НОРМАТИВНЫЕ ДОКУМЕНТЫ
ДЛЯ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ
И КОТЕЛЬНЫХ

МАСЛА НЕФТЯНЫЕ ТУРБИННЫЕ
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕРМООКИСЛИТЕЛЬНОЙ СТАБИЛЬНОСТИ В ПРИСУТСТВИИ ВОДЫ

РД 34.43.203—94

Москва 1994

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Всероссийским теплотехническим научно-исследовательским институтом (ВТИ)

РАЗРАБОТЧИКИ Е.Д.Виляновская, Т.Н.Куликовская

УТВЕРЖДЕН Департаментом науки и техники РАО "ЕЭС России"

Заместитель начальника А.П.Берсенев

" 02 " июля 1994

ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Периодичность проверки - 5 лет

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: Энергетика, тепловые электростанции, нефтяные турбинные масла, термоокислительная стабильность, обводнение, анализ

Р У К О В О Д Я Щ И Й Д О К У М Е Н Т

МАСЛА НЕФТЯНЫЕ ТУРБИННЫЕ
Метод определения термоокислительной стабильности в присутствии воды

РД 34.43.203-94

Дата введения I995.04.0I

Настоящий Руководящий документ распространяется на нефтяные турбинные масла, работающие в маслосистемах тепловых электростанций, и устанавливает метод определения термоокислительной способности масел в присутствии воды.

Настоящий Руководящий документ предназначен для применения в химслужбах РЭУ и химлабораториях тепловых электростанций.

Положение настоящего Руководящего документа подлежат применению всеми предприятиями и объединениями предприятий, в том числе союзами, ассоциациями, концернами, акционерными обществами, межотраслевыми, региональными и другими объединениями, имеющими в своем составе (структуре) тепловые электростанции, независимо от форм собственности и подчинения.

Издание официальное
© ВТИ I994 г.
Настоящий Руководящий документ не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения ВТИ

I. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Прибор для окисления из простого стекла марки 23 с прилифованным холодильником (рисунок I).

Пластинки из меди марки МО или МІ по ГОСТ 859, толщиной 2-0,3 мм (рисунок 2).

Баня (термостат) типа ЛПСМ жидкостная с электронагревом ли алюминиевый блок с электронагревом, обеспечивающим нагрев 00-200°С с погрешностью не более 0,5°С с автоматической регулировкой температуры. Высота бани (термостата) должна обеспечивать возможность погружения в термостат всей части прибора с пробой испытуемого масла при пропускании кислорода.

Термометры ртутные стеклянные лабораторные с пределами измерений от I00 до I50°С и от I50 до 200°С типа ТЛ-4 № 4 или ТЛ-5 № 3 по ТУ 25-202I.003-88.

Левушки стеклянные (типа склянок Дрекселя) для удавливания летучих низкомолекулярных кислот.

Реометры или ротаметры с градуировкой, обеспечивающей измерение I00 см^3 кислорода в минуту (на каждый прибор) с погрешностью не более I0%. Рекомендуется не реже I раза в 3 месяца проверять прибор с помощью пенного счетчика Мартена.

Кислород газообразный технический.

Цилиндры измерительные с носиком вместимостью I0 и 25 см^3.

Колбы мерные вместимостью I00 и 200 см^3.

Бюретки вместимостью 2, I0 и 25 см^3.

Воронки стеклянные типа В, диаметром 70-I00 см^3.

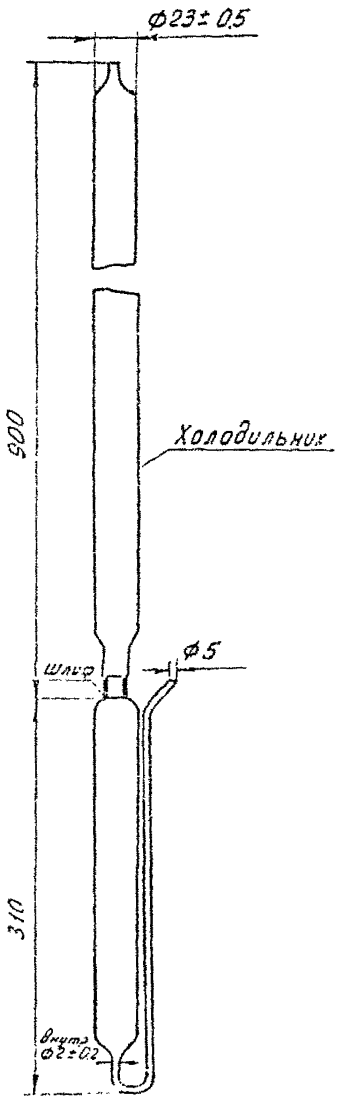

Рисунок I. - Прибор для окисления масел

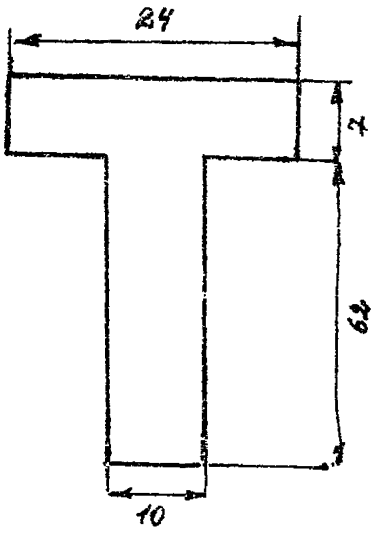

Рисунок 2 - Пластинка из меди

Воронки стеклянные, диаметром 70-100 мм.

Колбы конические вместимостью 50, 150 и 250 $см^3$.

Воронки делительные вместимостью 100 и 250 $см^3$.

Баня водяная.

Бумага фильтровальная лабораторная.

Эксикатор.

Бензин-растворитель для резиновой промышленности по ТУ 38.401-67-108-92, фильтрованный, с кислотным числом, определяемым по ГОСТ 5985, не более 0,05 мг КОН на 100 $см^3$ бензина.

Спирт этиловый ректификованный технический, свежеперегнанный.

Толуол ч.д.а. или х.ч. ГОСТ 5789.

Смесь спиртотолуольная 2:3.

Эфир петролейный, марки 40-70.

Аммиак х.ч.

Кислота серная ч.д.а. или х.ч.

Кислота соляная ч.д.а. или х.ч.

Калия гидроокись х.ч. или ч.д.а., спиртовый и водный раствор концентрации (КОН) - 0,025 моль/$дм^3$ по ГОСТ 24363-80.

Щелочной голубой 2% спиртовый раствор по ТУ 6-09-07-856-73.

Метиловый оранжевый 0,1% водный раствор

Фенолфталеин по ТУ 6-09-5360-87 1% спиртовый раствор.

Вода дистиллированная.

Смесь хромовая для мытья посуды.

Жидкость для бани (термостата). Любая нетоксичная стабильная кремнийорганическая жидкость или нефтяные масла с температурой вспышки в открытой тигле выше 250^{0}С с добавлением 1% стабилизирующей присадки.

Порошок шлифовальный типа "Корунд".

Паста полировочная хромовая литая.

Весы аналитические ВЛА-200М.

Весы технические ВЛТ с пределом взвешивания 500 г.

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Прибор для окисления нефтяных масел перед каждым испытанием промывают бензином и спиртотолуольной смесью. Затем прибор, заполненный спиртотолуольной смесью, выдерживают 15 мин в кипящей водяной бане, после чего промывают водой и несколько раз горячей хромовой смесью.

Если в приборах присутствуют остатки ржавчины, то после обработки спиртотолуольной смесью их заполняют наполовину объема соляной кислотой, выдерживают 15 мин в кипящей водяной бане, ополаскивают водой, а затем моют горячей хромовой смесью. Вымытые приборы проверяют с метиловым оранжевым на отсутствие кислоты после многократного ополаскивания водой (последний раз дистиллированной), окончательно ополаскивают дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу при 120°С.

2.2. Медные пластинки перед испытанием обрабатывают шлифовальным порошком, а затем полировочной пастой до зеркального блеска. Затем протирают чистой тканью и фильтровальной бумагой, промывают спиртотолуольной смесью и сушат на воздухе.

2.3. Стеклянные колбы, применяемые для определения осадка, сушат в сушильном шкафу при 105±3°С не менее 30 мин, затем охлаждают 30 минут в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. Высушивание, охлаждение и взвешивание

повторяют до получения расхождений между двумя последовательными взвешиваниями с погрешностью не более 0,0004 г.

2.4. Ловушки и конические колбы промывают водой, хромовой смесью, проверяют с метиловым оранжевым на отсутствие кислоты после ополаскивания водой и окончательно ополаскивают дистиллированной водой.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.I. В чистый сухой прибор для окисления, в котором ранее было проведено не менее одного определения термоокислительной стабильности, берут 25 г испытуемого масла и II $см^3$ водопроводной воды с погрешностью не более 0,I г (щелочность воды проверяется перед каждым определением титрованием I00 $см^3$ воды раствором соляной кислоты концентрацией 0,I моль/$дм^3$), помещают медную пластинку. Погрешность определения при взвешивании пластинок не более 0,0002 г.

К прибору при комнатной температуре подсоединяют кислород, пропускаемый со скоростью I00 $см^3$/мин.

Прибор опускают в нагретую масляную баню, подсоединяют к нему пришлифованный холодильник с тремя ловушками. Порядок подсоединения последних указан на рисунке 3. В среднюю ловушку заливают 20 $см^3$ водного раствора метилоранжа с массовой долей I%. Между прибором и реометром также помещают ловушку для предотвращения попадания масла в реометр.

Резиновые трубки, употребляющиеся для присоединения ловушек к холодильнику, предварительно кипятят 30 мин в дистиллированной воде с добавлением раствора аммиака с массовой до-

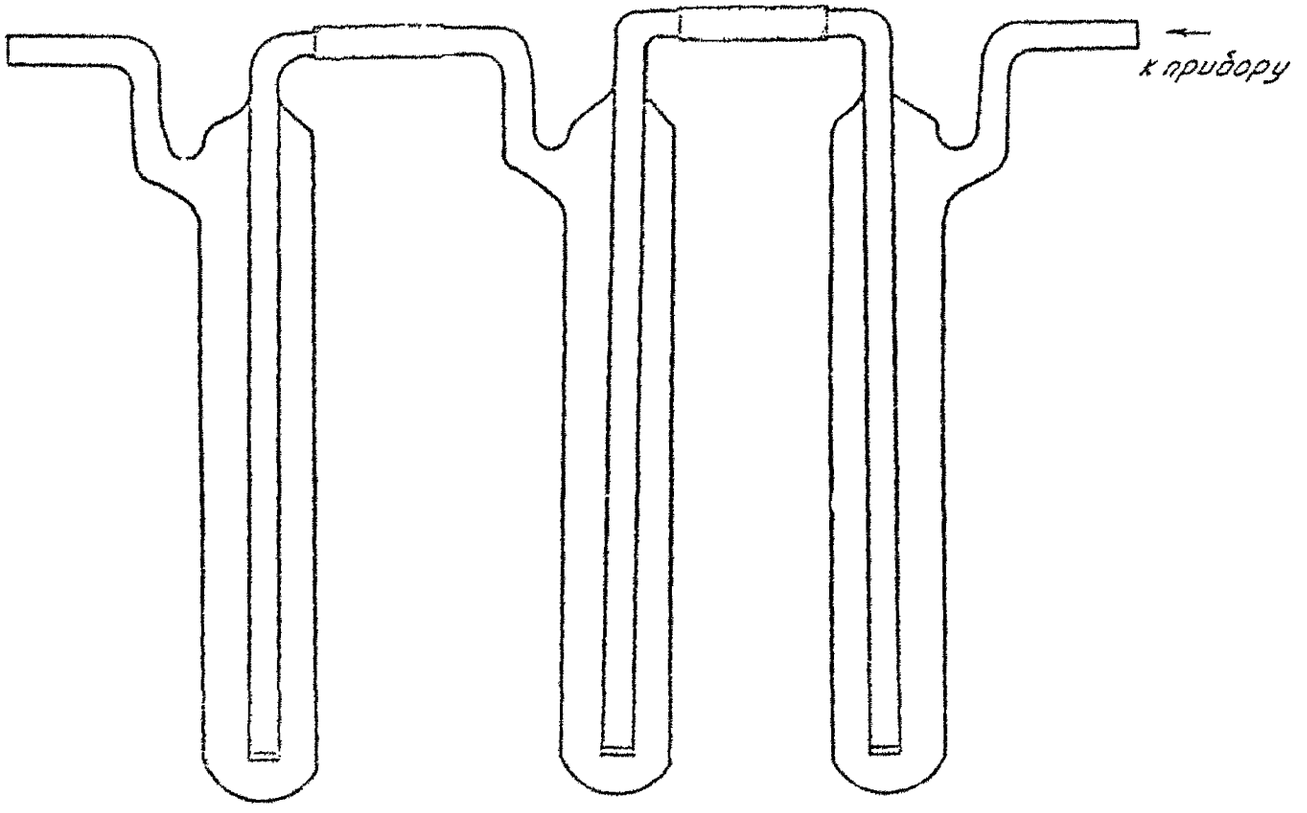

Рисунок 3.

дей 3% (5 капель на I дм^3 воды), затем промывают, снова кипятят 30 минут в дистиллированной воде и высушивают.

4.2. Нефтяное турбинное масло окисляют в следующих условиях:

навеска масла - 25 г

навеска водопроводной воды - II г

температура - II5^{0}С

время окисления - 24 ч (непрерывно)

скорость подачи кислорода - I00 см^3/мин

катализатор - медная пластинка.

В этих условиях резких толчков и вскипания масла, наблюдавшихся при подсоединении тока кислорода к прибору, опущенному в нагретую баню, не происходит.

4.3. По окончании опыта нагрев отключают, отсоединяют ловушки, а затем прибор с холодильником вынимают из бани, не прекращая тока кислорода, 2-3 минуты охлаждают при комнатной температуре и только затем прекращают подачу кислорода для предупреждения резкого вскипания и выброса реакционной смеси.

Окисленное масло с водой переносят количественно в делительную воронку, и после того как масло отделилось от воды, ее сливают в колбу, добавляют I0 см^3 дистиллированной воды и определяют реакцию полученной смеси по фенолфталеину.

При щелочной реакции смесь титруют 0,I моль/дм^3 раствором соляной кислоты с концентрацией 0,I моль/дм^3, при кислой реакции - водным раствором гидроокиси калия концентрацией 0,025 моль/дм^3.

Прибор и холодильники промывают 50 см^3 дистиллированной воды и титруют ее водным раствором гидроокиси калия концентра-

цией 0,025 моль/дм^3. Одновременно титруют холостую пробу, т.е. 50 см^3 дистиллированной воды.

В мерную колбу, емкостью 100 см^3, вводят 20 г окисленного масла, оставшегося в делительной воронке, доливают до метки бензином и оставляют на 12 часов в темноте для выделения шлама. Если появляется осадок, то раствор из колбы фильтруют через бумажный фильтр в колбу емкостью 200 см^3, промывая осадок на фильтре бензином. Объем масла в колбе доводят до 200 см^3, перемешивают и используют для определения кислотного числа.

Если осадка нет, отбирают 20 см^3 масляного раствора в коническую колбу, добавляют 20 см^3 спиртотолуольной смеси (2:3), 0,5 см^3 2% щелочного голубого и одну каплю соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3. Содержимое колбы титруют спиртовым раствором гидроокиси калия концентрации 0,025 моль/дм^3 до изменения цвета, сохраняющегося в течение 15 сек. Одновременно титруют холостую пробу, т.е. 20 см^3 спиртотолуольной смеси.

Если цвет метилоранжа в ловушках изменился, то их содержимое сливают в коническую колбу, ловушки ополаскивают два раза 5 см^3 дистиллированной воды, которую сливают в эту же колбу, и титруют водным раствором гидроокиси калия концентрации 0,025 моль/дм^3. Параллельно проверяют титрование эквивалентного количества дистиллированной воды.

Осадок на фильтре обрабатывают горячей свежеприготовленной спиртотолуольной смесью, собирая раствор в коническую колбу, емкостью 50 см^3, доведенную до постоянной массы.

Колбу с осадком доводят до постоянной массы высушиванием в сушильном шкафу при 105±3^{0}С не менее 30 минут, охлаждают затем 30 минут в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более

0,0002 г. Высушивание, взвешивание и охлаждение повторяют до получения расхождений между двумя последовательными взвешиваниями с погрешностью не более 0,0004 г.

Спиртотолуольную смесь отгоняют из колбы на водяной бане. Осадок в колбе сушат 30 минут в сушильном шкафу при 105±3°С. Для удаления следов масла осадок промывают два раза 5 см³ петролейного эфира или бензина, вновь сушат 1,5 ч при 105±3°С, охлаждают 30 минут в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

Окисленное масло характеризуется общим кислотным числом и количеством осадка после определения термоокислительной стабильности.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Общее кислотное число (K) мг/КОН/г, после определения термоокислительной стабильности масла в присутствии воды составляет

$$K = a + b + c \qquad (1),$$

где a - кислотное число масла после окисления, мг КОН/г масла;

b - кислотное число водопроводной воды, отстоявшейся из масла после окисления (с учетом начальной щелочности), мг КОН/г масла;

C -кислотное число дистиллированной воды, употреблявшейся для смыва приборов и холодильников, мг КОН/г масла.

Кислотные числа определяют по формулам 2,3,4,5.

4.2. Кислотное число масла (a) после окисления вычисляют по формуле

$$a = \frac{(V_1 - V_2) \cdot T \cdot n}{20} \qquad (2)$$

где V_1 - количество спиртового раствора гидроокиси калия концентрацией 0,025 моль/дм^3, пошедшей на титрование спиртотолуольного раствора масла, см^3,

V_2 - количество 0,025 моль/дм^3 спиртового раствора гидроокиси калия концентрацией 0,025 моль/дм^3, пошедшего на титрование спиртотолуольной смеси, см^3,

T - титр щелочи, мг КОН/см^3,

n - отношение объема всего бензинового фильтрата к объему, взятому на титрование,

20 - масса окисленного масла, г.

4.3. Кислотное число водопроводной воды (b) вычисляют по формулам

$$b = \frac{V_3 + (V_4 - V_5)\,T}{2,5} \qquad (3)$$

для тех случаев, когда вода, отстоявшаяся от масла после окисления, имеет кислую реакцию,

где V_3 - начальная щелочность II см^3 водопроводной воды, выраженная в мг гидроокиси калия;

V_4 - количество водного раствора гидроокиси калия концентрации 0,025 моль/дм^3, пошедшего на титрование воды, отстоявшейся из масла с добавленной дистиллированной водой, см^3;

V_5 - количество водного раствора гидроокиси калия концентрации 0,025 моль/дм^3, пошедшего на титрование холостой пробы, см^3;

T - титр водного раствора гидроокиси калия, концентрации 0,025 моль/дм^3, мг/см^3;

20 - навеска окисленного масла, г.

Для случаев, когда вода, отстоявшаяся из масла после окисления имеет щелочную реакцию

$$b = \frac{(V_6 - V_7)\,T}{25}, \qquad (4)$$

где V_6 - начальная щелочность II см^3 водопроводной воды, выраженная в мг гидроокиси калия;

V_7 - щелочность воды, отстоявшейся из масла после окисления с добавленной дистиллированной водой (учитывая холостую пробу), мг КОН;

25 - масса окисленного масла, г.

4.4. Кислотное число дистиллированной воды (c) вычисляют по формуле

$$C = \frac{(V_8 - V_9)\,T}{25}, \qquad (5)$$

где V_8 - количество водного раствора гидроокиси калия концентрации 0,025 моль/дм^3, пошедшего на титрование дистиллированной воды, употреблявшейся для смыва холодильников, см^3;

V_9 - количество водного раствора гидроокиси калия концентрации 0,025 моль/дм^3, пошедшее на титрование эквивалентного количества дистиллированной воды, см^3;

T - титр водного раствора гидроокиси калия концентрации 0,025 моль/дм^3, мг/см^3;

25 - масса окисленного масла, г.

4.5. Содержание осадка в окисленном масле (X) в проце вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \qquad (6)$$

где m - масса окисленного масла, г;

m_1 - масса осадка, г.

4.6. Результаты вычислений округляют до третьей цифры после запятой.

5. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ

5.I. Исходные данные, промежуточные и конечные результаты испытаний заносят в журнал данного вида анализа, в котором указывают:

а) наименование и адрес организации, предоставившей пробу на анализ,

б) наименование испытываемого продукта (вещества), количество проб,

в) место отбора пробы, дата отбора,

г) обозначение нормативного документа, по которому проводят анализ. Особые условия испытаний,

д) исходные данные, промежуточные и конечные результаты,

е) особенности, проявившиеся в ходе анализа;

ж) должность, фамилия и подпись лица, проводившего испытание;

и) дата проведения анализа.

Номер образца	Кислотное число масла после окисления, мг КОН/г	Кислотное число водопроводной воды после окисления масла, мг КОН/г	Кислотное число дистиллированной воды, прошедшей на промывку приборов и холодильников, мг КОН/г	Общее кислотное число, мг КОН/г	Осадок, %
	a	b	c	K	X
I	2	3	4	5	6

$a = \frac{(V_1 - V_2)Tn}{20}$ $b = \frac{V_3 r (V_4 - V_5)T}{25}$ $c = \frac{(V_7 - V_8)T}{25}$ $K = a + b + c$ $X = \frac{m_1 \cdot 100}{m}$

V_1	V_3	V_8	K	m
V_2	V_4	V_9		m_1
T	V_5	T		X
n	T	c		
a	b			

5.2. По результатам испытания организации-заказчика выдается протокол испытаний, в котором указываются сведения, перечисленные в п.6.I а,б,в,г,е,и и конечные результаты анализа. Протокол подписывают руководитель лаборатории и лицо, выполнившее анализ.

6. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

6.I. Повторяемость

Два результата измерения, полученные последовательно одним исполнителем, признаются достоверными (с 95% вероятн если расхождения между ними не превышают значений величин, занных в таблице I, для определения кислотного числа и в лице 2 - для определения содержания осадка.

Таблица I

Кислотное число, мг КОН на I г масла	Допустимые расхождения мг КОН на I г масла
до 0,05	0,0I
от 0,05 до 0,I0	0,02
от 0,I до 0,30	0,03
от 0,3 до 0,50	0,07
от 0,5 до I,0	0,I5
от I,0 до 2.00	0,25
2,0 и выше	0,35

Таблица 2

Содержание осадка, %	Допускаемые расхождения, %
до 0,0I	0,002
от 0,0I до 0,03	0,003
от 0,03 до 0,05	0,005
от 0,05 до 0,I0	0,0I0
от 0,I0 и выше	0,0I5

6.2. Воспроизводимость

Два результата измерения, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95%-ной вероятностью), если расхождения между ними не превысят I0%.

Приложение А

Справочное

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначения НТД, на которые даны ссылки	Номер пункта, подпункта перечисления, приложения
ГОСТ 859-78	I
ГОСТ 5789-78	I
ГОСТ 5975-80	I
ГОСТ 5985-79	I
ГОСТ I8300-87	I
ГОСТ 24363-80	I
ТУ 25-202I.003-88	I
ТУ 38.40I-67-I08-92	I
ТУ 6-09-07-356-73	I
ТУ 6-09-5360-87	I

gost.e-ecolog.ru