\pm\Delta$, % при P=0,95	Показатель повторяемости (абсолютное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r %	Предел повторяемости, r,% при P=0,95, n=2
от 0,0040 до 0,0100 вкл	0,0017	0,0003	0,0008

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

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

3.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

3.1.1 Весы лабораторные аналитические специального класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г, с абсолютной погрешностью взвешивания не более (± 0,0002) г по ГОСТ 24104-2001.

3.1.2 Весы лабораторные технические среднего класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1500 г, с погрешностью взвешивания не более (± 0,03) г по ГОСТ 24104-2001.

3.1.3 Термометр ртутный стеклянный лабораторный ТЛ-4 № 3 2-го класса точности по ТУ 25-2021.003-88.

3.1.4 Цилиндры измерительные с пришлифованной пробкой, номинальной вместимостью 100 $см^3$ 250 $см^3$ по ГОСТ 1770-74.

3.1.5 Шкаф лабораторный сушильный, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима от 100°С до 110°С с абсолютной погрешностью (± 2) °С по ТУ 16-531.639-78.

3.1.6 Стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ по ГОСТ 25336-82.

3.1.7 Эксикатор по ГОСТ 25336-82.

3.1.8 Воронки лабораторные по ГОСТ 25336-82.

3.1.9 Емкость для промывки под давлением или стеклянная промывалка.

3.1.10 Электрический нагнетательный насос или нагнетательная резиновая груша.

3.1.11 Ступка 3 и пестик 3 по ГОСТ 9147-80

3.2 Материалы и реактивы

3.2.1 Бумажный фильтр обеззоленный (синяя лента) по ТУ 6-09-1678-95.

3.2.2 Гептан нормальный (н-гептан), квалификации «ч.д.а.» по ГОСТ 25828-83;

3.2.3 Калий двухромовокислый, квалификации «ч.д.а.», по ГОСТ 4220-75.

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

3.2.5 Кальций хлористый гранулированный по ГОСТ 450-77.

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

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на измерении массы о шлама, который присутствует в пробах эксплуатационных минеральных энергетических масел и выделяются из них в виде осадка при смешении масла с гептаном.

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 среднее техническое образование и опыт проведения химико-лабораторных работ, прошедших инструктаж по технике безопасности. Операторы должны быть знакомы с устройством используемого оборудования и 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 *кПа* 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 Подготовка посуды

Используемую посуду моют хромовой смесью, проточной и дистиллированной водой и высушивают в сушильном шкафу.

8.2 Подготовка средств измерений к анализу

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

8.2.2 Подготовку к работе технических весов осуществляют в соответствии с Руководством по эксплуатации.

8.2.3 Термометр устанавливают в сушильном шкафу таким образом, чтобы резервуар термометра находился на уровне середины высоты бюкса, помещенного на полку сушильного шкафа.

8.2.4 Включают сушильный шкаф и устанавливают регулятор таким образом, чтобы температура внутри шкафа поддерживалась на уровне $(105 \pm 2)\,^{\circ}C$.

8.4 Подготовка реактивов и материалов.

8.4.1 Гептан профильтровывают через бумажный фильтр для тонких осадков (синяя лента).

8.4.2 Бумажный фильтр (синяя лента) промывают профильтрованным гептаном. Объем растворителя, используемого для промывки – 50 $см^3$. Промытый фильтр помещают в стаканчик для взвешивания (бюкс).

Фильтр в бюксе с открытой крышкой сушат в сушильном шкафу при температуре $(105 \pm 2)^{\circ}C$ в течение 45 минут, после этого бюкс закрывают

крышкой и охлаждают в эксикаторе в течение 30 минут, затем взвешивают, результат взвешивания регистрируют до четвертого десятичного знака (г).

Фильтр в бюксе высушивают и взвешивают до получения расхождения между результатами двух последовательных взвешиваний не более 0,0002 г. Повторные высушивания фильтра производят в течение 30 минут каждое.

8.4.3 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.

8.5 Подготовка проб

8.5.1 Выполняют два параллельных определения.

8.5.2 Пробу минерального масла тщательно перемешивают, встряхиванием емкости, в которой оно находится, в течение 5 минут.

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 На технических весах в мерный цилиндр вместимостью 100 $см^3$ с притертой пробкой берут навеску масла (25,0 ± 0,5) г, результат регистрируют до четвертого десятичного знака, добавляют гептан до метки 100 $см^3$, тщательно перемешивают и и выдерживают в темном месте при комнатной температуре в течение не менее 12 часов.

9.2 Раствор масла в гептане фильтруют через фильтр «синяя лента», доведенный по 8.4.2 до постоянной массы. Цилиндр последовательно ополаскивают двумя порциями гептана по 20 $см^3$, сливая его на фильтр. Затем фильтр промывают гептаном для удаления следов масла.

9.3 Фильтр с осадком помещают в тот же бюкс, в котором сушился чистый фильтр, и доводят его до постоянной массы в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С в течение 45 минут. Бюкс с закрытой крышкой охлаждают в эксикаторе в течение 30 минут и затем взвешивают, результат взвешивания регистрируют до четвертого десятичного знака (г). Фильтр в бюк-

се высушивают и взвешивают до получения расхождения между результатами двух последовательных взвешиваний не более 0,0002 г. Повторные высушивания фильтра производят в течение 30 минут каждое.

10 БРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Массовую долю шлама (*C),* %, рассчитывают по формуле (1)

$$C = \frac{B_1 - B_0}{M} \times 100 \qquad (1)$$

где B_o – масса чистого фильтра, г;

B_1 – масса фильтра с осадком, г;

M – навеска масла, г.

10.2 За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости (2)

$$|C_1 - C_2| \le r, \qquad (2)$$

Где C_1, C_2 – результаты параллельных определений массовой доли шлама, % масс;

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

10.3 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)

$$|C_{max} - C_{min}| \le CR_{0,95}, \qquad (3)$$

где C_{max}, C_{min} – максимальное и минимальное значения из полученных четырех параллельных определений массовой доли растворенного шлама, % ;

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

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

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

Если условие (3) 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:

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

где $\overline{C}$ – среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по 11.2, 11.3, %;

$\pm \Delta$ – границы абсолютной погрешности, % (таблица 1).

В случае, если массовая доля шлама ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «массовая доля шлама менее 0,0040 % (более 0,0100%)».

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 № 62-09

ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ ШЛАМА В ПРОБАХ МИНЕРАЛЬНЫХ ЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ МАСЕЛ

Методика выполнения измерений массовой доли шлама в пробах минеральных энергетических масел, 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