

Акционерное общество
«Российский концерн по производству электрической
и тепловой энергии на атомных станциях»

(АО «Концерн Росэнергоатом»)

ПРИКАЗ

14. 11. 2016

№ 9/1459-П

Москва

О введении в действие
РД ЭО 1.1.2.05.0444-2016

В целях поддержания актуального состояния нормативных документов, устанавливающих требования технического и организационного характера, направленные на обеспечение безопасной, надежной, эффективной, экономичной эксплуатации и технического обслуживания масляных хозяйств и энергетических масел в оборудовании атомных станций АО «Концерн Росэнергоатом», выполнен плановый пересмотр РД ЭО 1.1.2.05.0444-2009 «Требования к эксплуатации, организации и проведению испытаний трансформаторных и турбинных масел на атомных станциях» с разработкой новой редакции.

На основании изложенного

ПРИКАЗЫВАЮ:

1. Ввести в действие с 28.12.2016 РД ЭО 1.1.2.05.0444-2016 «Требования к эксплуатации, организации и проведению испытаний трансформаторных и турбинных масел на атомных станциях» (далее – РД ЭО 1.1.2.05.0444-2016, приложение 1).

2. Заместителям Генерального директора – директорам филиалов АО «Концерн Росэнергоатом» – действующих атомных станций и руководителям структурных подразделений центрального аппарата АО «Концерн Росэнергоатом»:

2.1. Принять РД ЭО 1.1.2.05.0444-2016 к руководству и исполнению.

2.2. Обеспечить применение аттестованных методик выполнения измерений с соответствующими свидетельствами об аттестации при проведении эксплуатационного контроля качества масел (приложение 2).

3. Департаменту планирования производства, модернизации и продления срока эксплуатации (Костюченко В.В.) внести РД ЭО 1.1.2.05.0444-2016 в подраздел 2.4.1 части III Указателя технических документов, регламентирующих обеспечение

СЗ/5469/11.11

безопасности на всех этапах жизненного цикла атомных станций (обязательных и рекомендуемых к использованию).

4. Департаменту инженерной поддержки (Тетерин Ю.П.) обеспечить координацию работ по введению в действие РД ЭО 1.1.2.05.0444-2016 на атомных станциях.

5. Признать утратившим силу с 28.12.2016 приказ ОАО «Концерн Росэнергоатом» от 20.01.2010 № 37 «О введении в действие РД ЭО 1.1.2.05.0444-2009».

И.о. Генерального директора



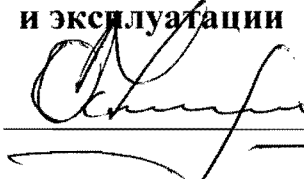
А.В. Шутиков



Акционерное общество
«Российский концерн по производству электрической
и тепловой энергии на атомных станциях»

(АО «Концерн Росэнергоатом»)

УТВЕРЖДАЮ
З.с. Заместитель Генерального
директора – директор по производству
и эксплуатации


А.А. Дементьев
«25» 10 2016

Руководящий документ
эксплуатирующей организации

РД ЭО 1.1.2.05.0444-2016

ТРЕБОВАНИЯ К ЭКСПЛУАТАЦИИ, ОРГАНИЗАЦИИ И ПРОВЕДЕНИЮ ИСПЫТАНИЙ ТРАНСФОРМАТОРНЫХ И ТУРБИННЫХ МАСЕЛ НА АТОМНЫХ СТАНЦИЯХ

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН ОАО «Фирма по наладке, совершенствованию технологии и эксплуатации электростанций и сетей ОРГРЭС» (ОАО «Фирма ОРГРЭС») совместно с ОАО «Всероссийский научно-исследовательский теплотехнический институт» (ОАО «ВТИ»)

2 ВНЕСЕН Департаментом инженерной поддержки

3 ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом АО «Концерн Росэнергоатом»

от 14. 11. 2016 № 9/1459-17

4 ВЗАМЕН РД ЭО 1.1.2.05. 0444-2009

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	2
3 Термины и определения	10
4 Сокращения.....	14
5 Трансформаторные масла.....	15
6 Нефтяные турбинные масла	68
7 Огнестойкие турбинные масла	102
8 Эксплуатация маслохозяйства нефтяных масел	133
9 Техника безопасности и противопожарная техника при эксплуатации нефтяных масел	160
Приложение А (рекомендуемое) Методы испытаний трансформаторных масел.....	166
Приложение Б (рекомендуемое) Методы испытаний нефтяных турбинных масел	172
Приложение В (рекомендуемое) Методы испытаний огнестойких масел.....	176
Приложение Г (рекомендуемое) Инструкция по выполнению измерений объемного содержания воздуха в минеральных и огнестойких типа ОМТИ) турбинных маслах	177
Приложение Д (рекомендуемое) Рекомендации по порядку ввода в эксплуатацию нефтяных турбинных масел различных марок	190
Приложение Е (рекомендуемое) Требования к определению эффективности маслоочистительного оборудования.....	192
Приложение Ж (рекомендуемое) Порядок отбора проб масел	198
Приложение И (справочное) Новые марки минеральных турбинных масел	202
Приложение К (рекомендуемое) Модернизация оборудования МХ	205
Приложение Л (рекомендуемое) Методики контроля качества масла.....	211
Библиография.....	330

Руководящий документ эксплуатирующей организации**ТРЕБОВАНИЯ К ЭКСПЛУАТАЦИИ, ОРГАНИЗАЦИИ И
ПРОВЕДЕНИЮ ИСПЫТАНИЙ ТРАНСФОРМАТОРНЫХ И
ТУРБИННЫХ МАСЕЛ НА АТОМНЫХ СТАНЦИЯХ**Дата введения – 28.12.2016**1 Область применения**

1.1 Настоящий руководящий документ определяет требования технического и организационного характера, направленные на обеспечение безопасной, надежной, эффективной, экономичной эксплуатации и технического обслуживания масляных хозяйств и энергетических масел в оборудовании атомных станций.

1.2 Настоящий руководящий документ распространяется на:

– масляные хозяйства атомных станций независимо от разнотипности выполнения технологических схем и используемого маслоочистительного оборудования;

– минеральные (нефтяные) электроизоляционные (трансформаторные) масла, применяемые в электрооборудовании;

– минеральные (нефтяные) турбинные масла, применяемые в тепломеханическом оборудовании;

– синтетические огнестойкие турбинные масла на основе трикселенилфосфатов, применяемые в тепломеханическом оборудовании;

– компрессорные, промышленные, гидравлические, моторные и др. масла, а также пластичные смазки, применяемые во вспомогательном оборудовании.

1.3 Настоящий руководящий документ предназначен для применения:

– организациями, осуществляющими эксплуатацию и техническое обслуживание энергетических масел, масляных хозяйств и маслonaполненного энергетического оборудования атомных станций;

– проектными и специализированными экспертными организациями, осуществляющими соответственно проектирование и экспертный анализ;

– ремонтными и специализированными организациями, выполняющими ремонтное и диагностическое обслуживание масляных хозяйств, энергетических масел и маслонаполненного энергетического оборудования атомных станций.

1.4 Требования руководящего документа обязаны выполнять сторонние организации (проектные, конструкторские, научно-исследовательские, экспертные, строительные, монтажные, промышленные и иные), выполняющие работы или оказывающие услуги в области применения руководящего документа по договорам с предприятиями АО «Концерн Росэнергоатом», филиалами, дочерними и зависимыми организациями, если это обязательство отражено в заключаемых договорах.

1.5 Применение на атомных станциях масел иных типов и марок, не указанных в настоящем руководящем документе, допускается после согласования с изготовителем соответствующего оборудования. Порядок и условия применения таких масел определяет изготовитель оборудования. Окончательное решение по допуску и порядку их применения на атомных станциях принимает АО «Концерн Росэнергоатом».

1.6 При введении в действие уполномоченными федеральными органами исполнительной власти новых нормативных правовых и методических документов, требования которых отличаются от приведенных в настоящем руководящем документе, следует пользоваться вновь введенными требованиями до внесения в руководящий документ соответствующих изменений.

2 Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы ссылки на следующие нормативные документы:

НП-001-15 Общие положения обеспечения безопасности атомных станций

НП-089-15 Правила устройства и безопасной эксплуатации оборудования и трубопроводов атомных энергетических установок

ППБ АС-2011 Правила пожарной безопасности при эксплуатации атомных станций

ГОСТ 12.1.004-91 ССБТ Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007-76 ССБТ Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.044-89 (ИСО 4589-84) ССБТ Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения

ГОСТ 12.1.019-2009 Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.011-89 ССБТ Средства защиты работающих. Общие требования и классификация

ГОСТ 12.4.009-83 Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.122-83 ССБТ Коробки фильтрующе-поглощающие для промышленных противогозлов. Технические условия

ГОСТ 33-2000 Нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости. Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости

ГОСТ 332-91 Ткани хлопчатобумажные и смешанные суровые фильтровальные. Технические условия

ГОСТ 427-75 Линейки измерительные металлические. Технические условия

ГОСТ 450-77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 481-80 Паронит и прокладки из него. Технические условия

ГОСТ 859-2014 Медь. Марки

ГОСТ 981-75 Масла нефтяные. Метод определения стабильности против окисления

ГОСТ 982-80 Масла трансформаторные. Технические условия

ГОСТ 1437-75 Нефтепродукты темные. Ускоренный метод определения содержания серы

ГОСТ 1510-84 Нефть и нефтепродукты. Маркировка, упаковка, транспортирование и хранение

ГОСТ 1547-84 Масла и смазки. Метод определения наличия воды

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2477-65 Нефть и нефтепродукты. Метод определения содержания воды

ГОСТ 2517-2012 Нефть и нефтепродукты. Метод отбора проб

ГОСТ 2824-86 Картон электроизоляционный. Технические условия

ГОСТ 2917-76 Масла и присадки. Метод определения коррозионного воздействия на металлы

ГОСТ 3900-85 Нефть и нефтепродукты. Методы определения плотности

ГОСТ 3956-76 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 4204-77. Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4333-2014 (ISO 2592:2000) Нефтепродукты. Методы определения температур вспышки и воспламенения в открытом тигле

ГОСТ ISO 4263-1-2013 Нефть и нефтепродукты. Определение характеристик старения ингибированных масел и жидкостей. Метод TOST. Часть 1. Нефтяные масла

ГОСТ 5789-78 Толуол. Технические условия

ГОСТ 5955-75 Реактивы. Бензол. Технические условия

ГОСТ 5985-79 Нефтепродукты. Метод определения кислотности и кислотного числа

ГОСТ 6307-75 Нефтепродукты. Метод определения наличия водорастворимых кислот и щелочей

ГОСТ 6356-75 Нефтепродукты. Метод определения температуры вспышки в закрытом тигле

ГОСТ 6370-83 Нефть, нефтепродукты и присадки. Метод определения механических примесей

ГОСТ 6433.5-84 Диэлектрики жидкие. Отбор проб

ГОСТ 6581-75 Материалы электроизоляционные жидкие. Методы электрических испытаний

ГОСТ 6613-86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6709-72. Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6722-75 Картон фильтровальный технический. Технические условия

ГОСТ 7822-75 Масла нефтяные. Метод определения растворенной воды

ГОСТ 7995-80 Краны соединительные стеклянные. Технические условия

ГОСТ 8136-85 Оксид алюминия активный. Технические условия

ГОСТ 8984-75 Силикагель - индикатор. Технические условия

ГОСТ 9347-74 Картон прокладочный и уплотнительные прокладки из него.

Технические условия

ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые.

Технические условия

ГОСТ 9490-75 Материалы смазочные жидкие и пластичные. Метод определения трибологических характеристик на четырехшариковой машине

ГОСТ 9972-74 Масла нефтяные турбинные с присадками. Технические условия

ГОСТ 10121-76 Масло трансформаторное селективной очистки.

Технические условия

ГОСТ 11314-82 Ксилолы каменноугольные технические. Технические условия

условия

ГОСТ 11362-96 (ИСО 6619-88) Нефтепродукты и смазочные материалы.

Число нейтрализации. Метод потенциометрического титрования

ГОСТ 11677-85 Трансформаторы силовые. Общие технические условия

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 12068-66 Масла нефтяные. Метод определения времени демульсации

ГОСТ 13003-88 Масла изоляционные. Метод определения газостойкости в электрическом поле

ГОСТ 14202-69 Трубопроводы промышленных предприятий. Опознавательная окраска, предупреждающие знаки и маркировочные щитки

ГОСТ 15150-69 Машины, приборы и другие технические изделия. Исполнения для различных климатических районов. Категории, условия эксплуатации, хранения и транспортирования в части воздействия климатических факторов внешней среды

ГОСТ 17216-2001 Промышленная чистота. Классы чистоты жидкостей

ГОСТ 18995.2-73 Продукты химические жидкие. Метод определения показателя преломления

ГОСТ 19121-73 Нефтепродукты. Метод определения содержания серы сжиганием в лампе

ГОСТ 19199-73 Масла смазочные. Метод определения антикоррозионных свойств

ГОСТ 20284-74 Нефтепродукты. Метод определения цвета на колориметре ЦНТ

ГОСТ 20287-91 Нефтепродукты. Метод определения температуры текучести и застывания

ГОСТ 21046-86 Нефтепродукты отработанные. Общие технические условия

ГОСТ Р 53228-2008 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 24614-81 Жидкости и газы, не взаимодействующие с реактивом Фишера. Кулонометрический метод определения воды

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25371-97 (ИСО 2909-81) Нефтепродукты. Расчет индекса вязкости по кинематической вязкости

ГОСТ 25828-83 Гептан нормальный эталонный. Технические условия

ГОСТ 28498-90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 28582-90 (ИСО 2049-72) Нефтепродукты. Метод определения цвета

ГОСТ 28640-90 (МЭК 590-77) Масла минеральные электроизоляционные. Метод определения ароматических углеводородов

ГОСТ 29227-91 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть I. Общие требования

ГОСТ 31340-2013 Предупредительная маркировка химической продукции. Общие требования

ГОСТ 31873-2012 Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб

ГОСТ ИСО 4407-2006 Чистота промышленная. Определение загрязненности жидкости методом счета частиц с помощью оптического микроскопа

ГОСТ ISO 6619-2013 Нефтепродукты и смазки. Число нейтрализации. Метод потенциометрического титрования

ГОСТ ISO 2719-2013 Нефтепродукты. Методы определения температуры вспышки в закрытом тигле Пенски-Мартенса

ГОСТ Р ИСО 3675-2007 Нефть сырая и нефтепродукты жидкие. Лабораторный метод определения плотности с использованием ареометра

ГОСТ Р ЕН ИСО 14596-2008 Нефтепродукты. Определение содержания серы методом рентгенофлуоресцентной спектрометрии с дисперсией по длине волны

ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.

ГОСТ Р 50554-93 Промышленная чистота. Фильтры и фильтрующие элементы. Методы испытаний

ГОСТ Р 51069-97 Нефть и нефтепродукты. Метод определения плотности, относительной плотности и плотности в градусах API ареометром

ГОСТ Р 51947-2002 Нефть и нефтепродукты. Определение серы методом энергодисперсионной рентгенофлуоресцентной спектрометрии

ГОСТ Р 52719-2007 Трансформаторы силовые. Общие технические условия

ГОСТ Р 53203-2008 Нефтепродукты. Определение серы методом рентгенофлуоресцентной спектрометрии с дисперсией по длине волны

ГОСТ Р 53708-2009 Нефтепродукты. Жидкости прозрачные и непрозрачные. Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости

ГОСТ Р 54281-2010 Нефтепродукты, смазочные масла и присадки. Метод определения воды кулонометрическим титрованием по Карлу Фишеру

ГОСТ Р 54331-2011 Жидкости для применения в электротехнике. Неиспользованные нефтяные изоляционные масла для трансформаторов и выключателей. Технические условия

ГОСТ Р 55413-2013 Масла нефтяные изоляционные. Определение межфазного натяжения масло-вода методом кольца

ГОСТ Р 55494-2013 Масла изоляционные. Обнаружение коррозионной серы. Испытание на серебряной полоске

ГОСТ Р МЭК 60156-2013 Жидкости изоляционные. Определение напряжения пробоя на промышленной чистоте

ГОСТ Р МЭК 60247-2013 Жидкости изоляционные. Определение относительной диэлектрической проницаемости, тангенса угла диэлектрических потерь ($\tan \delta$) и удельного сопротивления при постоянном токе

ГОСТ Р МЭК 60475-2013 Жидкости изоляционные. Отбор проб

ГОСТ Р МЭК 60628-2013 Жидкости изоляционные. Определение газостойкости под действием электрического напряжения и ионизации

ГОСТ Р МЭК 60666-2013 Масла изоляционные нефтяные. Обнаружение и определение установленных присадок

ГОСТ Р МЭК 60814-2013 Жидкости изоляционные. Бумага и прессованный картон, пропитанные маслом. Определение содержания воды автоматическим кулонометрическим титрованием по Карлу Фишеру

ГОСТ Р МЭК 61125-2013 Жидкости изоляционные неиспользованные на основе углеводородов. Методы определения стойкости к окислению

ГОСТ ИЕС 61198-2014 Масла изоляционные нефтяные. Методы определения 2-фурфуrolа и родственных соединений

ГОСТ Р МЭК 61619-2013 Жидкости изоляционные. Определение загрязнения полихлорированными бифенилами (PCB) методом газовой хроматографии на капиллярной колонке

ГОСТ Р МЭК 62021-1-2013 Жидкости изоляционные. Определение кислотности. Часть 1 Метод автоматического потенциометрического титрования

СНиП 2.09.04-87 Административные и бытовые здания

СНиП 2.11.03-93 Склады нефти и нефтепродуктов. Противопожарные нормы

СТО 1.1.1.02.001.0673-2006 Правила охраны труда при эксплуатации тепломеханического оборудования тепловых сетей атомных станций ФГУП концерн «Росэнергоатом»

СТО 1.1.1.01.0678-2015 Основные правила обеспечения эксплуатации атомных станций

СТО 1.1.1.07.003.0801-2009 Лабораторный анализ газовых сред атомных электростанций с водо-водяным энергетическим реактором. Методики выполнения измерений

СТО 56947007-29.180.010.008-2008 Методические указания по определению содержания ионола в трансформаторных маслах методом газовой хроматографии

СО 34.46.302-2000 Методические указания по диагностике развивающихся дефектов по результатам хроматографического анализа газов, растворенных в масле трансформаторного оборудования

СО 34.45-51.300-97 Объем и нормы испытаний электрооборудования

СТО 70238424.27.100.053-2013. Энергетические масла и маслохозяйства электрических станций и сетей. Организация эксплуатации и технического обслуживания. Нормы и требования

СТО 56947007-29.180.010.007-2008 Методические указания по определению содержания кислорода, азота в трансформаторных маслах методом газовой хроматографии

СТО 56947007-29.180.010.009-2008 Методические указания по определению содержания фурановых производных в трансформаторных маслах методом газовой хроматографии

СТО 56947007-29.180.010.070-2011 Методические указания по определению поверхностного натяжения трансформаторных масел на границе с водой методом отрыва кольца

СО 34.43.107-95 Методические указания по определению содержания воды и воздуха в трансформаторном масле

СО 34.43.206-94 Методика количественного химического анализа. Определение содержания производных фурана в электроизоляционных маслах методом жидкостной хроматографии

СО 34.43.208-95 Методика количественного химического анализа. Определение содержания присадок в энергетических маслах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

РД ЭО 1.1.2.01.0930-2013 Положение по управлению несоответствиями при изготовлении и входном контроле продукции для АЭС

НР 1.2.4.05.999.0216-2014 Нормы производственного запаса товарно-материальных ценностей для обеспечения ремонтно-эксплуатационных нужд атомных станций.

ГН 2.2.5.1313-03 Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны. Гигиенические нормативы.

Примечание – При пользовании настоящим руководящим документом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов в информационной системе общего пользования – на официальном сайте национального органа Российской Федерации по стандартизации с сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при использовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем руководящем документе применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 загрязнение: Вещества различной природы (вода, механические примеси, масляный шлам, пузырьки газов), попавшие в масло из окружающей среды или технологических систем при его изготовлении, транспортировании, хранении, перекачке или эксплуатации, ухудшающие его эксплуатационные характеристики и находящиеся в масле в дисперсном (взвешенном) состоянии.

3.2 масляный шлам: Коагулированные или конденсированные продукты старения, находящиеся в масле в растворенном, взвешенном состоянии или в виде осадков.

3.3 механические примеси: Взвешенные частицы различной природы (частицы металлов, продукты коррозии и износа конструкционных материалов, целлюлозные волокна, частицы силикатных и органических эластомеров, пыль, колонии бактерий и т.п.), ухудшающие эксплуатационные характеристики масла.

3.4 некондиционное масло: Масло, не удовлетворяющее требованиям стандарта или технических условий.

3.5 область нормального состояния масла: Состояние масла, при котором его качество гарантирует надежную работу оборудования и требует минимального объема контроля.

3.6 область превышения предельно-допустимых значений: Состояние масла, при котором его качество не обеспечивает надежную работу оборудования.

3.7 область риска: Состояние масла, при котором его качество требует учащенного контроля по расширенному перечню показателей.

3.8 отработанное масло: Масло, слитое из оборудования в случае несоответствия эксплуатационным нормам (предельно-допустимым значениям) или по истечению установленного срока службы, которое нельзя использовать по прямому назначению без дополнительной обработки.

3.9 очистка: Процесс удаления из масла только загрязнений с использованием в основном физических методов (отстой, фильтрация, центробежная сепарация, вакуумное испарение и др.).

3.10 подготовленное или очищенное масло: Масло, прошедшее специальную обработку (осушку, очистку от механических примесей и при необходимости дегазацию).

3.11 присадки: Вещества различной природы, добавляемые в масла для улучшения их эксплуатационных характеристик (качества).

3.12 продукты старения: Вещества различной природы (асфальто-смолистые соединения, кислоты, соли различных кислот, различные гетероатомные органические соединения, вода, газы), образовавшиеся в масле в процессе его хранения или эксплуатации за счет деградации самого масла и (или) конструкционных материалов, ухудшающие его эксплуатационные характеристики и находящиеся в масле в растворенном и (или) мелкодисперсном (коллоидном) состоянии.

3.13 регенерация: Процесс восстановления эксплуатационных характеристик (качества) отработанного масла для повторного применения его по прямому назначению, в соответствии с требованиями, предъявляемым к регенерированному маслу.

П р и м е ч а н и е – Регенерация масла предусматривает удаление из масла, как загрязнений, так и продуктов старения с использованием различных физических, физико-химических и химических методов (адсорбция, кислотная и щелочная очистка, гидроочистка, селективная очистка, термовакuumное фракционирование и др.). Технологически процесс регенерации масла включает в себя комбинацию различных методов удаления нежелательных компонентов (загрязнения, продукты старения, асфальто-смолистые вещества и полиароматические углеводороды) с последующей стабилизацией очищенного масла с помощью присадок.

3.14 регенерированное масло: Масло (отработанное), прошедшее регенерацию, пригодное для повторного применения по прямому назначению, соответствующее требованиям, предъявляемым к регенерированному маслу.

3.15 свежее масло: Масло, слитое из транспортных емкостей и (или) находящееся на хранении, соответствующее требованиям стандарта или технических условий.

3.16 стабилизация присадками: Ввод присадок в эксплуатационное и (или) регенерированное масло, для повышения его качества и продления срока службы в оборудовании.

3.17 товарное масло: Масло, поступившее от изготовителя (поставщика), находящееся в транспортной емкости (железнодорожной или автомобильной цистерне, бочке и т.п.).

3.18 эксплуатационное масло: Масло, находящееся в энергетическом оборудовании и соответствующее требованиям, предъявляемым к маслу, эксплуатируемому в оборудовании, а также масла находящиеся на хранении после слива из оборудования, которые могут быть повторно применены по прямому назначению без дополнительной обработки (очистки, стабилизации присадками, регенерации).

3.19 энергетическое оборудование маслonaполненное: Тепломеханическое и электротехническое оборудование атомных станций общего назначения, в технологических системах которого масла применяются в качестве рабочих жидкостей.

3.20 аэрационное свойство (склонность к аэрации): Способность сравниваемых масел в одинаковой гидродинамической обстановке образовывать газомасляную смесь (аэрироваться) с неодинаковым воздухомсодержанием ф.

Соотношение $\varphi_1 > \varphi_2$ означает, что первое масло более склонно к аэрации, чем второе.

3.21 аэрация масла: Процесс образования газомасляной смеси, т.е. насыщение объема масла пузырьками газа (преимущественно воздуха).

3.22 аэрированное масло: Двухкомпонентная (двухфазная) газожидкостная смесь, содержащая диспергированный газ (преимущественно воздух) и масло как жидкую дисперсионную среду.

3.23 главный масляный бак (ГМБ): Резервуар (емкость) для приема, накопления и полнопоточной очистки отработавшего (нагретого, аэрированного, загрязненного, обводненного) масла, сливающегося из подшипников турбоагрегата, элементов гидроавтоматики и уплотнений электрогенератора перед повторным использованием в циркуляционном контуре.

3.24 деаэрационное свойство (способность к деаэрации): Способность сравниваемых аэрированных масел при одинаковой технологии и гидродинамических режимах деаэрирования быстрее или медленнее освободиться от диспергированного воздуха, т.е. имеет разные скорости деаэрации V'' масел.

3.25 деаэрация масла: Процесс выделения диспергированного воздуха из масла.

3.26 деаэрирование масла (воздуховыделение): Технология выделения диспергированного воздуха из масла (например, при гравитационном отстаивании в ГМБ).

3.27 диспергированный воздух (газ): Воздух (газ), находящийся в жидкой среде в виде пузырьков различной формы.

3.28 масло: Жидкий смазочный материал минерального или синтетического происхождения.

3.29 напорный масляный бак (гравитационный бак, аварийный бак, резервный бачок и др.): Резервуар, размещенный в контуре циркуляции масла после насосной станции (над подшипниками, импеллером, масловодородными уплотнениями генератора).

3.30 объемное воздухосодержание аэрированного масла: Объемная концентрация диспергированного воздуха (газа) и аэрированном масле, т.е. выраженное в процентах отношение объема всех пузырьков воздуха V'' к суммарному объему газожидкостной смеси ($V' + V''$) [$\phi = V'' / V' + V''$) 100%].

3.31 пена: Аэрированное масло с преобладанием объема воздушного (газового) компонента над жидкостным.

3.32 растворенный воздух (газ): Воздух (газ), находящийся в жидкой среде (масле) в состоянии истинного раствора, т.е. в межмолекулярном состоянии.

3.33 скорость деаэрации (скорость воздуха выделения): Средняя линейная скорость подъема границы (фронта) раздела слоя аэрированного масла относительно подстилающего слоя «чистого» масла, т.е. уже освобожденного от пузырьков воздуха.

4 Сокращения

В настоящем руководящем документе использованы следующие сокращения:

АС – атомная станция;

БДР – бак доливочный системы регулирования;

БДС – бак доливочный системы смазки;

БЗВ – бак сбора замасленных вод;

БСДР – бак для сбора дренажей из системы регулирования;

БДС – бак для сбора дренажей из системы смазки;

ВОФ – воздухоосушительный фильтр;

ГЦН – главный циркуляционный насос;

КМУ – каплемаслоуловитель;

КПЧ – класс промышленной чистоты;

КЧ – кислотное число;

МБР – маслбак системы регулирования;

МБС – маслбак системы смазки;

МИ – методика (метод) измерений;

МНР – маслонасос регулирования;

- МНС – маслonaсос системы смазки;
- МО – маслоохладитель;
- МОО – маслоочистительное оборудование;
- МХ – масляное хозяйство;
- ОМ – огнестойкое турбинное масло на основе трикселенилфосфатов;
- ПНА – подпиточный насосный агрегат;
- РД – руководящий документ;
- РПН – устройство переключения напряжения трансформаторов под нагрузкой;
- ТУ – технические условия;
- УВГ – уплотнения вала генератора;
- ФТО – фильтр тонкой очистки.

5 Трансформаторные масла

5.1 Краткие характеристики и область назначения трансформаторных масел

5.1.1 Трансформаторные нефтяные масла являются жидкими диэлектриками, которые обеспечивают надежную электрическую изоляцию и охлаждение активной части маслonaполненного высоковольтного электрооборудования (силовые и измерительные трансформаторы, реакторы, высоковольтные вводы и др.).

В масляных выключателях и устройствах РПН трансформаторные масла служат для гашения электрической дуги.

5.1.2 Для долговременной и надежной работы электрооборудования трансформаторные масла должны обладать определенными эксплуатационными свойствами такими как:

- высокими диэлектрическими свойствами для обеспечения надежной электрической изоляции;
- достаточными вязкостно-температурными свойствами для обеспечения эффективного охлаждения активной части электрооборудования и (или) его пуска при отрицательных температурах;
- хорошей устойчивостью против старения для обеспечения продолжительного срока службы;

– необходимыми гигиеническими свойствами.

5.1.3 Для повышения стабильности против окисления все трансформаторные масла, выпускаемые в настоящее время в России, содержат ингибитор окисления (антиокислительную присадку) 2,6-дитретбутил-4-метилфенол (синонимы – АГИДОЛ-1, ИОНОЛ, 2,6-дитретбутилпаракрезол).

5.1.4 Требования к качеству трансформаторных масел, поставляемых в настоящее время на АС России приведены в таблице 5.1.

5.1.5 На АС рекомендуется применять трансформаторные масла следующих марок, выпускаемые в настоящее время:

– ГК по ТУ 38.101.1025-85 [1] – масло из западносибирских нефтей, вырабатываемое с применением гидрокрекинга и каталитической депарафинизации, стабилизируется присадкой АГИДОЛ-1;

– ВГ по ТУ 38.401.58177-96 [2] – масло из западносибирских нефтей, вырабатываемое с применением гидрокрекинга и каталитической депарафинизации, стабилизируется присадкой АГИДОЛ-1;

– Т-1500У по ТУ 38.401.58107-94 [3] – масло из западносибирских нефтей, вырабатываемое с применением селективной очистки, низкотемпературной депарафинизации и гидроочистки, стабилизируется бинарной присадкой АГИДОЛ-1 и БЕТОЛ-1.

Эксплуатация масел новых марок, поступивших на АС непосредственно в электрооборудовании, осуществляется в соответствии с инструкциями изготовителя оборудования.

Значения основных показателей качества масел, поставляемых на АС, должны удовлетворять требованиям документа (международная спецификация или стандарт или технические условия, ГОСТ Р 54331).

П р и м е ч а н и е – Масла марок ТКп по ТУ 38.401.5849-92 [4] и ТСП (ТСО) по ГОСТ 10121, выпускаемые в настоящее время, обладают низким качеством (не соответствуют требованиям ГОСТ Р 54331) и не рекомендованы для применения на АС. По решению технического руководителя АС электрооборудование, ранее залитое маслами марок ТКп по ТУ 38.401.5849-92 [4] и ТСП (ТСО) по ГОСТ 10121, рекомендуется при планировании ремонта заменять маслами марок ГК по ТУ 38.101.1025-85 [1] и ВГ по ТУ 38.401.58177-96 [2]. Слитые масла марок ТКп по ТУ 38.401.5849-92 [4] и ТСП (ТСО) по ГОСТ 10121 могут применяться в силовых трансформаторах напряжением до 35 кВ включительно и масляных выключателях.

5.1.6 Во время работы электрооборудования следует определять показатели качества трансформаторных масел и следить за их изменением. Скорость и степень ухудшения эксплуатационных характеристик масел определяют срок их службы в оборудовании.

5.1.7 Увеличение содержания воды и механических примесей в трансформаторном масле может происходить за счет загрязнения из окружающей среды при «дыхании» оборудования (в случаях неисправности воздухоосушительных фильтров, пленочной или азотной защиты) и при выполнении технологических операций в процессе его обслуживания. Кроме того, загрязнения могут накапливаться в масле за счет попадания продуктов износа и старения других конструкционных материалов, образующихся внутри электрооборудования. Значительное количество воды образуется при старении твердой изоляции.

5.1.8 Даже незначительные количества воды и (или) механических примесей, обладающих электропроводящими свойствами, при попадании в масла могут вызвать значительное ухудшение их диэлектрических характеристик. Совместное, отрицательное влияние воды и механических примесей (особенно частиц меди, железа и других металлов, целлюлозных волокон, коллоидных частиц) на эксплуатационные свойства трансформаторных масел намного сильнее, чем влиянию одного из этих факторов.

5.1.9 Для замедления старения и загрязнения трансформаторных масел электрооборудование оснащают специальными средствами защиты масел, такими как:

- пленочная или азотная защита;
- термосифонные или адсорбционные фильтры;
- воздухоосушительные фильтры;
- фильтры очистки масла от механических примесей в системе охлаждения и др.

5.1.10 Для обеспечения высокой надежности работы и увеличения межремонтного периода электрооборудования необходимо не только использовать высококачественные трансформаторные масла (см. 5.1.5), но и обеспечивать

эффективную их очистку при заливке в электрооборудование, а также постоянное поддержание необходимой чистоты масел (и как следствие активной части) в процессе эксплуатации. Специально подготовленные трансформаторные масла необходимо заливать в чистое электрооборудование, из которого полностью удалены шлам, продукты старения масла и другие загрязнения, способные оказывать отрицательное воздействие, как на качество масла, так и на надежность работы электрооборудования в целом. Показатели качества товарных трансформаторных масел приведены в таблице 5.1.

Т а б л и ц а 5.1 – Показатели качества товарных трансформаторных масел

Показатель	Марка масла							Требования ГОСТ Р 54331	Номер стандарта на метод испытаний
	ГК [1]	ВГ [2]	Т-1500У [3]	ТКп [4]	ТСп	Nyro 11GX	Nyro 10XN		
1 Вязкость кинематическая, мм ² /с, не более, при плюс 50 °С	9	9	–	9	9	9	9	9	ГОСТ 33, ГОСТ Р 53708
при плюс 40 °С	–	–	11	–	–	11	12	12	
при минус 30 °С	1200	1500	1300	1500	1300	1200	800	1800	
2 Кислотное число, мг КОН на 1 г масла, не более	0,01	0,01	0,01	0,02	0,02	0,01	0,01	0,01	ГОСТ 5985, ГОСТ Р МЭК 62021-1
3 Температура вспышки в закрытом тигле, °С, не ниже	135	135	135	135	150	135	140	135	ГОСТ 6356, ГОСТ Р ИСО 2719
4 Содержание водораст- воримых кислот и щелочей	–	–	–	Отс.	Отс.	–	–	–	ГОСТ 6307
5 Содержание механических примесей	Отс.	Отс.	Отс.	Отс.	Отс.	Отс.	Отс.	Отс.	ГОСТ 6370
6 Температура застывания, °С, не выше	-45	-45	-55	-45	-45	-45	-45	-45	ГОСТ 20287
7 Испытание коррозионного воздействия на пластинки из меди марки М1К или М2 по ГОСТ 859	Выдер- живаает	Выдер- живаает	Выдер- живаает	Выд- ер- жива- ет	–	Выдер- живаает	Выдер- живаает	Выдер- живаает	ГОСТ 2917
8 Тангенс угла диэлектрических потерь,%, не более при 90 °С	0,5	0,5	0,5	2,2	1,7	0,5	0,5	0,5	ГОСТ 6581
9 Плотность при 20 °С*, кг/м ³ , не более	895	895	885	900	895	895	895	895	ГОСТ 3900, ГОСТ Р 51069, ГОСТ Р ИСО 3675

Окончание таблицы 5.1

Показатель	Марка масла							Требования ГОСТ Р 54331	Номер стандарта на метод испытаний
	ГК [1]	ВГ [2]	Т-1500У [3]	ТКп [4]	ТСп	Nytro 11GX	Nytro 10XN		
10 Стабильность против окисления: – масса летучих кислот, мг КОН на 1 г масла, не более	0,04	0,04	0,07	0,008	0,005	0,04	0,04	0,04	ГОСТ 981, ГОСТ Р 54331
– содержание осадка, % массы, не более	0,015	0,015	0,015	0,01	Отс.	0,015	0,015	0,015	
– кислотное число окисленного масла, мг КОН на 1 г масла, не более	0,1	0,1	0,15	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	
11 Стабильность против окисления, метод МЭК, индукционный период, ч, не менее	150	150	150	–	–	–	–	–	ГОСТ Р МЭК 61125
12 Содержание серы, %, не более (коррозионная сера – отсутствие)	–	–	0,45	–	0,6	–	–	0,3	ГОСТ Р 54331** (ГОСТ Р 55494)
13 Содержание ионола (АГИДОЛ-1), %, не менее	0,25	0,3	0,2	0,2	0,2	0,25	0,25	0,25-0,4	ГОСТ Р МЭК 60666, СТО 56947007- 29.180.010.008
14 Внешний вид	Чистое, прозрачное, свободное от видимых частиц загрязнения и осадков, желтого или светло коричневого цвета								ГОСТ Р 54331
<p>* При измерении плотности при 15 °С, нормируемое значение устанавливается требованиями стандарта, технических условий или спецификации соответствия изготовителя масла.</p> <p>** Допускается определение данного показателя по ГОСТ 19121, ГОСТ Р ЕН ИСО 14596, ГОСТ Р 51947 или ГОСТ Р 53203, наличие коррозионной серы по ГОСТ Р 54331 и по ГОСТ Р 55494 для всех марок масел – отсутствие.</p> <p>П р и м е ч а н и я</p> <p>1 При внесении изменений изготовителем масла в документы, определяющие технические требования к качеству масла, необходимо внести изменения в данную таблицу. При возникновении разночтений приоритетным являются требования изготовителя масла.</p> <p>2 «Отс.» – обозначает отсутствие, а «–» – обозначает, что значение показателя не нормируется изготовителем масла.</p> <p>3 «Отсутствие» по п. 5 настоящей таблицы по ГОСТ 6370 обозначает содержание механических примесей менее 0,005% массы.</p> <p>4 Требования ГОСТ Р 54331 приведены только для обычных трансформаторных масел, т.к. масла для выключателей в настоящее время не производятся и не поставляются.</p>									

5.1.11 При диагностике электрооборудования применяют хроматографические методы контроля, такие как газовая хроматография для определения содержания растворенных в масле газов и высокоэффективная жидкостная хроматография для определения содержания в масле производных фурана. Порядок применения данных методов подробно изложен в специальных документах по диагностике электрооборудования (СО 34.46.302-2000, СО 34.45-51.300-97 и др.).

5.1.12 Область применения трансформаторных масел.

5.1.12.1 Трансформаторные масла различаются между собой по эксплуатационным свойствам, в связи с различиями в используемом сырье и технологиях их производства.

5.1.12.2 Область применения трансформаторных масел в электротехническом оборудовании приведена в таблице 5.2.

П р и м е ч а н и я

1 В настоящем РД не рассматриваются вопросы эксплуатации масел в генераторах с масляным охлаждением статора, вследствие отсутствия их на АС и специфичности условий работы масла в них; при необходимости эксплуатацию масла следует осуществлять в соответствии с требованиями инструкций изготовителей.

2 Эксплуатацию масла в герметичных высоковольтных вводах и гелей в высоковольтных вводах с RIP-изоляцией необходимо осуществлять в соответствии с требованиями инструкций изготовителей высоковольтных вводов.

5.1.12.3 Трансформаторные масла (товарные) должны отвечать требованиям действующих документов:

- национальных стандартов (ГОСТ Р 54331, ГОСТ 10121);
- международных стандартов (IEC 60296 [8]);
- документов изготовителя масла (ТУ [1-4] или СТО).

5.1.12.4 Значения основных показателей качества товарных масел, поставляемых в настоящее время на АС России, приведены в таблице 5.1.

5.1.12.5 Масла различных марок, рекомендуется хранить и использовать отдельно, без смешения, в соответствии с их областью применения, приведенной в таблице

Гарантированный срок хранения масел определяется требованиями нормативных документов изготовителей масел [1-4] и составляет не менее 5 лет.

5.1.12.6 В период гарантийного срока эксплуатации электрооборудования все операции с маслами (долив, замена, ввод присадок и др.) должны быть согласованы с изготовителем электрооборудования.

5.1.12.7 В масляных выключателях всех классов напряжения можно применять любые трансформаторные масла, которые приведены в таблице 5.2.

5.1.12.8 После капитального ремонта в силовые и измерительные трансформаторы, а также в масляные выключатели допустимо заливать подготовленные (очищенные) свежие, эксплуатационные и регенерированные масла, а также их смеси, если их качество удовлетворяет требованиям таблиц 5.3 и 5.4.

Т а б л и ц а 5.2 – Область применения трансформаторных масел

Марка масла	Номер стандарта на масло	Стабильность против окисления масла	Класс напряжения и тип электрооборудования
1 ГК 2 ВГ 4 Nytro 11GX 5 Nytro 10 XN	ТУ38.101.1025-85 [1] ТУ 38.401.58177-96 [2] Спецификация изготовителя и МЭК 60296 [8] То же	Высокая	Силовые и измерительные трансформаторы, реакторы, вводы до 1150 кВ включ., масляные выключатели
6 Т-1500 У* 7 Т-1500** 8 Т-750**	ТУ 38.401.58107-94 [3] ГОСТ 982 ГОСТ 982	Средняя	То же
9 ТКп** 10 ТАп**	ТУ38.101.890-81 ТУ38.101.281-80	Низкая	Силовые и измерительные трансформаторы, реакторы до 500 кВ включ., масляные выключатели
11 ТСп 12 ТКп	ГОСТ 10121 ТУ38.401.5849-92 [4]	Низкая	Силовые трансформаторы до 35 кВ включ., масляные выключатели
13 АГК** (специальное арктическое)	ТУ38.101.1277-89	Высокая	Силовые трансформаторы, реакторы до 750 кВ включ. Для регионов с холодным климатом

Окончание таблицы 5.2

Марка масла	Номер стандарта на масло	Стабильность против окисления масла	Класс напряжения и тип электрооборудования
14 МВ** 15 МВТ** (специальные арктические)	ТУ38.101.857-87 ТУ38.401.927-92	Низкая Высокая	Масляные выключатели для регионов с холодным климатом
<p>* Масло марки Т-1500У рекомендуется применять без смешения с другими маслами. ** Масла в настоящее время сняты с производства.</p> <p>П р и м е ч а н и я</p> <p>1 Испытания импортных трансформаторных масел должны выполняться в соответствии с требованиями ГОСТ 54331 и/или IEC 60296 [8]. 2 Применение масел по п. 11 и 12 настоящей таблицы в электрооборудовании АС не рекомендуется.</p>			

5.1.12.9 Доливки масла в электрооборудование следует осуществлять с учетом области применения масла и порядка их смешения по п. 5.3.3 и таблицы 5.2.

П р и м е ч а н и я

1 Если долив масла производят в электрооборудование после его монтажа или ремонта, показатели качества подготовленных (очищенных) масел, предназначенных для долива, должны удовлетворять требованиям таблиц 5.3 и 5.4.

2 Если долив масла производят в эксплуатируемое электрооборудование, показатели качества масел, предназначенных для долива, должны удовлетворять требованиям таблицы 5.5 (область нормального состояния масла).

3 Показатели качества подготовленных (очищенных) масел, предназначенных для долива высоковольтных вводов, должны удовлетворять требованиям таблицы 5.3, долив в высоковольтные вводы эксплуатационного трансформаторного масла из бака трансформатора, соответствующего требованиям таблицы 5.5 допускается, если это предусмотрено руководством по эксплуатации изготовителя высоковольтного ввода, после выполнения испытаний на соответствие требованиям таблицы 5.5. Долив в высоковольтные вводы в иных случаях выполняют свежим маслом, соответствующим требованиям таблицы 5.3.

5.1.12.10 При доливе масла в высоковольтные вводы или его замене следует руководствоваться рекомендациями таблицы 5.6 и примечанием к 5.1.12.2.

5.2 Правила приема и хранения трансформаторных масел

5.2.1 В соответствии с требованиями технического регламента Таможенного союза ТР ТС 030/2012 [74] все партии трансформаторных масел, принимаемые на АС от поставщиков, должны иметь паспорт (сертификат, спецификации соответствия для импортных масел) качества, определяющий технические

требования к качеству масла и паспорт безопасности химической продукции, содержащий информацию о воздействии указанной продукции на здоровье человека и окружающую среду, правила обращения с указанной продукцией [9] и 6.2.1.

5.2.1.1 В паспортах должна содержаться информация об изготовителе масла (а не только поставщика масла), номер и дата выработки партии масла у изготовителя (более подробно какие сведения должны быть указаны в паспорте приведены в 6.2.1). Дополнительно рекомендуется запрашивать у поставщика масла копию Свидетельства о государственной аккредитации испытательной лаборатории, подтвердившей соответствие качества конкретной партии масла требованиям нормативной документации (международной спецификации, международным или национальным стандартам, техническим условиям). Данная информация необходима для минимизации рисков поставки на АС некондиционных масел.

5.2.1.2 Комплектность предоставляемой документации должна быть определена утвержденным в установленном порядке техническим заданием на поставку масла при формировании конкурсной заявки (ТР ТС 030/2012 [74]).

5.2.1.3 Информация о рекомендуемом ассортименте масел, их качестве должна содержаться в инструкциях (руководствах) по эксплуатации маслonaполненного электрооборудования.

5.2.1.4 Транспортные емкости для одной партии товарного масла должны сопровождаться общим комплектом сопроводительной документации и иметь одинаковую маркировку, и соответствовать требованиям ТР ТС 030/2012 [74], ГОСТ 1510, ГОСТ 31340.

5.2.1.5 Перед отбором пробы проводят внешний осмотр транспортных емкостей и проверку комплектности сопроводительной документации в соответствии с 5.2.1.

5.2.2 Все трансформаторные масла должны быть подвергнуты лабораторному анализу в целях определения их соответствия требованиям нормативной документации (международной спецификации, международным или национальным стандартам, техническим условиям).

5.2.2.1 В соответствии с требованиями ГОСТ 2517 и/или ГОСТ 31873 отбирают объединенную пробу масла из транспортной емкости (железнодорожной или автомобильной цистерны, партии бочек и т.д.) в количестве не менее 3 дм³ (3 л). Затем проба делится на 3 равные части, одна из которых (контрольная проба) подвергается лабораторным испытаниям на соответствие нормативным документам (международной спецификации или стандартам или техническим условиям, а также), а две части (арбитражные пробы) печатываются и хранятся в лаборатории до момента начала применения данной партии масла (но не дольше гарантийного срока хранения масла).

П р и м е ч а н и е – При отступлении порядка отбора проб от требований ГОСТ 2517 и/или ГОСТ 31873, претензия по качеству поступившего масла считается необоснованной.

5.2.2.2 Контрольная проба трансформаторного масла подвергается лабораторным испытаниям по показателям качества 2, 3, 4, 8, 9, 10, 12, 13, 14 из таблицы 5.1.

5.2.2.3 Показатели качества 2, 3, 4, 9, 14 из таблицы 5.1 определяются до слива масла из транспортной емкости, а показатели 8, 10, 12 и 13 таблицы 5.1 можно определять после слива масла.

5.2.2.4 Показатели 1 и 6 таблицы 5.1 должны дополнительно определяться по решению технического руководителя АС для специальных масел с улучшенными низкотемпературными свойствами, которые предназначены для применения в масляных выключателях (арктические масла).

5.2.3 Качество свежего масла из транспортной емкости должно отвечать всем требованиям национальных или международных стандартов [8] или документов изготовителя масла [1-4], основные требования которых приведены в таблице 5.1.

П р и м е ч а н и е – Требования данной таблицы могут периодически корректироваться в зависимости от обновления ассортимента выпускаемых трансформаторных масел и внесения изменений в национальные или международные стандарты или ТУ на масла.

5.2.4 Если результаты лабораторных испытаний покажут, что свежее масло некондиционно, т.е. не удовлетворяет всем требованиям стандарта или документов изготовителя масла [1-4], то поставщику должна быть предъявлена рекламационная претензия.

В рекламационном акте необходимо указать: поставщика, дату отгрузки и поступления партии масла, ее количество, номер и дату выдачи паспорта изготовителя (или поставщика), приложить копии акта отбора пробы масла и протокола потребителя с результатами анализа, с указанием по каким показателям масло не удовлетворяет требованиям документов. В рекламационной акт необходимо также включить требование о замене партии некондиционного масла или компенсации затрат по восстановлению его эксплуатационных свойств.

В случае разногласий арбитражные пробы трансформаторного масла, отобранные из транспортной емкости в соответствии с ГОСТ 2517 или ГОСТ 31873, подвергаются арбитражному анализу в независимой организации, сертифицированной специально для этих целей.

О всех случаях поставки некондиционного масла следует направить соответствующее письмо с копией паспорта и протокола лабораторных испытаний в АО «Концерн Росэнергоатом».

5.2.5 Некондиционные масла, не отвечающие требованиям стандарта, заливать в электрооборудование не допускается. Порядок действия с некондиционными маслами определяется РД ЭО 1.1.2.01.0930.

5.2.6 Трансформаторное масло, слитое в резервуары масляного хозяйства, подвергаются лабораторным испытаниям по показателям качества 2, 3, 4, 9, 14 из таблицы 5.1 сразу после его приема из транспортной емкости. Находящееся на хранении свежее или регенерированное масло испытывают по показателям качества 2, 3, 4, 8, 9, 10, 13, 14 из таблицы 5.1 с периодичностью не реже 1 раза в 4 года.

Определение показателей качества трансформаторных масел в соответствии с требованиями таблицы 5.3 или 5.4 следует выполнять непосредственно перед применением масла для определения необходимости и объема его подготовки перед заливом (доливом) в электрооборудование.

5.2.7 Резервуары и коммуникации маслопроводов узла приема масла перед приемом свежего или регенерированного трансформаторного масла из транспортной емкости должны быть приняты на чистоту. В случае необходимости, при наличии в них донных остатков масла, содержащих загрязнения, масляного

шлама и (или) продуктов коррозии на внутренних поверхностях проводится их подготовка. Подготовка резервуаров и коммуникаций маслопроводов предусматривает выполнение следующих операций:

- дренаж остатков масла, содержащих загрязнения;
- при необходимости пропарка и зачистка резервуара (при наличии продуктов коррозии и масляного шлама);
- промывка коммуникаций маслопроводов, узла приема масла гидродинамическим методом с помощью горячего (температура от 55 °С до 80 °С) очищенного трансформаторного масла;
- промывка резервуаров струей горячего (температура от 55 °С до 80 °С) очищенного трансформаторного масла и дренаж промывочного масла из резервуара;
- повторный прием на чистоту.

Примечание – Основные правила подготовки резервуаров приведены в ГОСТ 1510, возможно применение технологий, не оказывающих отрицательного влияния на качество масел.

Таблица 5.3 – Требования к качеству свежих трансформаторных масел, подготовленных к заливке в электрооборудование

Показатель качества масла и номер стандарта на метод испытания	Категория электрооборудования	Предельно допустимое значение показателя качества масла		Примечание
		предназначенного к заливке в электрооборудование	после заливки в электрооборудование	
1 Пробивное напряжение по ГОСТ 6581, кВ, не менее	Электрооборудование: до 15 кВ включ.	30	25	Допускается определение по ГОСТ Р МЭК 60156 Если коэффициент вариации, рассчитанный по ГОСТ 6581, превышает 20%, то результат испытаний – неудовлетворительный
	до 35 кВ включ.	35	30	
	от 60 до 150 кВ включ.	60	55	
	от 220 до 500 кВ включ.	65	60	
	750 кВ	70	65	
2 Кислотное число по ГОСТ 5985, мг КОН/г масла, не более	Электрооборудование: до 35 кВ включ.	0,02	0,02	Допускается определение по ГОСТ Р МЭК 62021-1 и ГОСТ 11362
	свыше 35 кВ	0,01	0,01	
3 Температура вспышки в закрытом тигле по ГОСТ 6356, °С, не ниже	Электрооборудование всех видов и классов напряжений	135	135	При применении специального масла для выключателей значение данного показателя определяется стандартом изготовителя. Допускается определение по ГОСТ Р ИСО 2719
4 Влагосодержание по ГОСТ Р МЭК 60814, % массы (г/г, мг/кг, ppm.), не более	Трансформаторы с пленочной или азотной защитой, герметичные маслonaполненные вводы, герметичные измерительные трансформаторы	0,001 (10)	0,001 (10)	Допускается определение по ГОСТ 7822 или ГОСТ 24614 или хроматографическим методом по СТО 70238424.27.100.053 или СО 34.43.107
	Силовые и измерительные трансформаторы без специальных защит масла, негерметичные маслonaполненные вводы	0,001 (15)	0,0015 (15)	

Продолжение таблицы 5.3

Показатель качества масла и номер стандарта на метод испытания	Категория электрооборудования	Предельно допустимое значение показателя качества масла		Примечание
		предназначенного к заливке в электрооборудование	после заливки в электрооборудование	
По ГОСТ 1547 (качественно)	Электрооборудование, при отсутствии требований изготовителей по количественному определению данного показателя	Отсутствие	Отсутствие	
5 Содержание механических примесей по ГОСТ 6370, % массы (класс промышленной чистоты по ГОСТ 17216, не более)	Электрооборудование всех видов и классов напряжений	Отсутствие (8)	Отсутствие (9)	Допускается определение данного показателя по ГОСТ ИСО 4407 с последующим перерасчетом по Приложению Г ГОСТ 17216. Класс промышленной чистоты по таблице 1 ГОСТ 17216 определяется по значению класса фракции с наибольшим значением
6 Тангенс угла диэлектрических потерь при 90 °С по ГОСТ 6581,%, не более	Силовые и измерительные трансформаторы до 35 кВ включ.	2,2	2,6	Проба масла дополнительной обработке не подвергается. Допускается определение по ГОСТ Р МЭК 60247
	Силовые и измерительные трансформаторы свыше 35 до 50 кВ включ., маслонаполненные вводы 35 кВ и выше	0,5	0,7	
7 Содержание водорастворимых кислот и щелочей по ГОСТ 6307, рН водной вытяжки, не менее	Электрооборудование всех видов и классов напряжений	6,5	6,5	Возможно качественное определение с индикатором (норма – отсутствие кислот)

Окончание таблицы 5.3

Показатель качества масла и номер стандарта на метод испытания	Категория электрооборудования	Предельно допустимое значение показателя качества масла		Примечание
		предназначенного к заливке в электрооборудование	после заливки в электрооборудование	
8 Содержание антиокислительной присадки АГИДОЛ-1 по ГОСТ Р МЭК 60666, % массы, не менее	Трансформаторы и маслонаполненные вводы 110 кВ и выше	0,25	0,23	Допускается определение хроматографическими методами по СТО 56947007-29.180.010.008, [12], [13]
9 Температура застывания, ГОСТ 20287, °С, не выше	Электрооборудование, заливаемое арктическим маслом	Минус 60	Минус 60	
10 Газосодержание по СТО 1.1.1.07.003.0801-2009, % объема, не более	Трансформаторы с пленочной защитой, герметичные маслонаполненные вводы	0,5	1,0	Допускается определение по СО 34.43.107 и СТО 56947007-29.180.010.007, норма до залива не является браковочной, определение обязательно
11 Стабильность против окисления по ГОСТ 981	Силовые и измерительные трансформаторы, маслонаполненные вводы 110 кВ и выше	В соответствии с требованиями документа на конкретную марку масла [1-4]	–	Допускается определение по ГОСТ Р МЭК 61125

Т а б л и ц а 5.4 – Требования к качеству регенерированных и очищенных эксплуатационных масел, подготовленных к заливке в электрооборудование после его ремонта¹⁾

Показатель качества масла и номер стандарта на метод испытания	Категория электрооборудования	Предельно допустимое значение показателя качества масла		Примечание
		предназначенного к заливке в электрооборудование	после заливки в электрооборудование	
1 Пробивное напряжение по ГОСТ 6581, кВ, не менее*	Электрооборудование:			Допускается определение по ГОСТ Р МЭК 60156 Если коэффициент вариации, рассчитанный по ГОСТ 6581, превышает 20%, то результат испытаний – неудовлетворительный
	до 15 кВ включ.	30	25	
	до 35 кВ включ.	35	30	
	от 60 до 150 кВ включ.	60	55	
	от 220 до 500 кВ включ.	65	60	
	750 кВ	70	65	
2 Кислотное число по ГОСТ 5985, мг КОН/г масла, не более	Силовые и измерительные трансформаторы до 35 кВ включ.	0,05	0,05	Допускается определение по ГОСТ Р МЭК 62021-1 и ГОСТ 11362
	Силовые и измерительные трансформаторы от 35 до 500 кВ включ.	0,02	0,02	
	Силовые и измерительные трансформаторы от 500 до 750 кВ включ.	0,01	0,01	
3 Температура вспышки в закрытом тигле, по ГОСТ 6356, °С, не менее	Силовые трансформаторы до 35 кВ включ.	130	130	При применении специального масла для выключателей значение данного показателя определяется стандартом изготовителя. Допускается определение по ГОСТ Р ИСО 2719
	Силовые и измерительные трансформаторы до 750 кВ включ.	135	135	

¹⁾ Применение регенерированных и очищенных эксплуатационных масел для заливки высоковольтных вводов после ремонта не допустимо, в данное электро-оборудование после ремонта следует заливать свежими маслами, отвечающими требованиям таблицы 5.3.

Продолжение таблицы 5.4

Показатель качества масла и номер стандарта на метод испытания	Категория электрооборудования	Предельно допустимое значение показателя качества масла		Примечание
		предназначенного к заливке в электрооборудование	после заливки в электрооборудование	
4 Влагосодержание по ГОСТ Р МЭК 60814, % массы (г/г, мг/кг, ppm.), не более	Трансформаторы с пленочной или азотной защитой, герметичные измерительные трансформаторы	0,001 (10)	0,001 (10)	Допускается определение по ГОСТ 7822 или ГОСТ 24614 или хроматографическим методом по СТО 70238424.27.100.053 или СО 34.43.107
	Силовые и измерительные трансформаторы без специальных защит масла	0,0015 (15)	0,0015 (15)	
по ГОСТ 1547 (качественно)*	Электрооборудование, при отсутствии требований изготовителей по количественному определению данного показателя	Отсутствие	Отсутствие	
5 Содержание механических примесей ГОСТ 6370, % массы, не более (класс чистоты по ГОСТ 17216, не более)*	Электрооборудование всех видов и классов напряжения	Отсутствие (8)	Отсутствие (9)	Допускается определение данного показателя по ГОСТ ИСО 4407 с последующим перерасчетом по приложению Г ГОСТ 17216. Класс промышленной чистоты по таблице 1 ГОСТ 17216 определяется по значению класса фракции с наибольшим значением

Продолжение таблицы 5.4

Показатель качества масла и номер стандарта на метод испытания	Категория электрооборудования	Предельно допустимое значение показателя качества масла		Примечание
		предназначенного к заливке в электрооборудование	после заливки в электрооборудование	
6 Тангенс угла диэлектрических потерь при 90 °С по ГОСТ 6581,%, не более	Силовые и измерительные трансформаторы до 35 кВ включ.	5	6	Проба масла дополнительной обработке не подвергается. Допускается определение по ГОСТ Р МЭК 60247
	Силовые и измерительные трансформаторы от 35 до 500 кВ включ.	1,5	1,7	
	Силовые и измерительные трансформаторы от 500 до 750 кВ включ.	0,5	0,7	
7. Содержание водорастворимых кислот и щелочей по ГОСТ 6307, рН водной вытяжки, не менее	Электрооборудование всех видов и классов напряжения	6,5	6,5	Возможно качественное определение с индикатором (норма – отсутствие кислот)
8 Содержание антиокислительной присадки АГИДОЛ-1 по ГОСТ Р МЭК 60666, % массы, не менее	Силовые трансформаторы до 35 кВ включ.	0,20	0,18	Допускается определение хроматографическими методами по СТО 56947007-29.180.010.008, [12], [13]. Для очищенных эксплуатационных масел и их смесей значение данного показателя не является браковочным, определение обязательное
	Силовые и измерительные трансформаторы свыше 35 до 750 кВ включ.	0,25	0,23	
9 Температура застывания по ГОСТ 20287, °С, не выше	Электрооборудование, заливаемое арктическим маслом	Минус 60	Минус 60	

Окончание таблицы 5.4

Показатель качества масла и номер стандарта на метод испытания	Категория электрооборудования	Предельно допустимое значение показателя качества масла		Примечание
		предназначенного к заливке в электрооборудование	после заливки в электрооборудование	
10 Газосодержание по СТО 1.1.1.07.003.0801-2009,% объема, не более	Трансформаторы с пленочной защитой, герметичные маслонаполненные вводы	0,5	1,0	Допускается определение по СО 34.43.107 и СТО 56947007-29.180.010.007, норма до залива не является браковочной, определение обязательно
11 Стабильность против окисления по ГОСТ 981**:	Силовые и измерительные трансформаторы 110 кВ и выше			Условия процесса: 130°С, 30 ч, 50 мл/мин O ₂
– кислотное число окисленного масла, мг КОН/г масла, не более		0,2	–	Для очищенных эксплуатационных масел и их смесей значение данного показателя определяют по решению технического руководителя АС
– массовая доля осадка,%, не более		Отсутствие	–	
12 Содержание серы по ГОСТ 19121***,%, не более	Электрооборудование:			Определение рекомендуется только для смесей масел и регенерированных масел. Возможно определение по ГОСТ Р ЕН ИСО 14596, ГОСТ Р 51947 и ГОСТ Р 53203
	до 35 кВ включ.	0,60	0,60	
	от 35 до 500 кВ включ.	0,35	0,35	
	от 500 до 750 кВ включ.	0,10	0,10	
* В масляных выключателях допускается применять регенерированные или очищенные эксплуатационные масла, а также их смеси со свежими маслами, если они удовлетворяют требованиям настоящей таблицы (п. 1 и 4) и имеют класс промышленной чистоты не более 12 (ГОСТ 17216).				
** В случае необходимости по решению технического руководителя АС допускается залив регенерированного трансформаторного масла в силовые и измерительные трансформаторы до 500 кВ включ., если стабильность против окисления будет соответствовать норме на масло ТКп (см. таблицу 5.1), а остальные показатели качества будут удовлетворять требованиям настоящей таблицы.				
*** Для электрооборудования 110 кВ и выше необходимо определять также наличие коррозионной серы по ГОСТ Р 54331 и по ГОСТ Р 55494 – коррозионная сера должна отсутствовать.				

Т а б л и ц а 5.5 – Требования к качеству эксплуатационных трансформаторных масел

Наименование показателя качества масла и номер стандарта на метод испытания	Категория электрооборудования	Значение показателя качества масла, ограничивающая область нормального состояния масла	Предельно-допустимое значение показателя качества масла	Рекомендуемые меры при достижении значения, ограничивающего область нормального состояния	Меры, применяемые при достижении предельно-допустимого значения	Примечание
1 Пробивное напряжение, по ГОСТ 6581, кВ, не менее	Электрооборудование: – до 15 кВ включ.; – до 35 кВ включ.; – от 60 до 150 кВ включ.; от 220 до 500 кВ включ.; 750 кВ	– – 40 50 60	20 25 35 45 55	Определить дополнительно показатели 4, 5, 6 настоящей таблицы, принять меры по защите масла от загрязнений, обработать масло в оборудовании при проведении текущего ремонта на МОО	Замена масла и восстановление его качества непосредственно в оборудовании обработкой на МОО	Основной критерий надежности эксплуатации масла. Допускается определение по ГОСТ Р МЭК 60156. Если коэффициент вариации, рассчитанный по ГОСТ 6581, превышает 20%, результат испытаний неудовлетворительный
2 Кислотное число, по ГОСТ 5985, мг КОН/г масла, не более	Силовые и измерительные трансформаторы, негерметичные вводы	0,05	0,15	Определить дополнительно показатели 6, 7, 8, 9 настоящей таблицы, принять меры по защите масла от старения, заменить силикагель в адсорбционных фильтрах	Замена масла или восстановление его качества непосредственно в оборудовании регенерацией	Основной критерий степени старения масла. Допускается определение по ГОСТ Р МЭК 62021-1 и ГОСТ 11362
3 Температура вспышки в закрытом тигле*, ГОСТ 6356, °С, не менее	Силовые и измерительные трансформаторы, негерметичные вводы	Снижение более чем на 5 °С в сравнении с предыдущим анализом	125	Определить причины (дефекты оборудования) вызвавшие ухудшение данного показателя при помощи хроматографического анализа	Замена масла	Допускается определение по ГОСТ Р ИСО 2719

Продолжение таблицы 5.5

Наименование показателя качества масла и номер стандарта на метод испытания	Категория электрооборудования	Значение показателя качества масла, ограничивающее область нормального состояния масла	Предельно-допустимое значение показателя качества масла	Рекомендуемые меры при достижении значения, ограничивающего область нормального состояния	Меры, применяемые при достижении предельно-допустимого значения	Примечание
4 Влагосодержание по ГОСТ Р МЭК 60814, % массы (г/т, мг/кг, ppm.), не более ГОСТ 1547	Трансформаторы с пленочной или азотной защитой, герметичные маслonaполненные вводы, герметичные измерительные трансформаторы	0,0015 (15)	0,0020 (20)	Принять меры по защите масла от загрязнения, проверить герметичность оборудования, обработать масло в оборудовании при проведении текущего ремонта на МОО	Принять меры по осушке масла обработкой на МОО, а также принять меры по осушке твердой изоляции во время ремонта Принять меры по осушке масла и твердой изоляции во время ремонта	Допускается определение по ГОСТ 7822 или ГОСТ 24614 или хроматографическим методом по СТО 70238424.27.100.053 или СО 34.43.107
	Силовые и измерительные трансформаторы без специальных защит масла, негерметичные маслonaполненные вводы	0,0020 (20)	0,0025 (25)			
	Электрооборудование, при отсутствии требований предприятий-изготовителей по количественному определению данного показателя	Отсутствие	Отсутствие			

Продолжение таблицы 5.5

Наименование показателя качества масла и номер стандарта на метод испытания	Категория электрооборудования	Значение показателя качества масла, ограничивающее область нормального состояния масла	Предельно-допустимое значение показателя качества масла	Рекомендуемые меры при достижении значения, ограничивающего область нормального состояния	Меры, применяемые при достижении предельно-допустимого значения	Примечание
5 Содержание механических примесей по ГОСТ 6370, % массы не более Класс промышленной чистоты**, ГОСТ 17216, не более	Электрооборудование всех типов и классов напряжения	Отсутствие 10	Отсутствие 11	Принять меры по защите масла от загрязнения. Обработать масло в оборудовании на при проведении текущего ремонта на МОО	Принять меры по очистке масла и промывке электрооборудования во время ремонта	Класс промышленной чистоты по ГОСТ 17216 является основным методом контроля. Допускается определение данного показателя по ГОСТ ИСО 4407 с последующим перерасчетом по приложению Г ГОСТ 17216. Класс промышленной чистоты по таблице 1 ГОСТ 17216 определяется по значению класса фракции с наибольшим значением
6 Тангенс угла диэлектрических потерь, ГОСТ 6581, %, не более (при температуре 90 °С)	Силовые и измерительные трансформаторы от 110 до150 кВ вкл. от 220 до500 кВ вкл. 750 кВ	12 8 3	15 10 5	Принять меры по защите масла от старения, заменить силикагель в термосифонных или адсорбционных фильтрах	Замена масла или восстановление его качества непосредственно в оборудовании регенерацией	Проба масла дополнительной обработке не подвергается. Допускается определение по ГОСТ Р МЭК 60247

Продолжение таблицы 5.5

Наименование показателя качества масла и номер стандарта на метод испытания	Категория электрооборудования	Значение показателя качества масла, ограничивающее область нормального состояния масла	Предельно-допустимое значение показателя качества масла	Рекомендуемые меры при достижении значения, ограничивающего область нормального состояния	Меры, применяемые при достижении предельно-допустимого значения	Примечание
7 Содержание водорастворимых кислот и щелочей по ГОСТ 6307, рН водной вытяжки, не менее	Силовые трансформаторы, герметичные высоковольтные вводы, герметичные измерительные трансформаторы до 750 кВ включ. Негерметичные высоковольтные вводы и измерительные трансформаторы до 500 кВ включ.	5,5 5,2	– –	Принять меры по защите масла от старения или его регенерация		Допускается качественное определение с индикатором и количественное определение по СТО 70238424.27.100.053
8 Содержание антиокислительной присадки АГИДОЛ-1 (2,6-дитрет-бутил-4-метилфенол) ГОСТ Р МЭК 60666,% массы, не менее	Силовые и измерительные трансформаторы, высоковольтные вводы 110 кВ и выше	0,1	–	Принять меры по защите масла от старения		Допускается определение по СТО 56947007-29.180.010.008, [12], [13]

Продолжение таблицы 5.5

Наименование показателя качества масла и номер стандарта на метод испытания	Категория электрооборудования	Значение показателя качества масла, ограничивающее область нормального состояния масла	Предельно-допустимое значение показателя качества масла	Рекомендуемые меры при достижении значения, ограничивающего область нормального состояния	Меры, применяемые при достижении предельно-допустимого значения	Примечание
9 Общее содержание шлама,% массы, не более	Силовые и измерительные трансформаторы, негерметичные высоковольтные вводы, 110 кВ и выше	–	0,005		Замена масла или восстановление его качества непосредственно в оборудовании регенерацией	Возможно только качественное определение. Определяется при достижении КЧ значения 0,05 мг КОН/г и более Определение проводят по СТО 70238424.27.100.053, [22]
10 Газосодержание по СТО 1.1.1.07.003.0801-2009,% объема, не более	Трансформаторы с пленочной защитой, герметичные маслonaполненные вводы	2	4	Принять меры по проверке пленочной защиты и герметичности оборудования	Принять меры по дегазации масла	Основной метод контроля – газовая хроматография. Допускается определение по СО 34.43.107, СТО 56947007-29.180.010.007

Окончание таблицы 5.5

Наименование показателя качества масла и номер стандарта на метод испытания	Категория электрооборудования	Значение показателя качества масла, ограничивающее область нормального состояния масла	Предельно-допустимое значение показателя качества масла	Рекомендуемые меры при достижении значения, ограничивающего область нормального состояния	Меры, применяемые при достижении предельно-допустимого значения	Примечание
11 Содержание фурановых производных*** (в том числе фурфурола), по ГОСТ ИЕС 61198-2014, % массы, не более	Трансформаторы и вводы 110 кВ и выше	0,0005 (0,0003)	–	Принять меры по дополнительному контролю состояния твердой изоляции (определение электрических характеристик, степени полимеризации и др.)		Допускается определение по СТО 70238424.27.100.0 53, СТО 56947007-29.180.010.009, СО 34.43.206
<p>* Испытание масла по п. 3 настоящей таблицы может не производиться, если с рекомендуемой периодичностью проводится хроматографический анализ растворенных в масле газов.</p> <p>** Класс промышленной чистоты для масел из масляных выключателей не должен быть более 13 класса. Определение факультативно.</p> <p>*** Показатель 11 рекомендуется определять по решению технического руководителя АС в случае обнаружения в трансформаторном масле значительных количеств характерных газов (СО и СО₂) хроматографическим анализом растворенных газов, которые свидетельствует о возможных дефектах и процессах разрушения твердой изоляции, а также при проведении комплексного обследования электрооборудования.</p>						

Примечание – По решению технического руководителя АС допускается эксплуатация электрооборудования, ранее залитого маслами марок ТКп, ТСП (ТСО), Т-750 и Т-1500, с кислотным числом не более 0,07 мг КОН/г (область нормального состояния) и не более 0,25 мг КОН/г (предельно-допустимое), при соответствии остальных показателей качества требованиям таблицы 5.5, если в электрооборудовании эксплуатируется смесь с маслами марок ГК, ВГ или Т-1500У, то качество масла должно соответствовать требованиям таблицы 5.5 по всем показателям.

5.3 Требования к трансформаторным маслам перед заполнением электрооборудования

5.3.1 Трансформаторные масла, подготовленные к заливу или доливу в электрооборудование, должны удовлетворять требованиям таблиц 5.3 и 5.4 и 5.1.12.9.

5.3.2 Основные правила залива трансформаторного масла приведены в инструкциях изготовителей электрооборудования.

5.3.3 Порядок смешения трансформаторных масел.

5.3.3.1 Свежие масла, предназначенные для смешения, должны удовлетворять требованиям действующих документов:

- национальных стандартов (ГОСТ Р 54331, ГОСТ 10121);
- международных стандартов (IEC 60296 [8]);
- документов изготовителя масла (ТУ [1-4] или СТО).

5.3.3.2 Не рекомендуется смешение с другими трансформаторными маслами специальных арктических масел, масел, содержащих деактивирующие присадки (масло марки Т-1500У [3]), а также отечественных и импортных трансформаторных масел разных классов, согласно международной спецификации [8].

5.3.3.3 Следует проводить смешение масел, предназначенных для применения в высоковольтных вводах, с учетом требований таблицы 5.6.

5.3.3.4 Допустимо проводить смешение трансформаторных масел, приведенных в таблице 5.2, в любых соотношениях, за исключением случаев, оговоренных в 5.3.3.2 и 5.3.3.3.

5.3.3.5 При смешении масел с разной областью применения (см. таблицу 5.2) смесь можно использовать только в электрооборудовании низшего класса напряжения.

Показатели качества смеси подготовленных (очищенных) масел, предназначенных для залива в электрооборудование, должны удовлетворять требованиям таблицы 5.3 и таблицы 5.4.

5.3.3.6 Рекомендуется при смешении использовать масла одной группы стабильности против окисления (таблица 5.2).

5.3.3.7 При необходимости смешения новых марок масел, не указанных в таблице 5.2, следует проводить их испытания на совместимость по специальным программам. Объем испытаний определяют на основании требований к качеству свежих масел, допущенных к применению (см. 5.1.5 и таблицу 5.1).

Масла считают совместимыми, если качество смеси удовлетворяет требованиям к маслу более низкого качества из состава смеси. Рекомендуется испытания на совместимость масел проводить в специализированных организациях.

5.3.3.8 Допустимо смешение свежих, регенерированных и эксплуатационных масел, если сами масла и их смеси отвечают требованиям таблицы 5.3 и таблицы 5.4.

5.3.4 Электрооборудование перед заливом масла следует промывать с помощью горячего (температура от 55 °С до 80 °С) очищенного трансформаторного масла для удаления остатков загрязнения с активной части и внутренней поверхности баков. Данную операцию особенно целесообразно применять перед заменой масла во всех высоковольтных вводах (вне зависимости от срока службы) и трансформаторах с продолжительным сроком службы (более 12 лет).

Технология промывки активной части приводится в инструкциях изготовителей электрооборудования. Возможно применение для этих целей специальных промывочных масел, если имеется разрешение АО «Концерн Росэнергоатом» на их применение (см. 5.1.10).

5.4 Объем, периодичность и нормы эксплуатационного контроля

5.4.1 Требования к качеству эксплуатационных трансформаторных масел в зависимости от вида оборудования и класса напряжения, методы испытаний и меры, принимаемые в случае превышения некоторых показателей качества масел нормативных значений, приведены в таблице 5.5.

5.4.2 Процедура отбора проб и определение значений основных показателей качества трансформаторных масел регламентированы требованиями стандартных методик, поэтому на АС необходимо иметь национальные стандарты, перечень которых приведен в разделе 2.

Т а б л и ц а 5.6 – Марки масел, рекомендуемых для замены и (или) долива в высоковольтные вводы

Марка масла, залитого во ввод	Марка масла, рекомендуемого к замене или доливу	Примечание*
ГК	ГК ВГ Nytro 10XN Nytro 11GX	
ВГ	ВГ ГК Nytro 10XN Nytro 11GX	
Т-750	Т-750 ВГ	
Т-1500	Т-1500 ВГ	
ТКп	Т-750 ВГ	При необходимости, возможен долив масла ТКп (выпуск до 1992 г. включ.)
* Применение другой марки масла для замены, требует промывки ввода от остатков старого масла.		

5.4.3 При расширении объема контроля качества электроизоляционных жидкостей необходимо применять методики и приборы, рекомендованные АО «Концерн Росэнергоатом».

Дополнительные методы испытаний для определения показателей качества трансформаторных масел, не указанных в таблицах 5.1, 5.3-5.5, рекомендуется применять при комплексной диагностике электрооборудования, для определения качества новых марок трансформаторных масел, не указанных в таблице 5.1, в том числе их экологических и гигиенических свойств, при испытаниях масел на совместимость при смешении, для определения причин возникновения дефектов или повреждения маслonaполненного электрооборудования.

МИ должны быть аттестованы, а средства измерений сертифицированы в соответствии с требованиями действующих нормативных документов.

При применении дополнительных МИ рекомендуется определение следующих показателей качества масла:

- показатель преломления по ГОСТ 18995.2;
- относительная диэлектрическая проницаемость по ГОСТ Р МЭК 60247;
- удельное сопротивление при постоянном токе по ГОСТ Р МЭК 60247;
- содержание ароматических углеводородов по ГОСТ 28640;
- межфазное натяжение масло-вода по ГОСТ Р 55413, СТО 56947007-29.180.010.070, СТО 56947007-29.180.010.070;
- определение содержания деактивирующих присадок и продуктов старения методом ИК-спектроскопии по ГОСТ Р МЭК 60666 или ВЭЖХ по СТО 70238424.27.100.053, [18], СО 34.43.208;
- определение содержания меди и других металлов (мутность [20], ИЕС 60422 [21]);
- содержание хлорированных бифенилов по ГОСТ Р МЭК 61619;
- активность воды по ИЕС 60422 [21];
- газообразование под воздействием электрического поля по ГОСТ Р МЭК 60628 и ГОСТ 13003;
- старение под воздействием электрического поля и структурно-групповой состав [41].

Критерии оценки качества и нормативные значения определяются непосредственной практикой применения данных показателей на АС, по некоторым показателям критерии оценки приведены в ИЕС 60422 [21].

По решению технического руководителя АС для определения показателей качества трансформаторного масла допускается применение собственных МИ или МИ сторонних организаций, если им официально присвоен код регистрации в Федеральном реестре методик измерений, показатели точности не хуже, чем у методов, указанных в таблицах 5.1, 5.3-5.5, и МИ имеют актуальный срок действия.

5.4.4 Испытания масел, эксплуатируемых в электрооборудовании

Цель данных испытаний заключается в определении соответствия качества масел эксплуатационным нормам, обеспечивающим надежную, долговечную и безаварийную работу электрооборудования.

При выполнении лабораторных испытаний масел, эксплуатируемых в оборудовании, на основании полученных результатов можно определить три основные области эксплуатации масел (нормативные значения показателей качества трансформаторных масел, определяющие эти области приведены в таблице 5.5).

5.4.4.1 Область нормального состояния масла, когда качество масла гарантирует надежную работу оборудования, при этом для контроля достаточно определение минимально необходимого количества показателей, таких как: 1, 2, 3, 4 таблицы 5.5 и внешний вид (сокращенный анализ). Показатель 3 (температура вспышки) может не определяться для масел из оборудования, контролируемого хроматографическим анализом растворенных в масле газов. Необходимость расширения объема испытаний следует определять на основании полученных результатов сокращенного анализа и рекомендуемой периодичности испытаний, а также в случаях ухудшения характеристик твердой изоляции, срабатывании газовых реле трансформаторов, выявлении дефектов хроматографическим анализом растворенных в масле газов, проведения комплексного обследования электрооборудования.

П р и м е ч а н и е – Область нормального состояния масла определяет интервал значений показателей качества масла от предельно допустимого значения показателя качества масла после залива в электрооборудование, приведенного в таблице 5.3 или в таблице 5.4 до значения показателя качества масла, ограничивающее область нормального состояния масла приведенного в таблице 5.5.

5.4.4.2 Область риска, когда ухудшение качества масла, вследствие старения и загрязнения, приводит к снижению надежности оборудования и требует более учащенного и расширенного контроля для прогнозирования его срока службы и разработки мероприятий по поддержанию (восстановлению) эксплуатационных свойств масла.

Восстановление таких показателей качества, как пробивное напряжение и влагосодержание масла, необходимо проводить в возможно короткие сроки.

В случае достижения значения пробивного напряжения области риска следует обязательно определить значение показателей качества 4, 5, 6, таблицы 5.5 для выявления причин, вызвавших данное ухудшение и разработки мер по восстановлению качества. Рекомендуются также дополнительно определить значение показателя 10 таблицы 5.5 для герметичного оборудования.

При достижении кислотного числа значения 0,05 мг КОН/г обязательно следует определить значение показателей 6, 7, 8, 9 таблицы 5.5 и на основании данных расширенного контроля определить потенциальный срок службы масла, разработать и принять меры по защите его от старения и (или) регенерации. Рекомендуются также дополнительно определить значение показателя качества 10 таблицы 5.5 если при этом отдельно определяется индивидуальное содержание кислорода в масле.

В случае достижения значения температуры вспышки области риска обязательно следует выполнить хроматографический анализ растворенных в масле газов, а при необходимости также определить значение показателя качества 11 таблицы 5.5.

Если при визуальном контроле пробы масла, определено наличие в нем частиц загрязнений (дисперсной воды, волокон, угля, металла и других твердых частиц, шлама и осадков), помутнение и (или) значительное потемнение, то следует определить показатели качества от 1 до 10 таблицы 5.5. На основании результатов расширенного контроля разработать и выполнить мероприятия по его очистке (регенерации) и (или) по защите от старения и загрязнения. Следует отметить, что визуальный контроль не является решающим фактором для отбраковки масел.

П р и м е ч а н и е – Область риска определяет интервал значений показателей качества масла от значения показателя качества масла, ограничивающее область нормального состояния масла таблицы 5.5 до предельно-допустимого значения показателя качества масла таблицы 5.5. При комплексном обследовании электрооборудования могут применяться и другие методы контроля, которые не приведены в таблицах 5.3-5.4. Критерии оценки состояния электрооборудования при комплексной диагностике с применением дополнительных методов контроля качества масла определяет организация, выполняющая комплексное обследование, на основании требований действующих документов и собственного практического опыта диагностики электрооборудования, рекомендуется применение специальных экспертно-диагностических программ для обработки результатов испытаний.

5.4.4.3 Область превышения предельно-допустимых значений, когда ухудшение качества масла достигает такого уровня, что не обеспечивает необходимой надежности работы оборудования и требуется замена масла на свежее или его глубокая регенерация для предотвращения вероятности отказа электрооборудования по причине плохих эксплуатационных характеристик масла.

Следует отметить, что поддержание или восстановление эксплуатационных характеристик масел при достижении значений показателей качества области риска намного экономичнее, чем проведение операции по замене масла или его глубокой регенерации, что, как правило, связано с необходимостью вывода оборудования из работы.

Наиболее отрицательное воздействие по снижению надежности работы электрооборудования оказывает образование в масле шлама и значительное загрязнение его водой, механическими примесями, солями различных кислот и коллоидными частицами (особенно теми, которые ухудшают пробивное напряжение масла).

П р и м е ч а н и е – Область превышения предельно-допустимых значений определяет интервал значений показателей качества масла выходящих за нормы, указанные в столбце предельно-допустимое значение показателя качества масла таблицы 5.5.

5.4.5 Отбор проб масла

5.4.5.1 Основная задача персонала при отборе проб – обеспечить представительность пробы, т.е. ее тождественность маслу, содержащемуся в оборудовании или в емкости.

5.4.5.2 Отбор проб масел из электрических аппаратов и других емкостей необходимо проводить в соответствии с требованиями ГОСТ 6433.5 и ГОСТ Р МЭК 60475. В случае необходимости отбора проб дегазированных, глубоко осушенных масел для определения их влагосодержания, газосодержания и (или) электроизоляционных характеристик целесообразно отбор проб осуществлять в медицинские шприцы или специальные пробоотборные устройства.

Транспортировку шприцов с пробой масла для анализа растворенных в масле газов, если время до начала проведения анализа превышает 2 ч или, если есть необходимость хранения пробы, рекомендуется осуществлять в закрытых

контейнерах (во избежание потери водорода), заполненных трансформаторным маслом из контролируемого оборудования с полным погружением шприца в масло.

5.4.5.3 Правильный и грамотный отбор проб является важнейшим фактором для получения достоверных результатов испытаний. Правила отбора проб приведены в приложении Ж.

5.4.5.4 Отбор проб из оборудования производят при обычном режиме работы или сразу после его отключения. Эту рекомендацию особенно важно выполнять, когда необходимо определить влагосодержание или зависящие от него характеристики [пробивное напряжение ($U_{пр}$), тангенс угла диэлектрических потерь ($\text{tg } \delta$) и др.], а также выполнить хроматографический анализ растворенных в масле газов. При отборе пробы необходимо фиксировать температуру масла в электрооборудовании. В случае снижения температуры масла в электрооборудовании при отборе пробы более чем на 5 °С в сравнении с рабочей температурой может происходить поглощение части воды из масла бумажной изоляцией, что изменит значения показателей качества масла, зависящих от содержания воды.

5.4.6 Периодичность и объем испытаний проб трансформаторного масла определяют на основании требований изготовителей электрооборудования и действующих НТД по испытанию электрооборудования. Решение о расширении объема и (или) изменения периодичности контроля принимает технический руководитель АС на основании практического опыта эксплуатации электрооборудования и рекомендаций 5.4.4.

5.4.7 При выполнении испытаний проб электроизоляционных жидкостей следует в первую очередь после открытия пробоотборной посуды выполнить определение – газосодержания, влагосодержания (см. 5.4.5.2), пробивного напряжения, класса промышленной чистоты и тангенса угла диэлектрических потерь, а затем остальных показателей качества. Это рекомендация направлена на снижение риска попадания загрязнений в пробу уже в ходе испытания жидкого диэлектрика и получения недостоверных результатов.

Рекомендуется следующая последовательность выполнения анализа трансформаторного масла:

- газохроматографический анализ масла;
- влагосодержание;
- пробивное напряжение;
- класс промышленной чистоты;
- тангенс угла диэлектрических потерь и (или) удельная проводимость;
- кислотное число;
- температура вспышки;
- остальные показатели качества в любой последовательности.

5.4.8 Оформление протокола испытаний.

Протокол испытания оформляют в произвольной форме с обязательным указанием:

- причины отбора пробы масла и цели проведения испытания;
- марки отбираемого трансформаторного масла и номера стандарта или ТУ на него;
- наименования (код) аппарата или емкости, из которых отобрана проба;
- даты отбора пробы, при необходимости также места отбора, температуры масла в электрооборудовании при отборе и кем проба отобрана;
- внешнего вида масла;
- наименования показателей качества и (или) номера стандартов на методы их испытаний;
- значений показателей качества;
- информации о специальных операциях при подготовке пробы перед испытанием (фильтрация, осушка, нагрев, отстаивание и т.д.);
- заключения по результатам проведенных испытаний, в котором указывают соответствие качества масла требованиям НД (а также необходимость повторного отбора проб масла для подтверждения неудовлетворительных результатов, требования о необходимости его замены с выводом оборудования в ремонт, рекомендации по очистке, регенерации, стабилизации присадками для восстановления эксплуатационных свойств масла, рекомендуемая дата последующих испытаний и т.п.);

- даты проведения испытаний;
- должности, фамилии и подписи ответственного лица за выполненные испытания.

5.5 Требования к эксплуатации масел в электрооборудовании

5.5.1 Старение масла в процессе эксплуатации. Основным процессом старения является термическое окисление компонентов масла, которое катализируется металлами (особенно медью), ускоряется с повышением температуры и концентрации кислорода в масле.

5.5.2 Основными способами сохранения эксплуатационных свойств масла являются:

- непрерывная регенерация крупнопористыми адсорбентами масла, залитого в оборудование, с использованием термосифонных или адсорбционных фильтров;
- правильная эксплуатация воздухоосушительных фильтров;
- применение специальных средств защиты масла от окисления и загрязнения (пленочная или азотная) или полная герметизация электрооборудования;
- поддержание необходимой концентрации антиокислительной присадки АГИДОЛ-1 (ионол);
- эффективное охлаждение масла;
- очистка или регенерация масла при проведении ремонтов электрооборудования;
- подготовка (промывка) электрооборудования перед заливом масла.

5.5.3 Эксплуатация адсорбционных и термосифонных фильтров

5.5.3.1 Для сохранения необходимых свойств масла в эксплуатации, замедления процессов его старения и увеличения срока службы (также и твердой изоляции) масло в трансформаторах подвергается непрерывной регенерации с применением фильтров, заполненных адсорбентом.

5.5.3.2 В соответствии с ГОСТ 11677 или ГОСТ Р 52719 масляные трансформаторы мощностью более 1 МВ·А оборудуют термосифонными фильтрами при системах охлаждения с естественной циркуляцией масла и адсорбционными фильтрами при системах охлаждения с принудительной циркуляцией масла, а также

фильтрами для очистки от механических примесей, с целью предотвращения попадания мелких частиц адсорбента в бак трансформатора.

5.5.3.3 Непрерывную регенерацию масла осуществляют посредством естественной циркуляции масла сверху вниз через термосифонный фильтр на основе термосифонного эффекта, а в адсорбционных фильтрах посредством принудительной циркуляции масла, создаваемой насосами охлаждения.

5.5.3.4 При подготовке к эксплуатации термосифонных и адсорбционных фильтров следует особое внимание обращать на надежность крепления фильтрующей сетки на опорной решетке с тем, чтобы исключить унос потоками масла фракций адсорбента в бак трансформатора, особенно в трансформаторах с принудительной циркуляцией масла, т.к. попадая в масляные каналы обмотки адсорбент вызывает ухудшение охлаждения обмотки, ее перегрев, и как следствие, ускоренное старение твердой изоляции и масла, которое может быть выявлено хроматографическими методами.

5.5.3.5 Количество адсорбента, загружаемого в фильтры трансформаторов, различно и зависит от марки оборудования и количества залитого в него масла. Количество адсорбента должно составлять не менее 1,25% от массы залитого масла в трансформаторах мощностью до 630 кВ·А, 1% для трансформаторов, масса залитого масла в которых не превышает 30 т, 0,8% для трансформаторов, масса залитого масла в которых свыше 30 т.

5.5.3.6 Для регенерации трансформаторных масел применяют крупнопористые адсорбенты [размер пор $(30-70) \times 10^{-10}$ м], такие как: силикагель марок КСКГ и ШСКГ по ГОСТ 3956, активная окись алюминия марок АОА-1 и АОА-2 по ГОСТ 8136, алюмосиликатный адсорбент АС-230Ш ТУ 38.401-58-409 [23] и некоторые другие. Крупнопористые адсорбенты активно поглощают из масел различные продукты старения (органические кислоты, перекиси, мыла и т.п.), растворенную воду и смоло-асфальтовые соединения, тем самым поддерживают эксплуатационные свойства масла в необходимых пределах.

Не рекомендуется замена в фильтрах силикагеля или другого крупнопористого адсорбента на цеолит, так как цеолиты типа NaA, NaX не

адсорбируют большинство продуктов старения масла в связи с малым размером пор ($3,8 \times 10^{-10} - 4,5 \times 10^{-10}$ м). Также нерационально использование в адсорбционных и термосифонных фильтрах силикагеля-шихты марки ШСКГ, содержащего до 65% зерен размером от 0,5 до 3 мм и уходящих в отсев.

5.5.3.7 Перед подготовкой и загрузкой в фильтры адсорбент должен быть просеян, для удаления пыли и мелких фракций. Рабочей фракцией адсорбента является фракция от 2,8 до 7 мм.

5.5.3.8 Адсорбент, загружаемый в фильтр трансформаторов, должен иметь остаточное влагосодержание не более 0,5% массы. Методика определения остаточного влагосодержания приводится в А.13 (приложение А). Для достижения необходимого влагосодержания просеянные адсорбенты сушат при температуре от 150 °С до 200 °С в течение от 5 до 10 ч в тонком слое. Применение вакуумирования позволяет значительно ускорить процесс осушки и снизить температуру. Для ускорения процесса осушки адсорбентов можно также применять продувку через слой адсорбента горячего воздуха или инертного газа. Использование вакуумирования или продувки позволяет осуществлять сушку адсорбентов непосредственно в фильтрах. После осушки остывший адсорбент загружают в фильтр или при необходимости транспортировки и хранения высыпают в герметичный бак со свежим, сухим трансформаторным маслом ($U_{пр}$ не менее 65 кВ). В герметичном баке под слоем масла адсорбент может храниться без потери активности не менее месяца. При загрузке адсорбента непосредственно в фильтр, минуя хранение в герметичном баке, необходима дополнительная отмывка его от пыли свежим, сухим маслом.

Недопустимо использование в фильтрах непросушенного адсорбента с остаточным влагосодержанием более 0,5% массы для предотвращения увлажнения масла и твердой изоляции трансформаторов.

5.5.3.9 Адсорбционные и термосифонные фильтры после сбора и монтажа, загруженные подготовленным адсорбентом, заполняют маслом из маслосистемы трансформатора путем подачи масла снизу вверх при открытой воздуховыпускной пробке на верхнем патрубке фильтра или маслоохладителе. Фильтры

трансформаторов напряжением 110 кВ и выше заполняются маслом под вакуумом, а фильтры трансформаторов напряжением ниже 110 кВ заполняют без вакуума, но с принятием мер для предотвращения попадания воздуха в бак. В этом случае фильтр включают в работу после отстоя не менее 12 ч и периодического выпуска выделявшегося из адсорбента воздуха.

5.5.3.10 Заполнение фильтров трансформаторов напряжением 220 кВ и выше маслом необходимо проводить при остаточном давлении не выше 5332 Па (40 мм рт. ст.). Для трансформаторов напряжением от 110 до 154 кВ глубина вакуумирования при заполнении фильтров маслом устанавливается заводами-изготовителями.

5.5.3.11 Для оценки работоспособности адсорбента в процессе эксплуатации необходимо использовать данные химического анализа масла. Значительное (более чем в 2 раза) увеличение кислотного числа, содержания водорастворимых кислот и тангенса диэлектрических потерь масла в сравнении с предыдущим анализом указывает на потерю активности адсорбента и его замена осуществляется при достижении значений показателями качества норм, указанных в 5.5.3.12.

5.5.3.12 Адсорбент в термосифонных и адсорбционных фильтрах следует заменять в трансформаторах мощностью более 630 кВ·А при превышении значения одного из следующих показателей приведенных в таблице 5.5 (графа 4, значения, ограничивающие область нормального состояния масла):

- кислотного числа масла – 0,05 мг КОН/г;
- тангенс диэлектрических потерь – соответствующей эксплуатационной нормы для данного класса оборудования по таблице 5.5;
- наличия шлама (общего);
- рН водной вытяжки – 5,5.

Для трансформаторов мощностью 630 кВ·А и менее замену производят при их ремонте.

Силикагель можно заменять в фильтрах по решению технического руководителя АС перед стабилизацией масла присадками, на основании результатов комплексного обследования трансформаторов, при ремонте трансформаторов, а

также для замедления старения масла, как профилактическое мероприятие, до достижения показателями качества указанных выше значений.

Замену адсорбента в процессе эксплуатации можно осуществлять без демонтажа фильтра. Для этого перекрываются верхний и нижний запорные вентили, сливают масло из фильтра в подготовленную емкость, а затем выгружают отработанный адсорбент. Далее загружают подготовленный адсорбент и заполняют фильтр маслом под вакуумом в соответствии с 5.5.3.10. Замена может производиться на работающем оборудовании.

5.5.3.13 Эффективность регенерации масла крупнопористым адсорбентом тем выше, чем меньше влаги содержится в эксплуатационном масле.

5.5.3.14 Срок службы (продолжительность эффективной регенерации эксплуатационного масла) силикагеля марки КСКГ составляет не более 6 лет. В оборудовании с дефектами, ускоряющими старение масла, срок службы силикагеля может быть в несколько раз меньше (например, до 1 года).

5.5.4 Эксплуатация и контроль воздухоосушительных фильтров (ВОФ)

5.5.4.1 Воздухоосушительные фильтры применяют:

– для осушки от влаги воздуха, поступающего в надмасляное пространство расширителя трансформаторов со «свободным дыханием». Сухой воздух защищает масло, а, следовательно, и твердую изоляцию трансформатора от увлажнения. Расширители трансформаторов мощностью 25 кВ·А и более оборудуются воздухоосушительными фильтрами с масляными затворами в соответствии с требованием ГОСТ 11677 или ГОСТ Р 52719;

– для предохранения от увлажнения масла в резервуарах на маслохозяйстве. Наличие сухого воздуха над маслом предохраняет резервуар от коррозии, а масло от загрязнения ржавчиной и водой;

– для предохранения масла и изоляции от увлажнения и загрязнений во вводах напряжением 110-500 кВ негерметичного исполнения.

5.5.4.2 Заводами изготавливаются четыре типоразмера фильтров – на 1, 2, 3, 5 кг адсорбента. Трансформаторы с массой масла свыше 60 т должны быть оборудованы двумя фильтрами по 5 кг адсорбента каждый.

5.5.4.3 В качестве поглотителя в воздухоосушительных фильтрах наиболее целесообразно использовать крупнопористые силикагели, обработанные хлористым кальцием или мелкопористые силикагели, специально предназначенные для осушки газов.

5.5.4.4 Осушитель перед загрузкой в фильтр просеивают от пыли и сушат для достижения необходимой остаточной влажности (не более 0,5% массы). Силикагель сушат при температуре от 150 °С до 180 °С в течение от 6 до 10 ч в тонком слое. Использование при сушке вакуумирования или продувки горячим газом позволяет значительно сократить по времени этот процесс.

5.5.4.5 Фильтры заполняют осушителем через верхний патрубок или через люк в дне. При этом между уровнем осушителя и крышкой фильтра должно оставаться от 15 до 20 мм свободного пространства. Для удобства обслуживания фильтр присоединяется к «дыхательному трубопроводу» на высоте около полутора метров от земли.

5.5.4.6 Для контроля качества осушителя в фильтре применяют индикаторный силикагель, который помещают в патрон против смотрового окна фильтра.

В качестве индикаторного силикагеля следует применять силикагель-индикатор по ГОСТ 8984 или ИС-2.

5.5.4.7 Для изоляции осушителя от окружающего воздуха и очистки воздуха от механических примесей фильтры снабжены масляным затвором. Затвор следует заливать сухим трансформаторным маслом.

5.5.4.8 Контроль состояния осушителя в эксплуатации заключается в наблюдении за окраской индикаторного адсорбента и уровнем масла в масляном затворе. При осветлении отдельных зерен следует усилить надзор за фильтром, а когда зерна индикаторного сорбента примут розовую окраску, следует заменить осушитель в фильтре. При отсутствии возможности осуществлять регулярный контроль изменения цвета индикаторного силикагеля осушитель в фильтре следует заменять не реже 1 раза в 6 мес.

5.5.4.9 При замене адсорбента в ВОФ следует сменить масло в масляном затворе. Замену проводят в сухую погоду, отключая ВОФ из работы не более чем на

3 ч. Целесообразно замену производить путем демонтажа ВОФ с отработанным адсорбентом и установкой вместо него подготовленного к работе нового фильтра.

5.5.4.10 Индикаторный силикагель, насыщенный хлористым кобальтом, для повторного использования восстанавливается прогревом не более чем до 120 °С в течение от 15 до 20 ч до принятия всей массы адсорбента голубой окраски. Нагрев адсорбента до 200 °С не рекомендуется, т.к. при этом хлористый кобальт разлагается.

5.5.4.11 В связи с небольшой вместимостью по адсорбенту воздухоосушительных фильтров вводов, измерительных трансформаторов и воздухоосушительных патронов баков контакторов устройств РПН, в них следует использовать только силикагель-индикатор.

5.5.5 Специальные средства защиты масла от окисления, пленочная и азотная защиты

5.5.5.1 Специальные средства защиты масла от окисления применяют для исключения возможности непосредственного контакта масла в расширителе трансформатора с воздухом, т.е. практически полного устранения главной причины старения масла – окисления кислородом воздуха.

При использовании специальных средств защиты масла от окисления процессы старения масла также имеют место. Чем больше содержит масло смолистых веществ, полициклических ароматических и нафтено-ароматических углеводородов, тем интенсивнее идут процессы уплотнения углеводородов, ведущие к потемнению масла и росту тангенса диэлектрических потерь. Эти процессы интенсифицируются электрическим полем. Особенно интенсивно процессы уплотнения протекают в маслах с высоким содержанием ароматических углеводородов и смол. Поэтому наиболее полно характеризует степень старения масла в герметичных трансформаторах с азотной или пленочной защитой такой показатель качества масла, как тангенс диэлектрических потерь. В процессе эксплуатации может происходить снижение пробивного напряжения масла и увеличение влагосодержания за счет образования реакционной воды при старении в основном твердой изоляции, а также загрязнение масла механическими примесями.

5.5.5.2 Основным элементом пленочной защиты является эластичная емкость, помещенная внутрь расширителя трансформатора. Ее выполняют из маслостойкой прорезиненной ткани. Внутренняя полость оболочки через дыхательный патрубок с ВОФ сообщается с атмосферой и под действием атмосферного давления плотно прилегает к внутренней поверхности расширителя и к поверхности масла.

При температурных колебаниях уровня масла в расширителе оболочка компенсирует изменения объема масла путем обмена воздуха во внутренней полости с окружающей средой. Воздухоосушительный фильтр предотвращает попадание влажного воздуха внутрь оболочки и возможность образования конденсата на ее поверхности.

Трансформатор с пленочной защитой заливают дегазированным маслом.

В эксплуатации для оценки герметичности защиты выполняют контроль общего газосодержания масла. Газосодержание определяют хроматографическим методом по СТО 1.1.1.07.003.0801 и СТО 56947007-29.180.010.007. О надежности защиты косвенно можно судить также по показателям кислотного числа и содержанию антиокислительной присадки в масле. Внеочередной контроль герметичности эластичной оболочки следует производить при срабатывании газового реле трансформатора.

При нарушениях работы пленочной защиты, сопровождающихся повышенным газосодержанием масла, целесообразно обратить особое внимание на правильную эксплуатацию ВОФ и поддержание оптимальной концентрации присадки в масле (не менее 0,1% массы).

5.5.5.3 Азотная защита исключает контакт масла с воздухом с помощью азотной подушки в надмасляном пространстве расширителя. На отдельном оборудовании применяют азотную защиту низкого давления. Надмасляное пространство расширителя соединено газопроводом с выносной эластичной емкостью, заполненной сухим азотом, которая компенсирует изменением своего объема, температурные изменения уровня масла в расширителе. Эластичные емкости для азотной защиты изготавливаются из ткани, аналогичной для пленочной защиты.

В газовой линии последовательно с эластичной емкостью монтируют воздухоосушительный фильтр для поглощения паров реакционной влаги, а также для временного предохранения масла от увлажнения в случае повреждения системы азотной защиты.

Трансформаторы с азотной защитой доливаются специально обработанным маслом (дегазированное и азотированное).

При эксплуатации трансформаторов с азотной защитой проверяют избыточное давление в системе (оно должно составлять не менее 290 Па) и 1 раз в 6 мес. определяют чистоту азота в надмасляном пространстве хроматографическим методом. Чистота азота должна соответствовать требованиям инструкции по эксплуатации трансформаторов с азотной защитой.

Пополнение возможных утечек азота производят вручную по мере необходимости из баллонов высокого давления через редуктор. При подпитке азотом газовую защиту трансформатора переводят на сигнал.

5.5.6 Химическая защита масла от старения с помощью ингибиторов окисления

5.5.6.1 Все отечественные трансформаторные масла, выпускаемые в настоящее время, содержат антиокислительную присадку 2,6-дитретбутил-4-метилфенол (АГИДОЛ-1, ионол).

Количество присадки в свежем трансформаторном масле зависит от марки масла и должно быть не менее 0,2% массы. В присутствии АГИДОЛ-1 процесс термоокислительного старения масла находится в индукционном периоде, который характеризуется малыми скоростями образования различных продуктов окисления и как следствие малым изменением показателей качества масла. Оптимальным содержанием присадки в масле является количество от 0,2 до 0,4% массы. АГИДОЛ-1 находится в масле в растворенном состоянии и практически не извлекается из масла различными адсорбентами при непрерывной регенерации.

Эффективность работы АГИДОЛ-1, как ингибитора окисления, значительно выше в глубоко очищенных маслах с малым содержанием ароматических углеводородов и смол, таких как масла гидрокрекинга марки ГК и ВГ.

5.5.6.2 При эксплуатации трансформаторного масла идет процесс непрерывного расхода АГИДОЛ-1, скорость которого зависит от многих факторов и, в первую очередь, от температуры и концентрации кислорода в масле. С их увеличением увеличивается и расход АГИДОЛ-1.

При снижении концентрации АГИДОЛ-1 в эксплуатационном масле ниже определенного предела (менее 0,1% массы) существует риск интенсивного старения масла, обусловленный значительным снижением стабильности против окисления (кроме масла ГК, для которого этот порог может составлять менее 0,05% массы). Снижение стабильности против окисления объясняется тем, что при малых концентрациях АГИДОЛ-1 в масле, перестает работать как ингибитор окисления и становится инициатором окисления. Эксплуатация трансформаторного масла с содержанием АГИДОЛ-1 ниже 0,1% массы нежелательна потому, что при этом возможно образование шлама и ухудшение эксплуатационных характеристик масла. Это ведет к значительному увеличению расхода силикагеля в фильтрах трансформаторов для поддержания эксплуатационных характеристик масла или к необходимости последующей замены масла.

В процессе эксплуатации необходимо контролировать содержание АГИДОЛ-1 и вводить его в масло в количестве от 0,2% до 0,3% массы при снижении концентрации АГИДОЛ-1 до 0,15% массы и менее.

Введение АГИДОЛ-1 в эксплуатационное масло, в котором образовался шлам, а также с КЧ более 0,05 мг КОН/г может быть неэффективно, поэтому перед введением присадки необходимо проверить масло на восприимчивость, а затем выполнить регенерацию такого масла крупнопористым адсорбентом с применением установок для регенерации масел. При отсутствии на АС специального МОО для регенерации масел, необходимо заменить силикагель в термосифонных или адсорбционных фильтрах трансформатора.

5.5.6.3 Для определения содержания АГИДОЛ-1 в трансформаторном масле на АС следует применять методы в соответствии с А.9.

5.5.6.4 Присадку АГИДОЛ-1 вводят в масло непосредственно в баке электрооборудования или на маслохозястве (для слитого из оборудования масла).

АГИДОЛ-1 вводят в трансформатор следующими способом:

- подача концентрированного раствора (до 20%) АГИДОЛ-1 через нижний боковой кран трансформатора в эксплуатационное масло;
- долив трансформатора концентрированным раствором АГИДОЛ-1 через расширитель.

Наиболее предпочтителен способ введения присадки посредством концентрированного раствора через нижний боковой кран трансформатора, т.к. обеспечивает быстрое и равномерное распределение присадки во всем объеме масла.

Необходимое количество концентрированного раствора АГИДОЛ-1 в свежем трансформаторном масле доставляют к оборудованию в передвижной емкости. Емкость присоединяют маслопроводами (шлангами) к маслососу, фильтру тонкой очистки и нижнему боковому крану бака трансформатора. Затем маслопроводы постепенно заполняют маслом с обязательным выпуском воздуха из фильтров и шлангов. После заполнения линии подачи раствора, концентрированный раствор АГИДОЛ-1 из емкости закачивают маслососом через фильтр и нижний боковой кран в бак трансформатора. В герметичное электрооборудование раствор вводят с помощью вакуумной дегазационной установки.

Концентрированный (до 20%) раствор АГИДОЛ-1 в свежем, сухом, трансформаторном масле готовят на маслохозяйстве в специальном баке, Оптимальная температура приготовления раствора 60 °С. Для приготовления раствора бак заполняется на три четверти объема маслом, затем включается обогрев, при перемешивании масло нагревают до оптимальной температуры.

Постепенно мелкими порциями в бак вводят расчетное количество присадки при непрерывном перемешивании до полного ее растворения в масле. Затем готовый раствор из бака фильтруют и закачивают в специальную емкость, где он может храниться до введения его в эксплуатационное масло.

Нагрев масла до 60 °С, а также его непрерывную циркуляцию в баке для приготовления раствора можно осуществлять с помощью МОО, укомплектованного электрическими подогревателями масла.

При заливе концентрированного раствора в электрооборудование раствор должен удовлетворять норме по пробивному напряжению свежего масла для данного класса оборудования, а для трансформаторов, оборудованных пленочной или азотной защитой, раствор должен быть дегазирован.

При обеспечении надежной герметичности схемы подачи раствора и требований техники безопасности раствор можно вводить в оборудование, находящееся под напряжением.

5.5.6.5 Определить количество АГИДОЛ-1 и свежего масла, необходимо для приготовления концентрированного раствора с целью стабилизации эксплуатационного масла можно по следующей методике.

Расчет количества присадок, необходимых для стабилизации масел и приготовления концентрированного раствора.

Расчетное количество присадки в кг, необходимое для стабилизации масла, определяют по формуле

$$P = \frac{Q(C_3 - C)}{100}, \quad (1)$$

где Q – количество масла, подлежащего стабилизации, кг;

C_3 – задаваемая концентрация присадки в масле после ее введения, % массы;

C – исходная (остаточная) концентрация присадки в масле, которое планируется стабилизировать, % массы.

Примечание – Q определяется вместимостью маслосистемы потребителя или объемом партии регенерированного (эксплуатационного) масла, стабилизируемого на масляном хозяйстве.

При необходимости величина Q может быть рассчитана по формуле

$$Q = \rho_4^{20} \cdot V, \quad (2)$$

где ρ_4^{20} – плотность масла при температуре 20 °С, кг/м³;

V – объем, занимаемый маслом при температуре 20 °С, м³.

Количество масла, необходимое для приготовления концентрированного раствора присадки, рассчитывается по формуле

$$q = \frac{P(100 - C_k)}{C_k} \quad (3)$$

где C_k – концентрация присадки в растворе (не более 20%).

5.5.6.6 Для продления срока службы эксплуатационных трансформаторных масел в трансформаторах и высоковольтных вводах, а также для снижения тангенса диэлектрических потерь при регенерации масла можно использовать деактивирующие присадки антраниловая кислота, БЕТОЛ-1 и некоторые другие.

Оптимальное количество присадки антраниловая кислота или БЕТОЛ-1 составляет от 0,02% до 0,05% массы и при применении деактивирующих присадок необходимо отключение адсорбционных и термосифонных фильтров в начальный период эксплуатации масел с ними, т.к. они поглощаются адсорбентами.

Применение деактивирующих присадок осуществляют только после проведения лабораторных испытаний, результаты которых подтверждают эффективность действия и целесообразность использования таких присадок.

5.5.7 Охлаждение масла

Эффективное охлаждение масла является важным способом увеличения срока службы трансформаторных масел. Повышение температуры масла на 10 °С, при прочих равных условиях эксплуатации масла, сокращает срок его службы примерно в 2 раза. Поэтому повышение средней температуры масла выше 70 °С и длительная эксплуатация при данных температурах оказывает резко отрицательное воздействие на масло. Необходимо обеспечение эффективного охлаждения масла в оборудовании с помощью маслоохладителей, чтобы температура масла во время эксплуатации не превышала 60 °С.

При модернизации системы охлаждения с принудительной циркуляцией (Ц, НЦ) рекомендуется применение пластинчатых маслоохладителей.

5.5.8 Очистка масла

5.5.8.1 Свежие масла, поступившие на АС от поставщиков в транспортных емкостях (железнодорожных или автомобильных цистернах, бочках и т.д.), а также масла, находящиеся на хранении в резервуарах маслохозяйств, могут содержать загрязнения в количестве, превышающем норму. Это вызывает необходимость в проведении специальных мероприятий по очистке свежих и эксплуатационных трансформаторных масел. Основная цель обеспечить необходимые эксплуатационные характеристики в соответствии с требованиями таблиц 5.3, 5.4, 5.5.

5.5.8.2 Для очистки масла применяются различные физические и физико-химические методы удаления из них всех типов загрязнения (механические примеси, растворенная и дисперсная вода, шлам, растворенные газы и др.).

На АС применяют следующие физические методы удаления загрязнений из масла:

- гравитационный (отстаивание в резервуарах);
- центробежный (центробежные сепараторы, центрифуги);
- фильтрационный (фильтры, сетки, мембраны);
- вакуумный (дегазационные установки и др.);
- электростатический (электрофизическая очистка).

Основным физико-химическим методом очистки, применяемым на АС, является адсорбция (очистка цеолитами и другими сорбентами).

Физические методы используют для глубокой осушки и дегазации масла, из них наиболее широкое применение имеют вакуумные технологии.

5.5.8.3 Технология подготовки (очистки) трансформаторных масел, применяемая на АС, предусматривает комбинацию различных методов.

Предварительную, грубую очистку масла (свежего или отработанного) от дисперсной воды и механических примесей (шлама) осуществляют в резервуарах открытого склада масляных хозяйств с помощью отстаивания. Выделившиеся загрязнения периодически удаляют из резервуаров при помощи дренажей донных

слоев (остатков) масла. При этом удаляются, как правило, крупные и тяжелые частицы размером свыше 40 мкм. Наиболее эффективны для этих целей вертикальные резервуары с конусными днищами.

Очистку электроизоляционного масла осуществляют при его подготовке к заливу в электрооборудование или во время ремонта. При этом применяют следующие технологии (или их комбинации): центробежно-вакуумная, адсорбционная на стационарном слое, глубокая вакуумная осушка и объемная фильтрация или электрофизическая очистка.

Установки для очистки трансформаторного масла на основе центробежно-вакуумной и адсорбционной на стационарном слое (осушка цеолитом) технологии используют для подготовки его к заливу в электрооборудование открытого типа до 500 кВ включительно, так как обеспечивается удаление дисперсной и растворенной воды, механических примесей, но данные установки не позволяют осуществить необходимую дегазацию масла. Эффективность действия МОО проверяется в соответствии с приложением Е.

Для подготовки к заливу или обработки масла непосредственно в герметичном электрооборудовании до 1150 кВ включительно применяют установки вакуумной очистки при нагревании, которые позволяют удалять из масла практически полностью механические примеси, растворенные воду и газы.

Если на вакуумные установки подают предварительно очищенное масло, то значительно сокращается время, необходимое для обеспечения требуемых нормативных значений показателей качества масла перед заливом в электрооборудование.

Если залив дегазированного масла производят без вакуумирования бака электрооборудования, то дегазацию трансформаторного масла, залитого в электрооборудование, целесообразно осуществлять с помощью вакуумных установок, применяя замкнутую технологическую схему с обеспечением не менее 5-ти кратной циркуляции всего объема масла в баке оборудования.

Во всех установках на выходе масла необходимо использовать фильтры тонкой очистки масла с номинальной тонкостью фильтрации от 5 до

10 мкм для электрооборудования до 750 кВ включительно и не более 5 мкм для электрооборудования 1150 кВ. Наиболее оптимальная номинальная толщина фильтрации для трансформаторных масел составляет от 3 до 6 мкм.

В случаях сильного загрязнения трансформаторного масла необходимо предварительно выполнять отстаивание и грубую фильтрацию перед проведением основной обработки.

Эффективность электрофизической очистки повышается при уменьшении содержания воды в очищаемом масле.

Рекомендуется применение МОО с наибольшей эффективностью действия в соответствии с [29].

5.5.8.4 Применение конкретных средств для очистки трансформаторных масел следует осуществлять в соответствии с рекомендациями раздела 8.

5.5.9 Регенерация масла

5.5.9.1 Наиболее широко для регенерации масла на энергопредприятиях используют сорбционные технологии. Регенерацию осуществляют с применением двух основных методов, таких как контактная очистка мелкодисперсных сорбентом и (или) адсорбция на стационарном слое гранулированного сорбента. Основными сорбентами для очистки на стационарном слое являются силикагель КСКГ, активные окиси алюминия АОА-1 и АОА-2, алюмосиликатный адсорбент АС-230Ш ТУ 38.401-58-409 [23]. Для контактной очистки используют природные сорбенты, в первую очередь Зикеевскую отбеливающую землю.

5.5.9.2 Непрерывная регенерация масла крупнопористыми адсорбентами при помощи адсорбционных и термосифонных фильтров в процессе эксплуатации позволяет удалить большую часть продуктов старения и замедлить процесс старения масла.

Однако при интенсивном старении масла, вызванным различными факторами (конструктивные дефекты, работа оборудования в перегруженном режиме, малое содержание антиокислительной присадки АГИДОЛ-1 в масле и другие) и отсутствием возможности своевременной замены адсорбента в термосифонных или адсорбционных фильтрах некоторые показатели качества масла могут превысить

предельно допустимые значения. При этом становится необходимой замена или регенерация масла. Регенерация значительно выгоднее, чем замена масла свежим.

5.5.9.3 Необходимость регенерации масла крупнопористым адсорбентом возникает при достижении одним или несколькими показателями качества «области превышения предельно-допустимых значений» или «области риска»:

- а) кислотное число – от 0,05 до 0,15 мг КОН/г масла;
- б) рН водной вытяжки – менее 5,5;
- в) тангенс угла диэлектрических потерь при 90 °С для оборудования:
 - 1150 кВ – более 2%;
 - 750 кВ – более 3%;
 - 220-500 кВ включ. – более 8%;
 - 110-150 кВ включ. – более 12%;
- г) появление шлама.

5.5.9.4 Регенерацию масла осуществляют непосредственно в оборудовании с помощью маслорегенерационных установок. Основной рабочий блок таких установок составляют адсорберы, в которые загружается стационарный слой сорбента. В качестве подогревателя масла можно использовать электроподогреватель МОО. Совместное применение адсорберов и вакуумных установок позволяет проводить регенерацию масла в оборудовании, находящемся под напряжением, при условии обеспечения полной герметичности технологической схемы и требований техники безопасности.

Оптимальная температура регенерации масла составляет от 70 °С до 80 °С. Расход адсорбента зависит от степени старения масла и составляет от 1% до 10% массы от регенерируемого масла.

5.5.9.5 В процессе регенерации масла рекомендуется определять следующие показатели качества масла:

- кислотное число (по ГОСТ 5985 или ГОСТ Р МЭК 62021-1);
- содержание воды ГОСТ Р МЭК 60814 (активность воды по ИЕС 60422 [21]);
- $\text{tg } \delta$ при 90 °С или удельную проводимость (сопротивление по ГОСТ 6581 или ГОСТ Р МЭК 60247).

Наиболее удобно осуществлять контроль эффективности процесса регенерации масла по изменению удельной проводимости (сопротивления) контроль может осуществляться непрерывно с помощью приборов, способных работать в «потоке». После регенерации проводят определение пробивного напряжения, кислотного числа, содержания водорастворимых кислот, тангенса диэлектрических потерь при 90 °С и растворенного шлама (только для масел, в которых шлам был обнаружен до регенерации). Дополнительно определяют температуру вспышки, класс промышленной чистоты, содержание воды, серы, присадки АГИДОЛ-1 и стабильность против окисления. Показатели качества регенерированного масла должны удовлетворять нормам, приведенным в таблице 5.4. В случае содержания в регенерированном масле антиокислительной присадки АГИДОЛ-1 менее 0,15% массы, ее необходимо ввести в количестве от 0,2% до 0,3% массы.

Определение серы выполняют, если проводят регенерацию смеси масел различных марок и (или) операции по регенерации масла проводят сторонние организации (например, во время ремонта электрооборудования).

Если регенерацию масла выполняет сторонняя организация, то контроль качества масла в процессе обработки масла осуществляет аккредитованная лаборатория этой организации. Контроль качества масла при регенерации выполняет химическая лаборатория АС, если это предусмотрено техническим заданием и программой работ по регенерации масел. Химическая лаборатория АС выполняет контроль качества регенерированного масла на соответствие требованиям таблицы 5.4 после завершения работ по регенерации масла.

5.5.9.6 По решению технического руководителя АС возможно применение новых технологий, сорбентов и оборудования для регенерации масел, если они имеют экспертные заключения, подтверждающие их эффективность по восстановлению качества трансформаторных масел, и рекомендованы АО «Концерн Росэнергоатом». Испытания эффективности нового оборудования для регенерации масел может быть выполнено в соответствии с рекомендациями приложения Е.

5.5.9.7 Отработанные масла, слитые из электрооборудования на масляные хозяйства, могут быть регенерированы различными способами (адсорбционная на

стационарном слое или контактная очистка и др.) с применением оборудования, обеспечивающего соответствие качества регенерированных масел требованиям таблицы 5.4.

5.6 Масла во время ремонта рекомендуется заливать после проведения очистки электрооборудования от масляного шлама. Промывка электрооборудования осуществляется в соответствии с требованиями инструкций по его эксплуатации или специальных рабочих программ, утвержденных в установленном порядке.

5.7 Трансформаторные масла, не отвечающие требованиям таблицы 5.5 (предельно-допустимые значения), качество которых не может быть восстановлено во время ремонта электрооборудования, подлежат замене.

Замена масла осуществляется в соответствии с требованиями руководств по эксплуатации изготовителей электрооборудования. Отработанные трансформаторные масла, подлежащие сдаче для переработки (утилизации) в специализированные организации или изготовителю масла, должны удовлетворять требованиям ТР ТС 030/2012 [74] и ГОСТ 21046 к группе МИО.

6 Нефтяные турбинные масла

6.1 Краткая характеристика масел

6.1.1 Нефтяные турбинные масла предназначены для применения в системах смазки подшипников, в системах регулирования, уплотнения генератора, гидроподъема ротора турбоагрегатов, а также в качестве смазочной, гидравлической жидкости и уплотняющей среды в насосном и вспомогательном оборудовании.

6.1.2 Для долговременной и надежной работы турбинного оборудования турбинные масла должны обладать определенными эксплуатационными свойствами такими как:

- необходимыми вязкостно-температурными свойствами для обеспечения эффективной работы узлов трения;
- высокой устойчивостью против старения для обеспечения продолжительного срока службы;

- хорошими антикоррозионными свойствами для защиты металлических поверхностей от коррозии;

- достаточными водоотделяющими свойствами;

- необходимыми гигиеническими свойствами.

6.1.3 Требования к качеству нефтяных турбинных масел, выпускаемых в РФ, по показателям, характеризующим их свойства по п. 6.1.2, приведены в таблице 6.1.

6.1.4 На АС применяются нефтяные турбинные масла следующих марок:

- масло турбинное Тп-22С марки 1 по ТУ 38.101-821 [24], содержит ингибитор окисления АГИДОЛ-1, ингибитор коррозии В-15/41 или ИРГАКОР Л12, деэмульгирующую присадку Д-157, деактивирующую присадку ИРГАМЕТ 39;

- масло турбинное Тп-22Б по ТУ 38.401-58-48 [25], содержит ингибитор окисления АГИДОЛ-1, ингибитор коррозии В-15/41 или ИРГАКОР Л12, деэмульгирующую присадку Д-157, деактивирующую присадку ИРГАМЕТ 39;

- масло турбинное Тп-22С марки 1 и марки 2 по ТУ 0253-066-44918199 [44], содержит ингибитор окисления АГИДОЛ-1, ингибитор коррозии В-15/41 или ИРГАКОР Л12, деэмульгирующую присадку Д-157, деактивирующую присадку ИРГАМЕТ 39;

- масло Тп-30 по ГОСТ 9972, содержит ингибитор окисления АГИДОЛ-1, ингибитор коррозии В-15/41 или ИРГАКОР Л12, деэмульгирующую присадку Д-157, многофункциональную присадку ДФ-11, антипенную присадку ПМС 200А.

6.1.5 Номенклатуру масел, применяемых во вспомогательном оборудовании, порядок и условия применения таких масел определяет изготовитель конкретного оборудования.

6.1.6 Аттестацию товарных масел Тп-22С марки 1 и Тп-22Б по показателям, приведенным в таблице 6.2, выполняют по решению технического руководителя АС для прогнозирования их поведения в эксплуатации.

6.1.7 Контроль качества масла Тп-30 выполняют в соответствии с требованиями документации изготовителя оборудования, где масло Тп-30 применяется, показатели качества свежего масла Тп-30 приведены в ГОСТ 9972.

6.1.8 Применение других марок турбинных масел, не указанных в 6.1.4 осуществляют по решению технического руководителя АС после согласования с изготовителем оборудования. Информация о качестве новых масел приведена в приложении И.

6.1.9 При применении на АС турбинного масла новой марки или масла, произведенного изготовителем, ранее не выпускавшего эту продукцию, необходимо убедиться в том, что новое масло при доливках или смешении не ухудшит состояния эксплуатационных масел и работу оборудования, для этого необходимо выполнить предварительные испытания по приложению Д.

6.2 Приемка и хранение нефтяных турбинных масел

6.2.1 В соответствии с требованиями ТР ТС 030/2012 [74] все партии турбинных масел, принимаемые на АС от поставщиков, должны иметь паспорт (сертификат) качества, определяющий технические требования к качеству масла и паспорт безопасности химической продукции, содержащий информацию о воздействии указанной продукции на здоровье человека и окружающую среду, правила обращения с указанной продукцией.

Т а б л и ц а 6.1 – Нормативные требования к качеству товарных и свежих нефтяных турбинных масел

Наименование показателя	Значение показателя			Метод испытания
	Тп-22С Марка 1	Тп-22Б	Тп-22С Марка 2	
1 Вязкость кинематическая, мм ² /с при температуре 40 °С	28,8-35,2			ГОСТ 33
2 Индекс вязкости, не менее	95	95	90	ГОСТ 25371
3 Кислотное число, мг КОН/г	0,04-0,07	Не более 0,07	0,04-0,07	ГОСТ 11362, ГОСТ 5985
4 Стабильность против окисления, не более: а) при 150 °С, 16 ч и расходе кислорода 3 дм ³ /ч: – массовая доля осадка, % массы; – кислотное число, мг КОН/г; – содержание летучих низкомолекулярных кислот, мг КОН/г;	0,01 0,15 0,15	– – –	– – –	ГОСТ 981

Окончание таблицы 6.1

б) при 150 °С, 24 ч и расходе кислорода 3 дм ³ /ч: – массовая доля осадка,% массы; – кислотное число, мг КОН/г; – содержание летучих низкомолекулярных кислот, мг КОН/г	–	0,01	–	
в) при 130 °С, 24 ч и расходе кислорода 5 дм ³ /ч: – массовая доля осадка,% массы; – кислотное число, мг КОН/г; – содержание летучих низкомолекулярных кислот, мг КОН/г	–	–	0,005	
	–	–	0,10	
	–	–	0,02	
5 Температура вспышки в открытом тигле, °С, не ниже	186	185	186	ГОСТ 4333
6 Температура застывания, °С, не выше	Минус 15			ГОСТ 20287
7 Время деэмульсации, с, не более	180			ГОСТ 12068
8 Коррозия на стальных стержнях	Отсутствие			ГОСТ 19199
9 Содержание водорастворимых кислот и щелочей*	Отсутствие			ГОСТ 6307
10 рН водной вытяжки*	6,0-8,0		5,6-8,0	ГОСТ 6307
11.Массовая доля механических примесей, % массы, не более	0,005			ГОСТ 6370
12 Содержание воды,% массы, не более	0,03 (отсутствие)			ГОСТ Р 54281, ГОСТ 24614 (ГОСТ 2477)
13 Плотность при 15°С, кг/м ³ , не более	903	–	903	ГОСТ Р 51069
14 Массовая доля серы,% массы не более	0,50	0,45	0,50	ГОСТ 1437, ГОСТ Р 51947, ГОСТ Р 53203.
15 Цвет на колориметре ЦНТ, ед. ЦНТ, не более	1,5		2,5	ГОСТ 20284
16 Класс промышленной чистоты**, не более	11*		12*	ГОСТ 17216**, ГОСТ ИСО 4407
* Не является браковочным при поставках в авто– и ж/д цистернах. ** Класс промышленной чистоты определяется по приложению В ГОСТ 17216 расчетом по индексу загрязненности, допускается определение данного показателя по ГОСТ ИСО 4407 с последующим перерасчетом по приложению Г ГОСТ 17216.				

Т а б л и ц а 6.2 – Показатели качества нефтяных товарных турбинных масел, определяемые факультативно, по решению технического руководителя АС

Наименование показателя	Тп-22Б, Тп-22С марка 1 и 2	Метод испытания
1 Коррозия на стальных пластинах, г/м ² , не более	2 (отсутствие)	[26]
2 Время деаэрации, с, не более	180	[27]
3 Содержание антиокислительной присадки АГИДОЛ-1, % массы, не менее	0,8	ГОСТ Р МЭК 60666, допускается определение хроматографическими методами по [12], [13]
<p>П р и м е ч а н и е – По решению технического руководителя АС возможно определение содержания деактивирующей присадки по ГОСТ Р МЭК 60666 или [18], содержание не менее 0,02% массы для масла Тп-22Б и Тп-22С марки1, значение данного показателя не является браковочным.</p>		

Паспорт качества продукции должен содержать:

- наименование марки и назначение продукции;
- наименование изготовителя или импортера или продавца, его товарный знак (при наличии), местонахождение (с указанием страны), информацию для связи с ним;
- нормативные значения показателей безопасности продукции в соответствии с ТР ТС 030/2012 [74] и фактические результаты испытаний;
- обозначение документа, в соответствии с которым произведена продукция;
- нормативные значения показателей качества продукции, установленные нормативным документом, в соответствии с которым произведена продукция, и фактические результаты испытаний;
- сроки и условия хранения;
- дата изготовления;
- номер партии продукции;
- номер паспорта;
- должность, фамилия и подпись лица, оформившего паспорт.

Паспорт безопасности химической продукции должен содержать:

- наименование продукции;
- элементы маркировки с указанием опасности;
- информация о компонентах;

- меры первой помощи;
- меры и средства обеспечения пожаровзрывобезопасности;
- меры по предупреждению и ликвидации чрезвычайных ситуаций;
- правила обращения и хранения;
- средства контроля опасного воздействия и средства индивидуальной защиты;
- физические и химические свойства;
- стабильность и химическая активность;
- токсикологическая информация;
- воздействие на окружающую среду;
- утилизация и удаление отходов;
- требования по безопасности при транспортировке.

Комплектность предоставляемой документации должна быть определена утвержденным в установленном порядке техническим заданием на поставку масла или смазки при формировании конкурсной заявки (ТР ТС 030/2012 [74]).

Информация о рекомендуемом ассортименте масел, их качестве должна содержаться в инструкциях (руководствах) по эксплуатации маслonaполненного оборудования.

Дополнительно рекомендуется запрашивать у поставщика масла копию Свидетельства о государственной аккредитации испытательной лаборатории, подтвердившей соответствие качества конкретной партии масла требованиям нормативной документации (международной спецификации, международным или национальным стандартам, техническим условиям). Данная информация необходима для минимизации рисков поставки на АС некондиционных масел.

6.2.2 При приемке партии масла проводят внешний осмотр транспортных емкостей и проверку комплектности сопроводительной документации на соответствие 6.2.1. Транспортные емкости одной партии товарного масла должны иметь одинаковую маркировку и комплект сопроводительной документации, и соответствовать требованиям действующих стандартов (ГОСТ 1510, ГОСТ 31340).

В соответствии с требованиями ГОСТ 2517 или ГОСТ 31873 отбирают

объединенную пробу масла из транспортной емкости (железнодорожной или автомобильной цистерны, партии бочек и т.д.) в количестве не менее 3 дм³ (3 л). Затем, согласно Инструкции по контролю и обеспечению сохранению качества нефтепродуктов в организациях нефтепродуктообеспечения [9], проба делится на 3 равные части, одна из которых (контрольная проба) подвергается лабораторным испытаниям на соответствие требованиям нормативных документов (международной спецификации или стандартам или техническим условиям, а также настоящего РД), а две части (арбитражные пробы) опечатываются и хранятся в подразделении АС, которое осуществляет хранение масла, до момента начала применения данной партии масла (но не дольше гарантийного срока хранения масла).

При отступлении порядка отбора проб от требований ГОСТ 2517 или ГОСТ 31873, претензия по качеству поступившего масла считается необоснованной.

Складирование, перемещение и транспортировка масел, поступающих в бочкоте-таре, следует осуществлять в соответствии с требованиями ГОСТ 1510.

6.2.3 До слива масла в емкости хранения в пробе, отобранной из транспортной емкости, необходимо определить следующие показатели:

- кинематическую вязкость;
- кислотное число;
- температуру вспышки в открытом тигле;
- время деэмульсации;
- содержание воды;
- содержание механических примесей;
- плотность.

Оценить соответствие полученных результатов требованиям нормативных документов. При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному показателю, по нему проводят повторные испытания. Результаты повторных испытаний считаются окончательными. По этим результатам принимают решение по приемке либо браковке партии масла. При получении положительных результатов приступают к процедуре слива масла в емкость хранения.

6.2.4 При получении положительных результатов в испытаниях по 6.2.3, в пробе, отобранной из транспортной емкости, следует определить стабильность масла против окисления по ГОСТ 981 в условиях испытаний для соответствующей марки масла (таблица 6.1, [24], [25], [44], ГОСТ 9972) и его антикоррозионные свойства по ГОСТ 19199.

6.2.5 В случае несоответствия качества масла требованиям таблицы 6.1, ([24], [25], [44], ГОСТ 9972) должен быть составлен рекламационный акт. Акт направляют изготовителю масла, копию – АО «Концерн Росэнергоатом». Срок подачи рекламационных документов устанавливается договором поставки масла. Порядок действия с некондиционными маслами определяется РД ЭО 1.1.2.01.0930.

6.2.6 Одновременно с испытаниями по 6.2.4, по решению технического руководителя АС определяют показатели по 6.1.6. В случае их несоответствия нормам, приведенным в таблице 6.2, по показателям 1, 2, 3 об этом необходимо поставить в известность АО «Концерн Росэнергоатом».

6.2.7 Слив товарного турбинного масла осуществляют в свободные, чистые, сухие емкости. Проверка на чистоту емкостей должна быть подтверждена соответствующим актом. Проверку на чистоту выполняют визуальным осмотром внутренней поверхности резервуаров (емкостей) – осадки, загрязнения и очаги коррозии должны отсутствовать. Визуальный осмотр проводит персонал цеха, эксплуатирующего соответствующие емкости, с привлечением персонала ХЦ и организации, которая выполняла подготовку (зачистку) емкостей.

6.2.8 При необходимости слива масла из транспортной емкости в резервуар МХ, в котором имеются остатки от поставки предыдущей партии свежего масла, следует до приема определить качество остатков масла в резервуаре в объеме испытаний по п. 6.2.3 и 6.2.4, сравнить полученные результаты с показателями качества масла из новой партии и принять решение о его приеме.

П р и м е ч а н и е – Показатели качества разных партий турбинного масла одной марки одного изготовителя, в соответствии с одними техническими условиями имеют, как правило, незначительные расхождения, так как произведены по одной технологии на основе базовых масел близкого группового состава и с использованием одних и тех же присадок.

После приема новой партии масла следует провести перемешивание масла в резервуаре МХ с помощью циркуляции по замкнутой схеме, обеспечив при этом не менее двукратного оборота объема масла в резервуаре.

В случае существенного расхождения показателей качества предполагаемых к смешению масел (значение кислотного числа, показатели стабильности против окисления и время деэмульсации отличаются более чем на 20%) следует в лабораторных условиях приготовить образец, содержащий эти масла в соотношениях, в которых они будут находиться в баке, и испытать его по показателям:

- кислотное число;
- стабильность масла против окисления;
- время деэмульсации;
- антикоррозионные свойства;
- класс промышленной чистоты.

Если при испытании смеси хотя бы по одному из показателей получен результат худший, чем показатель отдельно взятого масла, их смешение не допускается.

6.2.9 Турбинное масло, слитое из транспортной емкости в резервуары маслохозяйства, подвергается лабораторным испытаниям по следующим показателям качества:

- кинематическую вязкость;
- кислотное число;
- реакцию водной вытяжки;
- температуру вспышки в открытом тигле;
- время деэмульсации;
- содержание воды;
- содержание механических примесей.

В случае изменения значений показателей «кислотное число» и «реакция водной вытяжки» по сравнению с пробой, отобранной из цистерны, следует выполнить определение стабильности против окисления.

В случаях поступления нефтяного турбинного масла в транспортной таре для последующего применения или хранения в ней (контейнеры, бочки, канистры) в пробах, отобранных по ГОСТ 2517 или ГОСТ 31873, анализ качества масла проводят в объеме 6.2.3 и 6.2.4.

6.2.10 На АС должен храниться постоянный запас нефтяного турбинного масла в количестве равном вместимости маслосистемы самого крупного агрегата и запас на доливки не менее 45 дневной потребности станции в данном типе масла, который должен быть рассчитан в соответствии с НР 1.2.4.05.999.0216.

Объем турбинных масел на доливки, производимых в течение года составляет 10% от общего объема маслосистем турбины (смазки, регулирования, уплотнений вала генератора), работающих на соответствующем типе масел.

При замене турбинного масла в централизованной системе маслоснабжения турбоагрегата, а также в системах смазки и УВГ турбоагрегата необходимый объем масла равен объему маслосистемы в соответствии с нормами заполнения, кроме того, промывочная порция масла, составляющая 80% от указанного количества. Для автономной маслосистемы регулирования – необходимый объем масла равен объему маслосистемы и промывочная порция в количестве 75% от указанного объема.

6.2.11 Хранение турбинных масел необходимо осуществлять в закрытых, теплоизолированных резервуарах, установленных на маслохозяйстве, оборудованных воздухоосушительными фильтрами и обогревом. Свежие турбинные масла хранят отдельно от масел, принятых на хранение из эксплуатации. Температурный режим хранения масла должен обеспечивать возможность его перекачки в любое время года, но не превышать 35 °С.

6.2.12 Гарантированный срок хранения турбинных масел определяется требованиями нормативных документов изготовителей масел (ГОСТ или ТУ) и составляет, как правило, 5 лет со дня изготовления.

6.2.13 Находящееся на хранении свежее турбинное масло должно соответствовать требованиям, приведенным в таблице 6.1 по следующим показателям качества, определяемым с периодичностью не реже 1 раза в 2 года для масел Тп-22С или Тп-22Б:

- кинематическая вязкость;
- кислотное число;
- температура вспышки в открытом тигле;
- время деэмульсации;
- время деаэрации;
- содержание водорастворимых кислот и щелочей;
- содержание воды;
- содержание механических примесей (класс промышленной чистоты);
- стабильность против окисления;
- плотность;
- антикоррозионные свойства.

Примечание – Время деаэрации – определение на соответствие требованиям таблицы 6.2.

6.3 Требования, предъявляемые к нефтяным турбинным маслам перед заливкой в маслосистемы турбоагрегатов

6.3.1 Ввод масла в эксплуатацию можно осуществлять только с разрешения химического цеха. Перед заполнением маслосистемы маслом необходимо отобрать пробу из емкости хранения и выполнить анализ в объеме, указанном в 6.2.13, если после последнего испытания прошло более 1 года, в противном случае должен быть выполнен сокращенный анализ масла.

В объем сокращенного анализа входит определение:

- кислотного числа;
- класса промышленной чистоты;
- содержание общего шлама;
- содержания воды.

6.3.2 Показатели качества свежего турбинного масла, вводимого в эксплуатацию, должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 6.1.

6.3.3 Показатели качества эксплуатационного турбинного масла, вводимого в работу после его очистки на маслохозяйстве должны удовлетворять требованиям таблицы 6.3.

6.4 Требования, предъявляемые к условиям эксплуатации турбинных масел в маслосистемах турбоагрегатов

6.4.1 Порядок подготовки маслосистем турбинного и вспомогательного оборудования к эксплуатации, включая технологию проведения гидравлических испытаний, устанавливает инструкция (руководство) по эксплуатации изготовителя оборудования.

Во время эксплуатации маслосистем в различных технологических режимах и при аварийном останове следует руководствоваться требованиями действующих инструкций по эксплуатации оборудования, а также настоящего РД.

6.4.2 Давление масла в технологических системах оборудования, указанного в 6.4.1, устанавливают в соответствии с требованиями инструкций изготовителей оборудования.

6.4.3 Температура масла за маслоохладителями должна поддерживаться в диапазоне от 38 °С до 42 °С, если в инструкциях изготовителя оборудования не оговорены иные условия.

Т а б л и ц а 6.3 – Нормативные требования, предъявляемые к эксплуатационным и регенерированным нефтяным турбинным маслам, заливаемым в оборудование

Наименование показателя качества	Значение показателя качества масла	Методы испытаний
1 Кислотное число, мг КОН/г, не более	0,15*	ГОСТ 5985, ГОСТ 11362, ГОСТ ИСО 6619
2 Стабильность против окисления (при 120 °С, 14 ч, расходе кислорода 200 см ³ /мин): – кислотное число после окисления, мг КОН/г, не более; – содержание осадка, % массы, не более	0,15 0,005	ГОСТ 981
3 Реакция водной вытяжки, рН	5,6-8,0	ГОСТ 6307
4 Время деэмульсации, с, не более	300	ГОСТ 12068
5 Коррозия на стальных пластинах, г/м ² , не более	2 (отсутствие)	[26]
6 Содержание шлама (общее), % массы, не более	0,005	[22]
7 Содержание воды, % массы, не более	0,03 (отсутствие)	ГОСТ Р 54281, ГОСТ 24614, (ГОСТ 2477)
8 Время деаэрации, с, не более	240*	[27]
9 Класс промышленной чистоты, не более: – для системы регулирования и УВГ; – для системы смазки и объединенных систем	9 10	ГОСТ 17216 (приложения А, В и Г), ГОСТ ИСО 4407

Окончание таблицы 6.3

10 Содержание присадки АГИДОЛ-1 (ионол),% массы, не менее	0,4*	ГОСТ Р МЭК 60666, [12], [13]**
11 Вязкость кинематическая при 40 °С, мм ² /с	28,8-35,2	ГОСТ 33
12 Температура вспышки в открытом тигле, °С, не менее	185	ГОСТ 4333
* Приведенные нормы не являются браковочными, определение обязательное. ** По решению технического руководителя АС возможно определение содержания деактивирующей присадки по ГОСТ Р МЭК 60666 или [18], содержание не менее 0,01% массы, значение данного показателя не является браковочным.		

6.4.4 Содержание воздуха в масле в чистом отсеке маслобака на всасе насосов не должно превышать 2,0% об., если в инструкциях изготовителя оборудования не оговорены иные условия.

6.4.5 Уровень масла в маслобаке должен соответствовать требованиям инструкции по эксплуатации изготовителя турбины.

6.4.6 Промышленная чистота турбинных масел во время эксплуатации должна отвечать требованиям таблицы 6.4. При классе промышленной чистоты масла, превышающем нормативные требования, следует принять меры к его очистке, используя штатное или передвижное маслоочистительное оборудование, МОО должно обеспечивать необходимую эффективность очистки масла (в соответствии 6.6.11). После пуска турбоагрегата следует довести качество масла по КПЧ до нормативных требований не более, чем за 10 сут.

6.4.7 Эксплуатация масла, содержащего воду, не допускается. При обнаружении в масле воды в количестве 0,03% массы и более, необходимо произвести его очистку штатным или передвижным маслоочистительным оборудованием, МОО должно обеспечивать необходимую эффективность очистки масла. Наиболее оперативно рекомендуется очистить масло от воды, если время деэмульсации масла превышает 400 с. После очистки масла от воды рекомендуется дополнительно определить время деэмульсации масла и кислотное число.

6.4.8 Очистку сеток, установленных в маслобаках, следует проводить при перепаде уровней масла, находящегося в чистом и грязном отсеках маслобака, превышающем 200 мм, если в документации изготовителя оборудования не приведены другие требования к необходимости очистки сеток.

Перезарядку фильтр-пресса, фильтров грубой и тонкой очистки проводить при перепаде давления выше 0,1 МПа, если в заводских инструкциях не оговорены иные условия.

6.4.9 Не допускается использование адсорберов с сорбентами в маслосистемах действующего оборудования, работающего на нефтяных турбинных маслах. Адсорбенты могут быть применены на маслохозяйстве при регенерации отработанных (эксплуатационных) масел с последующей стабилизацией очищенных (регенерированных) масел с помощью полного пакета (композиции) присадок, который должен соответствовать составу композиции присадок изготовителя для данной марки масла.

6.4.10 Доливки в маслосистемы работающих агрегатов следует производить свежим маслом, показатели качества которого удовлетворяют требованиям нормативной документации на соответствующую марку масла. Предпочтительнее использовать то же масло, которое было изначально залито в это оборудование. Если на доливки планируется использовать свежее масло, марка которого отлична от марки масла эксплуатируемого в оборудовании, то следует руководствоваться рекомендациями по порядку введения в эксплуатацию свежих турбинных масел разных марок, используемых на доливки, приведенными в приложении Д. Допускается использовать на доливки эксплуатационные или регенерированные масла, свойства которых отвечают требованиям, предъявляемым настоящим стандартом к эксплуатационным или регенерированным маслам, при их заливке в оборудование (таблица 6.3).

6.5 Объем, периодичность и нормы эксплуатационного контроля

6.5.1 Объем и периодичность контроля качества нефтяного турбинного масла должны соответствовать требованиям настоящего РД и инструкций, действующих на каждой АС. Методы испытаний приведены в приложении Б.

6.5.2 На АС должна храниться следующая информация о маслах:

- наименование изготовителя масла;
- марка масла, ГОСТ, СТО или ТУ, по которому оно выработано;
- дата выработки, номер паспорта (сертификата);

- результаты входного контроля масла;
- стационарный номер емкости хранения;
- результаты анализов, выполняемых в процессе хранения;
- стационарное обозначение оборудования, где применяется масло;
- дата начала эксплуатации масла;
- показатели качества масла перед его вводом в эксплуатацию;
- результаты периодических и внеочередных испытаний масла в процессе его эксплуатации;
- сведения о количестве и качестве долитого масла;
- сведения о вводе присадок;
- сведения о загрязнении масла и проведения его очистки;
- сведения о других мероприятиях по защите масла от старения и продлению его срока службы.

Порядок и форма хранения необходимой информации на АС определяется утвержденным порядком.

6.5.3 Для контроля за состоянием масел во время эксплуатации из штатных пробоотборных точек (для систем смазки и объединенных маслосистем турбоагрегатов – из нижней пробоотборной точки маслоохладителя, находящегося в работе, если ГМБ не оборудован штатной пробоотборной точкой), а в случае отсутствия таковых из чистого отсека маслобака турбины через верхний люк, отбирают пробы в чистые сухие емкости в количестве не менее 0,5 дм³, предварительно слив в отдельную емкость масло, находящееся в пробоотборном патрубке, но не менее 2 дм³.

6.5.4 После залива свежего или эксплуатационного масла в маслосистему турбоагрегата после монтажа или капитального ремонта следует отобрать пробу через 72 ч ее непрерывной работы и выполнить анализ масла по показателям 1, 5, 6, 8 таблицы 6.4 при условии подготовки маслосистемы с использованием промывочной порции масла. В случае отсутствия таковой следует выполнить анализ масла в объеме требований таблицы 6.4.

6.5.5 В процессе эксплуатации турбинное масло из паровых турбин, питательных турбонасосов и электронасосов подвергают ежедневному визуальному контролю. Ежедневный визуальный контроль масла заключается в проверке его внешнего вида – масло должно быть прозрачным и свободным от загрязнений и осадков (не содержать видимых загрязнений, воды, шлама и механических примесей). Для автономных маслосистем питательных электронасосов, масло должно подвергаться визуальному контролю не реже 1 раза в месяц.

При визуальном обнаружении в масле механических примесей, шлама или воды, а также при помутнении масла, должен быть проведен его внеочередной анализ по п. 1, 5, 6, 8 таблицы 6.4 для решения вопроса о необходимости подключения МОО.

6.5.6 Анализ турбинного масла из турбоагрегатов на соответствие требованиям таблицы 6.4 следует осуществлять:

- для масла из турбоагрегатов с кислотным числом менее 0,1 мг КОН/г не реже 1 раз в 3 мес. по показателям 1, 6, 8;

- для масла из турбоагрегатов с кислотным числом 0,1 мг КОН/г и более не реже 1 раз в месяц по показателям 1, 5, 6, 8.

6.5.7 Стабильность против окисления (п. 2) и содержание антиокислительной присадки (п. 9) на соответствие требованиям таблицы 6.4 следует определять:

- для масла из турбоагрегатов с кислотным числом до 0,15 мг КОН/г – 1 раз в год;

- для масла из турбоагрегатов с кислотным числом 0,15 мг КОН/г и выше – 1 раз в 6 мес.;

- при обнаружении шлама.

6.5.8 Время деэмульсации (п. 3 таблицы 6.4) для масла из турбоагрегатов следует определять 1 раз в 3 мес. на соответствие требованиям таблицы 6.4. Время деаэрации (п. 7 таблицы 6.4) для масла из турбоагрегатов следует определять 1 раз в 6 мес. на соответствие требованиям таблицы 6.4.

6.5.9 Контроль антикоррозионных свойств масел следует осуществлять 1 раз в 2 мес. или после удаления воды (при обводнении масла) осмотром образцов-

индикаторов, помещаемых в грязный отсек маслобака соответствующей маслосистемы турбоагрегата ниже минимально возможного рабочего уровня масла. Индикаторы должны быть установлены таким образом, чтобы исключить их контакт с металлическими частями оборудования маслобака. Индикаторы должны быть выполнены из стали Ст. 45 в виде круглых пластин диаметром 50 мм и толщиной от 2 до 3 мм и иметь отверстие для подвешивания диаметром 5 мм в 5 мм от края пластины. Поверхность пластины должна быть отшлифована до зеркального состояния (шероховатость Ra от 0,63 до 0,32 мкм), включая торцевые поверхности и стенки отверстия. В случае появления на индикаторах следов коррозии – отдельных темных точек диаметром от 1 до 2 мм – следует провести количественное определение этого показателя на стальных пластинах (п. 4 таблицы 6.4). Если при этих испытаниях величина коррозии стальных пластин составляет 6 г/м² и более следует ужесточить контроль за антикоррозионными свойствами масла и проводить испытания количественным методом 1 раз в 6 мес. для решения вопроса о необходимости и времени дополнительного введения антикоррозионной присадки или замене масла.

6.5.10 Кинематическая вязкость и температура вспышки определяются не реже 1 раза в год.

6.5.11 Нефтяное турбинное масло, находящееся в эксплуатации в маслосистемах турбоагрегатов должно удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 6.4.

6.5.12 Если качество масла, находящегося в эксплуатации, перестает соответствовать требованиям настоящего РД и не может быть улучшено очисткой, введением присадок и другими методами, оно подлежит замене в ближайший останов энергоблока на планово-предупредительный ремонт.

6.5.13 При необходимости проведения диагностики состояния узлов и элементов маслосистем могут применяться и другие методы контроля, которые не приведены в таблице 6.4. Критерии оценки технического состояния узлов и элементов систем при диагностике с применением дополнительных методов контроля качества масла, определяет организация, выполняющая такое

обследование, на основании требований действующих нормативных документов и результатов диагностики агрегатов, в соответствии с программой, согласованной с техническим руководителем АС.

6.5.14 Объем и периодичность испытаний, а также нормативные значения показателей качества, турбинных масел, эксплуатируемых в различном насосном и вспомогательном оборудовании, определяются требованиями документов изготовителей оборудования. Если в документации изготовителя отсутствуют требования к качеству турбинного масла, эксплуатируемому в насосном и вспомогательном оборудовании, то выполняют определение показателей качества таких как – кислотное число, кинематическая вязкость, содержание воды, содержание шлама (общее), содержание механических примесей (визуально) 1 раз в 3 мес.

Качество масла должно соответствовать требованиям таблицы 6.4 по вышеуказанным показателям.

Т а б л и ц а 6.4 – Нормативные требования, предъявляемые к нефтяным маслам, работающим в маслосистемах турбоагрегатов

Наименование показателя качества	Значение показателя качества масла Тп-22С марки 1и 2 или Тп-22Б	Методы испытаний
1 Кислотное число, мг КОН/г	0,3	ГОСТ 5985, ГОСТ 11362, ГОСТ ИСО 6619
2 Стабильность против окисления (при 120 °С, 14 ч, расходе кислорода 200 см ³ /мин): кислотное число после окисления, мг КОН/г; не более осадок, % массы, не более	0,6 0,15	ГОСТ 981
3 Время деэмульсации, с, не более	600	ГОСТ 12068
4 Коррозия на стальных пластинах, г/м ² , не более	16	[26]
5 Содержание шлама (общее), % массы, не более	0,005	[22]
6 Содержание воды, % массы, не более	0,03 (отсутствие)	ГОСТ Р 54281, ГОСТ 24614 (ГОСТ 2477)
7 Время деаэрации, с, не более	480*	[27]
8 Класс промышленной чистоты, не более: – для системы регулирования и УВГ; – для системы смазки и объединенных систем	9 10	ГОСТ 17216 (приложения А, В и Г), ГОСТ ИСО 4407

Окончание таблицы 6.4

9 Содержание присадки АГИДОЛ-1 (ионол),% массы, не менее	0,2	ГОСТ Р МЭК 60666, [12], [13]
10 Изменение кинематической вязкости от исходного значения для масла перед его заливкой в оборудование,%, не более	10	ГОСТ 33
11 Изменение температуры вспышки в открытом тигле от предыдущего значения, °С, не более	10	ГОСТ 4333
*Данный показатель не является браковочным, определение обязательное.		

6.6 Средства защиты масел от старения

6.6.1 Старение масла и ухудшение его основных характеристик во время эксплуатации связано с накоплением в масле продуктов старения под воздействием кислорода воздуха, повышенной температуры, контакта с конструкционными материалами и постепенным расходом присадок, присутствующих в масле для улучшения его свойств (содержание присадок в свежих маслах – ингибитор окисления АГИДОЛ-1 не менее 0,8% массы для Тп-22С марки 1, 2 и Тп-22Б, ингибитор коррозии не менее 0,02% массы, деэмульгирующая присадка не менее 0,02% массы, для масел Тп-22С марки 1 и Тп-22Б деактивирующая присадка не менее 0,02% массы). Необходимость введения дополнительного количества той или иной присадки в масло следует оценивать по изменению показателей его качества, таких как стабильность против окисления, антикоррозионные свойства, время деэмульсации, а также на основании прямого определения присадок (ГОСТ Р МЭК 60666, [12], [13], [18]).

6.6.2 Степень старения турбинных масел в турбоагрегатах оценивают по показателям стабильности против окисления в условиях, указанных в ГОСТ 981.

Для масел с кислотным числом 0,15 мг КОН/г и выше, этот показатель необходимо определять 1 раз в 6 мес. При этом значения кислотного числа и осадка после окисления должны удовлетворять требованиям п. 2 таблицы 6.4.

Если кислотное число масла после окисления равно или превышает 0,2 мг КОН/г и появляются следы осадка (содержание более 0,005% массы), в масло следует ввести не менее 0,4% массы антиокислительной присадки (АГИДОЛ-1), предварительно проверив масло на восприимчивость к ней. Масло считается восприимчивым к воздействию ингибитора окисления, а концентрация его

оптимальной, если введение присадки снижает кислотное число масла после окисления более чем в 2 раза при отсутствии осадка.

Если масло не восприимчиво к воздействию присадки АГИДОЛ-1, то оно эксплуатируется до достижения предельных значений таблицы 6.4 и после этого подлежит замене.

Если кислотное число масла после окисления 0,6 мг КОН/г и более и/или массовая доля осадка 0,15% массы, и более, масло необходимо заменить. Масло так же подлежит замене, при достижении содержания в нем присадки АГИДОЛ-1 менее 0,2% массы.

6.6.3 При обнаружении шлама в турбинном масле, необходимо выполнить определение стабильности масла против окисления и оценить его восприимчивость к введению антиокислительной присадки по 6.6.4. При наличии шлама и невосприимчивости масла к присадке АГИДОЛ-1 масло необходимо заменить. Вводить присадки в масла, содержащие шлам не допускается. Такие масла перед вводом присадок необходимо регенерировать.

6.6.4 Для оценки восприимчивости масла к антиокислительной присадке (ингибитора окисления) и определения ее оптимальной концентрации необходимо в лабораторных условиях приготовить образцы испытуемого масла с добавлением в него ингибитора окисления в количестве 0,40; 0,60 и 0,80% массы, определить стабильность против окисления приготовленных образцов, сравнить полученные результаты с соответствующими показателями масла до введения присадки. Масло считается восприимчивым к воздействию ингибитора окисления, а концентрация его оптимальной, если введение присадки снижает кислотное число масла после окисления более чем в 2 раза при отсутствии осадка (основным критерием является отсутствие осадка).

6.6.5 Если масло при работе в оборудовании систематически обводняется, а его время деэмульсации превышает 400 с, то в него необходимо дополнительно ввести деэмульгирующую присадку Д-157 в количестве от 0,01% до 0,02% массы, предварительно проверив в лабораторных условиях восприимчивость масла к присадке. Турбинное масло считается восприимчивым к присадке, если время

деэмульсации снижается до 300 с и менее. Если этот показатель после ввода присадки изменяется мало, то масло считается невосприимчивым к ней. В этом случае следует продолжить эксплуатацию масла в турбоагрегате, проводя определение времени деэмульсации с периодичностью – 1 раз в месяц.

Время деэмульсации эксплуатационного турбинного масла в паровых турбинах не должно превышать 600 с. При достижении указанной величины масло рекомендуется заменить. Эксплуатация масла с временем деэмульсации более 600 с допускается по решению технического руководителя до момента вывода оборудования в плановый ремонт при отсутствии обводнения масла или наличия высокоэффективных средств очистки от воды, которые позволят обеспечить эксплуатацию масла без воды (отсутствие в соответствии с требованиями таблицы 6.4).

6.6.6 Необходимость дополнительного введения ингибитора коррозии следует оценить по результатам исследования антикоррозионных свойств масла, выполненных количественно на стальных пластинах в соответствии с методикой испытаний [26]. При коррозии, равной или превышающей 10 г/м^2 , в масло необходимо ввести от 0,01% до 0,02% массы ингибитора коррозии (антиржавийной присадки) предварительно проверив масло на восприимчивость к ней, сравнивая значения коррозии на пластинах и показатели стабильности против окисления до и после введения присадки в масло. Масло считается восприимчивым к присадке, если коррозия на стальных пластинах после введения присадки не превышает 2 г/м^2 .

Ингибитор коррозии ослабляет стабильность масла к окислению, поэтому если ее дополнительное введение ухудшило показатели стабильности против окисления, следует одновременно с ней ввести в масло ингибитор окисления (АГИДОЛ-1) в количестве от 0,20% до 0,60% массы, оценив эффективность введения присадок в лабораторных условиях.

6.6.7 Если качество масла, находящегося в эксплуатации, перестает соответствовать нормативным требованиям таблицы 6.4 и не может быть улучшено очисткой или введением присадок оно подлежит замене.

6.6.8 Количественно содержание присадок в турбинных маслах может быть определено методами высокоэффективной ([12], [18]) или тонкослойной

хроматографии ([13]), а также методом инфракрасной спектроскопии (ГОСТ Р МЭК 60666).

6.6.9 Стабилизацию масла присадками рекомендуется выполнять на МХ при подготовке масла к заливу в оборудование. Расчет количества присадок может быть выполнен по 5.5.6.5 (раздел – трансформаторные масла) с учетом данных 6.6.1.

Ввод раствора присадок в эксплуатационное масло, на работающем оборудовании рекомендуется, если в масле отсутствует растворенный шлам и загрязнения (содержание воды и класс промышленной чистоты соответствуют требованиям таблицы 6.4), а содержание в масле присадки АГИДОЛ-1 не превышает 0,4% массы. Ввод присадок на работающем оборудовании в масла, которые эксплуатируются в маслосистемах, загрязненных масляным шламом, может иметь очень низкую эффективность (эффект улучшения качества масла будет непродолжителен по времени). Кроме того, масляный шлам после ввода присадок может быть смыт циркулирующим маслом, что приведет к ухудшению класса промышленной чистоты и потребует дополнительной очистки масла с помощью МОО.

6.6.10 Долив свежего масла в объеме от 10% до 30%, как альтернатива вводу присадок, в маслосистемы, содержащие масляный шлам, может сопровождаться ухудшением класса промышленной чистоты и потребует дополнительной очистки масла с помощью МОО.

Примечание – При этом происходит частичное самоочищение маслосистемы.

6.6.11 Для удаления примесей из турбинных масел применяется очистка.

6.6.11.1 Для очистки турбинных масел применяются различные физические и физико-химические методы удаления из них всех типов загрязнения (механические примеси, растворенная и дисперсная вода, шлам, растворенные газы и др.).

6.6.11.2 Применяются следующие физические методы удаления загрязнений из масла:

- гравитационный (отстаивание в резервуарах);
- центробежный (центробежные сепараторы, центрифуги);
- объемная фильтрация (целлюлозные и синтетические фильтры,

фильтровальный картон, ткань Бельтинг и др.);

- поверхностная фильтрация (сетки, мембраны и др.);
- электрофизический (электростатические очистители);
- магнитный (магнитные фильтры);
- испарение (вакуумные дегазационные установки и др.).

6.6.11.3 Основным физико-химическим методом очистки, применяемым на АС является адсорбция (очистка цеолитами и другими сорбентами), которые применяются при регенерации отработанных турбинных масел на МХ.

6.6.11.4 Физические методы используются для глубокой осушки и дегазации масла, из них наиболее широкое применение имеют вакуумные технологии. Осушка масла продувкой горячим воздухом или инертным газом при атмосферном давлении в настоящее время практически не применяется.

6.6.11.5 Электростатическая очистка масла позволяет удалять из масла механические примеси и масляный шлам без применения расходных материалов.

6.6.11.6 Технология подготовки (очистки) турбинных масел, обычно применяемая на АС, предусматривает комбинацию различных методов.

6.6.11.7 Предварительная, грубая очистка масла от дисперсной воды и механических примесей (шлама) осуществляется в резервуарах открытого склада масляных хозяйств или масляных баков оборудования с помощью отстаивания при хранении. Выделившиеся загрязнения периодически удаляются из резервуаров или маслобаков при помощи дренажей донных слоев (осадков) масла. При этом удаляются, как правило, крупные и тяжелые частицы размером свыше 40 мкм и отстой воды.

6.6.11.8 Очистка турбинного масла осуществляется при его подготовке к заливу в оборудование или во время эксплуатации в постоянном или периодическом (на основании результатов анализа масла) режиме. Применяются следующие технологии (или их комбинации): центробежная, электростатическая, вакуумная осушка и фильтрация. Выбор технологии и МОО на АС может быть выполнен по рекомендациям технического отчета [29].

6.6.11.9 Установки для очистки турбинного масла на основе центробежной

технологии используются для его периодической очистки при подготовке к заливу или в эксплуатации, они обеспечивают удаление дисперсной воды, механических примесей, но данные установки не позволяют осуществлять глубокую осушку и дегазацию масла. Для повышения эффективности осушки и дегазации целесообразно применять центрифуги с дополнительными вакуумными устройствами и блоками.

6.6.11.10 Для глубокой осушки турбинных масел используются установки вакуумной очистки, которые позволяют удалять из масла не только дисперсную, но и растворенную воду, а также газы.

6.6.11.11 Фильтры тонкой очистки турбинных масел применяются для удаления механических примесей и должны обладать номинальной тонкостью фильтрации не более 20 мкм. Оптимальная номинальная тонкость фильтрации ФТО для турбинных масел составляет от 6 до 12 мкм (для циркуляционных систем). Фильтры применяются для постоянной или периодической очистки турбинных масел. Для постоянной очистки турбинных масел в маслобаках оборудования применяются штатные сетчатые фильтры (фильтры грубой очистки). Фильтры тонкой очистки используются для очистки масла на работающем оборудовании и в установках для подготовки турбинных масел к заливу в оборудование.

6.6.11.12 Установки для очистки турбинного масла на основе электростатической технологии используются для его периодической очистки при подготовке к заливу или в эксплуатации, они обеспечивают эффективное удаление механических примесей и масляного шлама без применения расходных материалов, но данная технология не позволяет осуществлять осушку и дегазацию масла. Поэтому электростатические очистители применяются с дополнительными вакуумными устройствами или блоками для удаления воды.

6.6.11.13 В случаях сильного загрязнения турбинного масла необходимо предварительно выполнять отстаивание и/или грубую фильтрацию перед проведением основной обработки, если это предусмотрено технологией обработки масла.

6.6.11.14 Рекомендуется применение универсального МОО, позволяющего

удалять основные загрязнения (механические примеси, воду, масляный шлам) из турбинных масел с наибольшей эффективностью действия [29].

6.6.11.15 Контроль эффективности очистки масел рекомендуется выполнять по изменению значений следующих показателей качества – содержание воды (ГОСТ Р 54281), класс промышленной чистоты (ГОСТ 17216 (приложение А, В, Г) и ГОСТ ИСО 4407), содержание шлама (общее [22], если он присутствовал в масле до очистки).

После очистки целесообразно определить время деэмульсации (ГОСТ 12068), кислотное число (ГОСТ 5985, ГОСТ 11362, ГОСТ ИСО 6619), содержание ингибитора окисления (ГОСТ Р МЭК 60666, [12], [13]). Качество масла после очистки должно соответствовать требованиям таблиц 6.1 (класс промышленной чистоты не более 9 для систем регулирования и не более 10 для систем смазки), 6.3 или 6.4 в зависимости от того какое масло очищается (свежее или эксплуатационное).

При очистке рекомендуется применять приборы встроенного контроля («в потоке») содержания воды (по изменению активности воды см. п. А.5) и класса промышленной чистоты. Дополнительно целесообразно контролировать изменение удельной проводимости (ГОСТ Р МЭК 60247).

6.7 Требования к подготовке маслосистем турбоагрегатов после монтажа и в период капитальных ремонтов

6.7.1 Предмонтажную очистку и консервацию маслопроводов следует производить в соответствии с действующими методиками, принятыми монтажными организациями. Наиболее эффективной является технология «чистого монтажа», использующая предварительную поэлементную отмывку трубопроводов и последующий их монтаж с применением аргоновой сварки.

По окончании монтажа маслосистемы необходимо провести ее очистку от твердых частиц (занесенных при сборке) гидродинамическим способом, путем прокачки промывочной порцией свежего масла по контурам. Во время промывок в работу должно быть включено маслоочистительное оборудование. Качество промывки контролируют по загрязненности сеток в маслобаке и фильтров тонкой очистки.

6.7.2 В период ремонтов после слива масла необходимо проводить вскрытие маслосистемы агрегата или другого маслonaполненного энергетического оборудования и выполнять внешний осмотр системы на наличие масляного шлама (маслобак, трубопроводы (особенно сливные), маслоохладители). Способ определения количества шлама содержится в [28].

6.7.3 Очистку маслосистем от масляного шлама следует проводить в соответствии с требованиями соответствующей программы гидродинамической промывки.

6.7.4 Перед проведением промывки должна быть разработана и утверждена рабочая программа проведения промывки, в которой должна быть приведена технология и схема проведения промывки, способ промывки определяется решением технического руководителя АС. При любом варианте отмывки маслосистемы должна быть предусмотрена в качестве финишного этапа промывка системы свежим или регенерированным маслом, что позволит максимально полно очистить маслосистему от шламовых загрязнений и остатков эксплуатационного масла или промывочных растворов. Качество регенерированного масла должно соответствовать требованиям таблицы 6.3.

6.7.5 Технологию промывки маслосистемы следует выбирать, исходя из следующих критериев:

- способы промывки или очистки должны обеспечивать наиболее полное удаление масляного шлама из маслосистемы, не оказывать отрицательного воздействия на элементы и узлы маслосистем агрегатов, не оказывать в последующем отрицательного воздействия на качество заливаемого масла при его смешении с остатками промывочной жидкости, которое не может быть устранено перед пуском агрегатов с помощью штатного МОО;

- решение о применении способа промывки или очистки принимает технический руководитель АС в зависимости от конкретных условий (степени загрязнения и схемы маслосистемы агрегата, ассортимента применяемых масел, эффективности действия штатного МОО, состояния оборудования и схемы МХ, наличия опыта аналогичных промывок и др.).

При выборе технологий промывки маслосистем следует учитывать, что:

– водные растворы препаратов ТМС ЛН рекомендуется применять при необходимости последующего проведения огневых работах на маслосистеме, при сильном загрязнении сливных трубопроводов и маслоохладителей (содержание шлама более 100 г/м^2 [28]), при наличии в системе масляного шлама, состоящего в основном из нефтепродуктов (содержание нефтепродуктов более 40%);

– интенсивные технологии гидродинамической промывки (пневмогидроимпульсный метод, метод с применением специальных промывочных масел и другие методы) рекомендуется использовать при наличии масляного шлама, состоящего в основном из твердых частиц (содержание нефтепродуктов менее 40%) и среднем (содержание шлама от 50 до 100 г/м^2 [28]) уровне загрязнения маслосистемы;

– традиционную гидродинамическую промывку (прокачка горячим эксплуатационным маслом) рекомендуется использовать при невысоком уровне загрязнения маслосистемы (содержание шлама менее 50 г/м^2 [28]), в основном для удаления ремонтных загрязнений;

– очистка маслобаков может осуществляться механическим способом, вне зависимости от технологии промывки маслосистемы.

6.7.6 Если при внешнем осмотре во время ремонта обнаружено разрушение краски в масляном баке (наличие трещин, вспучивание, признаки отслаивания), то перед заливкой масла необходимо удалить краску со всей внутренней поверхности бака; повторную окраску производить не следует. Поврежденные места зачищают шабером и смазывают чистым свежим турбинным маслом соответствующей марки.

6.7.8 По решению технического руководителя АС маслоохладители следует промывать отдельно от маслосистемы с помощью водного раствора тринатрийфосфата (от 10% до 15%) с поверхностно-активными веществами или водного раствора технических моющих средств серии ТМС Л (от 5% до 15%) в соответствии с требованиями специальной программы промывки. После промывки маслоохладителей моющим раствором необходимо проводить их отмывку обессоленной водой или конденсатом до нейтральной реакции. Промывку маслоохладителей рекомендуется выполнять с помощью многократной циркуляции промывочного раствора через маслоохладитель. Чистота маслоохладителей проверяется с помощью металлической линейки, которую пропускают между

трубками маслоохладителя. При этом на ней не должно быть обнаружено следов шлама.

6.7.9 Запрещается применение фосфатно-конденсатного способа промывки маслосистем или промывки маслосистем с помощью моющих средств, способных при контакте с турбинным маслом приводить к выпадению из них присадок и образованию осадков.

6.7.10 Необходимость промывки или очистки маслосистем оборудования, следует определить на основе анализа изменения показателей качества турбинного масла, эксплуатируемого в оборудовании. Очистка маслосистем оборудования необходима при наличии одного или нескольких из следующих факторов:

- наличие в масле масляного шлама;
- ухудшение класса промышленной чистоты масла по ГОСТ 17216 до значения 11 класс и более, и невозможности очистки масла до нормативных требований штатными средствами очистки (чем больше значение класса промышленной чистоты и более продолжителен срок работы загрязненного масла, тем больше необходимость в проведении очистки);
- периодическое обводнение масла.

6.7.11 Возможно по решению технического руководителя АС применение иных способов промывки или очистки маслосистем агрегатов при наличии соответствующих актов, подтверждающих их эффективность.

6.8 Требования, предъявляемые к нефтяным турбинным маслам, эксплуатируемым в маслосистемах оборудования ГЦН и ПНА

6.8.1 Порядок подготовки маслосистем главных циркуляционных насосов (ГЦН) и подпиточных насосных агрегатов (ПНА) к эксплуатации, включая и технологию проведения гидравлических испытаний, устанавливаются инструкциями (руководства) по эксплуатации изготовителей для указанного оборудования. Номенклатуру масел, применяемых в маслосистемах ГЦН и ПНА, порядок и условия их применения определяет изготовитель оборудования.

Во время эксплуатации маслосистем в различных технологических режимах и при аварийном останове следует руководствоваться требованиями действующей

отраслевой инструкции по эксплуатации ГЦН, ПНА, а также требованиями настоящего РД.

6.8.2 Основным маслом, поступающим на АС, является нефтяное турбинное масло Тп22С марки 1 [24]. Кроме того, могут поставляться нефтяные турбинные масла Тп-22Б [25] и Тп-22С марки 2 [44].

Показатели качества свежего турбинного масла, вводимого в эксплуатацию в маслосистемах ГЦН, ПНА должны соответствовать требованиям [24, 25, 44], приведенным в таблице 6.1.

Показатели качества турбинного масла, эксплуатируемого в маслосистемах ГЦН, ПНА должны удовлетворять требованиям таблицы 6.5.

Объем и периодичность испытаний, нормативные требования к маслам, находящимся в эксплуатации в маслосистемах ГЦН, ПНА определены отраслевыми инструкциями по эксплуатации указанного оборудования и приведены в таблице 6.5.

Т а б л и ц а 6.5 – Нормативные требования, предъявляемые к нефтяным маслам, работающим в маслосистемах ГЦН, ПНА

Наименование показателя качества масла	Значение показателя	Метод испытания	Периодичность испытания
1 Кислотное число, увеличение не более чем от исходного значения после залива, мг КОН/г	0,20	ГОСТ 5985, ГОСТ 11362	1 раз в 2 мес.
2 Водорастворимые кислоты и щелочи	Отсутствие	ГОСТ 6307	1 раз в 2 мес.
3 Содержание механических примесей, (класс промышленной чистоты, не более)	Отсутствие (11)	ГОСТ 6370, (ГОСТ 17216 (приложения А, В, Г и ГОСТ ИСО 4407))	1 раз в 2 мес.
4 Массовая доля шлама (общего), % массы, не более	0,005	[22] и прил. Б.12	1 раз в 2 мес.
5 Содержание воды, % массы, не более	0,03 (отсутствие)	ГОСТ Р 54281, ГОСТ 24614, (ГОСТ 2477)	1 раз в 2 мес.
6 Время деэмульсации, с, не более	600*	ГОСТ 12068	1 раз в 4 мес.
7 Кинематическая вязкость при 40 °С, мм ² /с,	28,8-35,2**	ГОСТ 33	1 раз в год
8 Температура вспышки в открытом тигле, °С, не менее	186**	ГОСТ 4333	1 раз в год

* Если масло имеет показатель времени деэмульсации более 400 с, то в масло необходимо ввести 0,02% деэмульгирующей присадки Д-157 или выполнить долив свежего масла; если масло эксплуатируется с временем деэмульсации более 400 с, то испытание проводить 1 раз в 2 мес., при достижении времени деэмульсации значения 600 с масло должно быть заменено свежим.

** Дополнительно для масел в маслосистеме ГЦН, изменение показателя не должно превышать 10% от исходного значения после залива или измеренного значения после последнего долива масла.

6.8.3 При эксплуатации ГЦН и ПНА из маслосистем должен еженедельно производиться отбор проб и визуальный контроль за содержанием в масле механических примесей и воды, контроль осуществляет персонал цеха, эксплуатирующего оборудование. При обнаружении во время визуального контроля в пробе масла воды, шлама или механических примесей, осадков, потери прозрачности (помутнении) и изменении цвета (потемнении) должны проводиться внеочередные анализы на соответствие требованиям таблицы 6.5 (показатели 1-6), а также очистка или замена штатных фильтров.

6.9 Требования, предъявляемые к индустриальным, компрессорным, гидравлическим, моторным маслам и пластичным смазкам

6.9.1 Контроль качества при приеме

6.9.1.1 Все масла (компрессорные, индустриальные, гидравлические, моторные и др.) и пластичные смазки, принимаемые на АС от поставщиков, должны иметь паспорта (спецификации соответствия для импортных масел и смазок) качества и паспорта безопасности от изготовителя, определяющих технические требования к качеству масла или смазки при их производстве изготовителем, а также их гигиенические характеристики согласно ТР ТС 030/2012 [74] и инструкции [9] (см. 6.2.1).

6.9.1.2 Комплектность предоставляемой документации должна быть определена утвержденным в установленном порядке техническим заданием на поставку масла или смазки при формировании конкурсной заявки (ТР ТС 030/2012 [74]).

6.9.1.3 Информация о рекомендуемом ассортименте масел и смазок, их качестве должна содержаться в инструкциях (руководствах) по эксплуатации энергетического оборудования.

6.9.1.4 Транспортные емкости для одной партии товарного масла должны сопровождаться общим комплектом сопроводительной документации и иметь одинаковую маркировку, и соответствовать требованиям ТР ТС 030/2012 [74], ГОСТ 1510, ГОСТ 31340.

6.9.1.5 Все масла должны быть подвергнуты лабораторному анализу в целях определения их соответствия требованиям нормативной документации (спецификации соответствия, международным или национальным стандартам, техническим условиям, стандартам организаций).

6.9.1.6 Контроль качества пластичных смазок выполняется в случае необходимости по решению технического руководителя АС в аккредитованных лабораториях специализированных организаций.

6.9.1.7 Перед отбором пробы проводят внешний осмотр транспортных емкостей и проверку комплектности сопроводительной документации в соответствии с 6.9.1.1 и 6.9.1.2.

6.9.1.8. Анализ индустриального, компрессорного, гидравлического и моторного масла предусматривает определение следующих показателей качества:

6.9.1.8.1 Показатели качества, определяемые до слива масла из транспортной емкости:

- внешний вид;
- кинематическая вязкость;
- температура вспышки в открытом или закрытом тигле;
- кислотное или щелочное число (при наличии требования в документации изготовителя масла);
- содержание воды;
- плотность (при наличии требования в документации изготовителя масла или для проведения учета количества масла);
- содержание механических примесей или класс промышленной чистоты.

6.9.1.8.2 Показатели качества, которые могут определяться дополнительно по решению технического руководителя АС, приводятся в нормативной документации изготовителя масла (спецификации соответствия, международного или национального стандарта, технических условий, стандарта организаций).

6.9.1.9 При необходимости контроля качества перечень показателей качества пластичных смазок определяется требованиями стандарта, спецификации

соответствия или технических условий, в соответствии с которым смазки производятся изготовителем.

6.9.1.10 В случае несоответствия качества масел требованиям нормативной документации изготовителя масел, применение этих масел в оборудовании не допускается. При поступлении некондиционного масла или смазки на АС они должны быть возвращены поставщику масла. Порядок действия с некондиционными маслами или смазками определяется РД ЭО 1.1.2.01.0930.

6.9.2 Контроль качества масла и смазок при хранении

Качество, находящихся на хранении свежих промышленных, компрессорных, гидравлических, моторных и других типов масел, а также пластичных смазок, должно соответствовать требованиям нормативных документов изготовителей (спецификации или соответствующего стандарта или технических условий).

Контроль качества свежих промышленных, гидравлических, компрессорных, моторных и других типов масел, а также пластичных смазок, при хранении не регламентируется.

Контроль качества при хранении осуществляют, если есть соответствующие указания в документации изготовителей оборудования, масел и смазок. В случае отсутствия соответствующих требований и хранения масел или смазок в таре изготовителя в период гарантийного срока хранения отбор проб и контроль качества может не проводиться.

При организации контроля качества масел при хранении, по решению технического руководителя АС, рекомендуется определять показатели качества, определяемые при входном контроле в соответствии 6.9.1.8 с периодичностью не реже 1 раза в 4 года.

6.9.3 Контроль качества масел при заливке в оборудование

Объем испытаний и нормативные значения показателей качества масел, заливаемых в насосное, компрессорное и другое оборудование АС, а также пластичных смазок, определяется требованиями документов изготовителей оборудования и проектной документации. Если нет соответствующих указаний в

инструкциях изготовителя или проектной документации, то по решению технического руководителя АС рекомендуется выполнить анализ, в объем которого входит определение показателей масел:

- внешний вид;
- кинематическая вязкость;
- содержание механических примесей или класс промышленной чистоты;
- содержание шлама (общее, качественное определение, только для эксплуатационных масел);
- содержание воды.

Качество масла и пластичных смазок должно соответствовать требованиям, приведенным в инструкциях изготовителей оборудования, документации изготовителей масел и смазок (спецификации или соответствующего стандарта или технических условий).

6.9.4 Контроль качества масла при эксплуатации в оборудовании

6.9.4.1 Объем и периодичность испытаний, а также нормативные значения показателей качества промышленных, компрессорных, гидравлических, моторных и других типов масел, а также пластичных смазок, эксплуатируемых в различном энергетическом оборудовании АС, определяются требованиями документов изготовителей оборудования и проектной документации, если не предусмотрено иного, контроль масел по решению технического руководителя АС рекомендуется выполнять в соответствии с 6.9.3.

Контроль качества масел в оборудовании осуществляется в регламентированные сроки в зависимости от продолжительности работы оборудования, в соответствии с требованиями руководств по эксплуатации изготовителя. Дополнительно возможно определение класса промышленной чистоты (не более 14) и температуры вспышки на соответствие требованиям документов изготовителя оборудования, для принятия решения о необходимости очистки или замены масла.

Наиболее отрицательное воздействие по снижению надежности работы оборудования оказывает образование в масле шлама и значительное загрязнение его водой и механическими примесями.

6.9.5 Нормы и требования по хранению

На каждой АС должен храниться постоянный запас индустриальных, компрессорных, гидравлических, моторных и других типов масел, а также пластичных смазок масел, для оборудования не менее 45-дневной потребности.

Масла различных марок рекомендуется хранить и использовать отдельно, без смешения, в соответствии с их областью применения.

Температурный режим хранения масла должен обеспечивать возможность его использования в любое время года, но не превышать температуры 35 °С.

Хранение масел в таре (200 л бочки, канистры и др.) рекомендуется в помещениях, исключающих загрязнение тары и попадание на тару осадков.

6.9.6 Подготовка масел к заливу в оборудование

Основные правила подготовки и залива индустриальных, компрессорных, гидравлических, моторных и других типов масел, а также применения пластичных смазок, приведены в инструкциях изготовителей энергетического оборудования.

Долив масла или добавка пластичной смазки в оборудование должны осуществляться чистым свежим маслом или смазкой той же марки, что уже эксплуатируется в оборудовании, если в инструкциях изготовителей энергетического оборудования не предусмотрено иного.

6.9.7 Эксплуатация и техническое обслуживание масел и смазок

Эксплуатация и техническое обслуживание индустриальных, компрессорных, гидравлических, моторных и других типов масел, а также пластичных смазок, осуществляется в соответствии с требованиями инструкций изготовителей энергетического оборудования в регламентированные сроки.

Основными способами сохранения эксплуатационных свойств масла являются:

– эффективное охлаждение масла, если это предусмотрено конструкцией энергетического оборудования;

- эффективная очистка или регенерация масла непосредственно в эксплуатируемом оборудовании и/или при проведении ремонтов оборудования;
- применение специальных, воздушных фильтров на «дыхательных» линиях маслобаков или герметизация оборудования и маслосистем;
- промывка (подготовка) маслосистем оборудования перед заливом масла.

Эффективное охлаждение масла является важным способом увеличения срока службы масел. Повышение температуры масла на 10 °С, при прочих равных условиях эксплуатации масла, сокращает срок его службы примерно в 2 раза.

Свежие масла, поступившие на АС от поставщиков в транспортных емкостях, а также масла, находящиеся на хранении, могут содержать загрязнения в количестве, превышающем норму. Масла, содержащие загрязнения, обладают недостаточно высокими эксплуатационными характеристиками. Это вызывает необходимость в проведении специальных мероприятий по очистке свежих и эксплуатационных масел. Основная цель очистки – обеспечить необходимые эксплуатационные характеристики в соответствии с требованиями инструкций изготовителей энергетического оборудования.

Для очистки масел применяются различные физические и физико-химические методы удаления из них всех типов загрязнения (механические примеси, растворенная и дисперсная вода, шлам, растворенные газы и др.). Для очистки промышленных, компрессорных, гидравлических, моторных и других типов масел необходимо удалить из них механические примеси и воду. Рекомендации по очистке масел в соответствии [29].

7 Огнестойкие турбинные масла

7.1 Краткая характеристика огнестойких масел

7.1.1 Синтетические огнестойкие турбинные масла (огнестойкие гидравлические жидкости) предназначены для применения в системах смазки подшипников и в системах регулирования турбоагрегатов, а также маслосистемах ГЦН и насосного оборудования, взамен опасных в пожарном отношении горючих нефтяных турбинных масел.

7.1.2 Огнестойкие турбинные масла (ОМ) типа ОМТИ представляют собой смесь триксиленилфосфатов (трис(диметилфенил)фосфатов).

По большинству своих эксплуатационных и физико-химических показателей ОМ соответствует требованиям, предъявляемым к минеральным турбинным маслам.

7.1.3 Для долговременной и надежной работы оборудования ОМ должны обладать определенными эксплуатационными свойствами такими как:

- необходимыми вязкостно-температурными свойствами для обеспечения эффективного уменьшения трения;
- хорошими огнестойкими свойствами;
- высокой устойчивостью против старения для обеспечения продолжительного срока службы;
- хорошими антикоррозионными свойствами для защиты металлических поверхностей от коррозии;
- достаточными водоотделяющими свойствами;
- необходимыми гигиеническими свойствами.

П р и м е ч а н и е – Показатели качества, характеризующие эти свойства приведены в таблицах 7.1 и 7.2.

7.1.4 К эксплуатации на АС допускаются ОМ следующих марок, разрешенные техническими условиями производителя оборудования:

- Fyrquel L (Файркуэл Л);
- ОМТИ;
- Reolube – ОМТИ (Реолюб ОМТИ).

П р и м е ч а н и е – Требования к комплектности технической документации при приеме ОМ от поставщиков приводятся в 6.2.1.

7.1.5 Требования к качеству свежего ОМ марки Fyrquel L (Файркуэл Л) должны соответствовать требованиям изготовителя, которые приводятся в таблице 7.1.

Т а б л и ц а 7 . 1 – Нормативные требования к товарным и свежим огнестойким маслам типа Fyrquel L (Файркуэл Л)

Наименование показателей	Значение показателя по спецификации изготовителя	Методы испытаний	
		по ГОСТ и МИ	по спецификации изготовителя
1 Внешний вид	Прозрачная жидкость, без осадков и видимых частиц загрязнений	В.1 (Приложение В)	ASTM E284 [73]
2 Оптическая плотность, не более	0,500	ГОСТ 28582, В.2 (Приложение В)	ASTM D1209 [65]
3 Вязкость кинематическая при 50 °С, мм ² /с, не менее	23,0	ГОСТ 33	ASTM D445 [66]
4 Плотность при 20 °С, кг/м ³	1130-1150	ГОСТ 3900	ASTM D1298 [67]
5 Температура вспышки в открытом тигле, °С, не менее	240	ГОСТ 4333	ASTM D92 [68]
6 Кислотное число, мг КОН на 1 г продукта, не более	0,04	ГОСТ 11362, [30]	ASTM D974 [69]
7 Реакция водной вытяжки из продукта, рН	6,0-8,0	ГОСТ 6307, [31]	Метод ICL-IP
8 Класс промышленной чистоты, не более	11	ГОСТ 17216, (прил. А, В и Г), ГОСТ ИСО 4407	ISO 11500
9 Время деаэрации, с, не более	120	[27]	ASTM D3472 [70]
10 Содержание воды, % массы, не более	Отсутствие (менее 0,1%)	ГОСТ 2477, (ГОСТ Р 54281, ГОСТ 24614)	ASTM D95 [71], ASTM E203 [72]

7.1.6 Требования к качеству свежего ОМ ОМТИ и Reolube – ОМТИ (Реолуб ОМТИ) должны соответствовать требованиям изготовителя, которые приводятся в таблице 7.2.

Т а б л и ц а 7.2 – Нормативные требования к товарным и свежим огнестойким маслам ОМТИ и Reolube – ОМТИ (Реолуб ОМТИ)

Наименование показателей	Значение показателя по спецификациям изготовителя	Методы испытаний
1 Внешний вид	Прозрачная жидкость, без осадков и видимых частиц загрязнений	В.1 (Приложение В)
2 Оптическая плотность, не более	0,500	В.2 (Приложение В)
3 Вязкость кинематическая при 50 °С, мм ² /с, не менее	23,0	ГОСТ 33
4 Плотность при 20 °С, кг/м ³	1128-1155	ГОСТ 3900
5 Температура вспышки в открытом тигле, °С, не менее	240	ГОСТ 4333
6 Кислотное число, мг КОН на 1 г продукта, не более	0,04	[30]
7 Реакция водной вытяжки из продукта, рН	5,6-8,0	[31]
8 Класс промышленной чистоты, не более	11	ГОСТ 17216, (приложения А, В и Г), ГОСТ ИСО 4407
9 Время деаэрации, с, не более	120	[27]
10 Содержание воды	Отсутствие (менее 0,1%)	ГОСТ 2477, (ГОСТ Р 54281, ГОСТ 24614)

7.1.7 ОМ не должны содержать диспергированной воды (приложение В), температура застывания масла не нормируется, но должна быть не более минус 17 °С.

7.1.8 В отличие от нефтяных турбинных масел ОМ имеют значительно более высокие температуры самовоспламенения в воздухе (в интервале от 730 °С до 740 °С против 370 °С) и вспышки (не менее 240 °С против 186 °С).

7.1.9 К огнестойким свойствам ОМ относятся способность тушения возникшего пламени газообразными продуктами его термораспада и нераспространения пламени по струе масла.

ОМ относятся к классу взрывобезопасных веществ. В аварийной ситуации при попадании больших количеств масла на горячие поверхности энергетического оборудования происходит сильное дымление, вызванное образованием продуктов его термического разложения.

7.1.10 Температура ОМ в процессе эксплуатации не должна превышать 85 °С (СТО 70238424.27.100.053), так как при длительном воздействии более высоких температур (150 °С и выше) начинается частичный распад ОМ с образованием продуктов полимеризации. Последние представляют собой твердые частицы, попадание которых в систему регулирования может вызывать явления нечувствительности. Поэтому маслопроводы с ОМ следует располагать не ближе 100 мм от теплоизоляции горячих поверхностей.

7.1.11 Плотность ОМ от 30 до 35% больше, чем у нефтяного турбинного масла, поэтому давления, развиваемые центробежными маслососами в случае применения ОМ, также должны быть выше. То же относится и к давлениям, обусловленным гравитацией.

7.1.12 По степени опасности (токсичности) ОМ относятся к 3 классу опасности (ГОСТ 12.1.007, умеренно опасные).

Предельно допустимая концентрация (ПДК) в воздухе рабочей зоны для ОМ равна 1,5 мг/м³ [требования ГН 2.2.5.1313 к ПДК р.з. для трис(диметилфенил)фосфатов].

7.1.13 Предельно допустимая концентрация ОМ в открытом водоеме по органолептическим признакам составляет 0,05 мг/дм³ [42]. Допустимая концентрация ОМ для рыбохозяйственных водоемов составляет 0,001 мг/дм³ [43].

Контроль содержания масел типа ОМ в сточных водах следует выполнять один раз в год и/или в случаях предполагаемого сброса замасленных вод на очистные сооружения АС [32].

7.1.14 Рекомендуется ОМ различных марок использовать без смешения друг с другом. Отработанные ОМ необходимо собирать в отдельные баки или бочки, исключая смешение с нефтяными маслами и другими нефтепродуктами.

7.1.15 Основными факторами старения (деградации) ОМ являются загрязнение водой, приводящее к гидролизу, воздействие высоких температур, приводящее к термическому разложению, загрязнение различными металлами, приводящее к образованию осадков и катализирующих термическое окисление, и собственно термическое окисление. Методики контроля качества масла приведены в приложении Л.

7.2 Требования к оборудованию и материалам

7.2.1 К маслосистемам, работающим на ОМ, также, как и к системам, работающим на нефтяных турбинных маслах, предъявляются повышенные требования в отношении плотности фланцевых соединений арматуры.

7.2.2 Все коммуникации огнестойкого масла должны иметь отличительную окраску коричневого цвета, в соответствии с указаниями ГОСТ 14202. В случае изготовления маслопроводов из нержавеющей стали, последние окраске не подлежат.

7.2.3 Все полости, в которых возможно выделение и накопление масляных паров и газов (маслобаки, картера подшипников, сливные маслопроводы и др.) должны иметь принудительную вытяжную вентиляцию для предотвращения выброса аэрозолей в помещения турбинного цеха. Понижение давления при этом должно составлять от 200 до 400 Па (20-40 мм. вод. ст.), т.к. при большем разрежении увеличиваются потери масла и занос системы механическими примесями, содержащимися в воздухе машинного зала, а при меньшем – возможно попадание аэрозолей ОМ в помещение. Перед эксгаустером должен быть установлен каплемаслоуловитель. Выхлоп после эксгаустера должен быть выведен на 1м выше крыши машинного зала и не объединен с выхлопами других эксгаустеров. Все дренажи ОМ и сконденсированного водяного пара из элементов системы вентиляции (каплемаслоуловитель, выхлопная труба, коммуникации и др.) запрещается возвращать в основной контур циркуляции ОМ без очистки.

7.2.4 ОМ требует применения стойких по отношению к нему прокладочных и изоляционных материалов и лаков. На конструкционные материалы из стали и баббита ОМ воздействия не оказывает.

Рекомендации по применению различных конструкционных материалов при использовании в качестве рабочих жидкостей ОМ должны содержаться в технической документации изготовителей ОМ, а также руководств по эксплуатации изготовителей турбоагрегатов.

7.2.5 В качестве фильтрующего элемента рамочных сетчатых фильтров используется сетка типа П-0.25 по ТУ 14-4-1561-89 [15] с квадратными ячейками, изготовленная из стальной саржевой проволоки (стали марки Х18Н9Т или Х18Н10Т).

Для прокладок следует использовать: прессшпан марки МВ по ГОСТ 2824, электрокартон, картон прокладочный по ГОСТ 9347. Толщина прокладки должна быть:

- не более 0,4 мм для маслопроводов, работающих при высоком давлении системы регулирования и гидростатического подъема роторов;
- не более 0,7 мм – для маслопроводов системы смазывания;
- не более 1,5мм – для сливных маслопроводов.

Прокладки перед установкой следует смазывать с обеих сторон шеллаком, клеем Эластосил 137-83 по ТУ 6-02-1237-83 [16] или другим уплотнителем, проверенным на стойкость к воздействию ОМ.

Запрещено применение эластичного не вулканизированного бензомаслостойкого паронита марки ПМБ по ГОСТ 481 и бакелитового лака. Допустимо применение паронита с фторопластовой пропиткой марки ВП-1 по ТУ 38.1143 [17]. Применение других прокладочных материалов должно быть согласовано с изготовителями оборудования.

7.2.6 Для предотвращения попадания масла в воду при разрыве трубок маслоохладителей в одноконтурной схеме охлаждения необходимо обеспечить режим ее работы таковым, чтобы давление охлаждающей воды превышало давление

масла, но не более чем на величину от 0,05 до 0,1 МПа, или должна быть выполнена двухконтурная замкнутая схема охлаждения.

7.2.7 Поскольку плотность ОМ выше, чем у воды, небольшие количества воды (до 0,7% массы) из масла удаляют «выпарением», путем кратковременного повышения температуры масла за маслоохладителями до 60 °С в автономных системах регулирования, и на величину от 50 °С до 55 °С в системах смазки и централизованного маслоснабжения, с включением резервного вентилятора (экспаустера).

7.2.8 Для обеспечения нормальной эксплуатации турбинного оборудования с ОМ в его маслосистемах в машинном зале должно быть установлено специальное оборудование в соответствии с проектными решениями. Рекомендуется для повышения надежности эксплуатации и обеспечения гигиенических и экологических требований при проведении работ с ОМ следующее специальное оборудование:

- доливочные баки (БДР и БДС) для обеспечения эксплуатационных доливок масла в системы регулирования и смазки;

- бак для сбора дренажей ОМ из систем регулирования и смазки (БСДР и БСДС), содержимое которого необходимо периодически откачивать в аппаратную МХ для очистки, данный бак должен быть предназначен для сбора только ОМ без смешения с нефтяными маслами;

- бак для сбора замасленных вод (БЗВ), которые следует по мере накопления отправлять на сжигание или на смешение со сбросными водами станции перед отправкой на биологическую очистку;

- фильтры тонкой очистки (ФТО), предназначенный для очистки масла от механических примесей с номинальной тонкостью фильтрации от 6 до 15 мкм;

- дополнительное маслоочистительное оборудование (МОО), предназначенное для комплексной очистки ОМ от воды и механических примесей [29], при необходимости МОО для снижения кислотного числа ОМ во время проведения ремонта оборудования или эксплуатации (см. п. 7.7).

7.2.9 В соответствии с документами по проектированию противопожарной защиты [33] аварийный слив из маслосистем, работающих на ОМ, не предусматривается.

7.3 Требования к проведению монтажных и ремонтных работ

7.3.1 Трубопроводы ОМ перед монтажом очищают и консервируют так же, как и трубопроводы, работающие на нефтяном турбинном масле.

Для травления, обезжиривания и очистки применяют ортофосфорную кислоту или специальные составы на ее основе, продувку паром. Рекомендуется, после промывки и продувки паром, консервация трубопроводов путем нанесения тонкого слоя ОМ напылением или протаскиванием промасленных пыжей.

Особое внимание следует обратить на то, чтобы после завершения всех операций по подготовке маслопроводов в них не оставалось объемов, заполненных ортофосфорной кислотой или сконденсированной водой.

Наиболее эффективной технологией предмонтажной очистки маслопроводов является технология «чистого монтажа», предусматривающая поэлементную отмывку и продувку паром трубопроводов на монтажной площадке, последующий их монтаж с применением сварки аргоном.

Контроль сварных швов трубопроводов после монтажа обеспечивают методами в соответствии с нормативно-технической документацией, принятой для трубопроводов данного класса с использованием методов неразрушающего контроля.

7.3.2 После монтажа маслосистемы необходимо провести очистку трубопроводов с помощью промывочной порции ОМ. На время промывок должны быть включены в работу ФТО, фильтр-пресс, штатное МОО, а так же проводиться очистка сетчатых фильтров, установленных в баках соответствующих маслосистем (при перепаде давления на сетках от 150 до 200 мм). Для более быстрого удаления механических примесей рекомендуется:

– на рамочные сетчатые фильтры маслобака установить дополнительную полутомпаковую сетку № 004-0071 по ГОСТ 6613;

– в ФТО заменить фильтрующий элемент «фильтр-бельтинг» на сетку № 004-0071 по ГОСТ 6613.

Для повышения эффективности очистки допустима дополнительная установка ФТО и/или МОО (см. 7.2.8).

Промывку маслосистемы следует вести до достижения ОМ показателя КПЧ не более 11 класса.

После промывки системы, ОМ следует слить на МХ и провести очистку маслобака, снять дополнительную сетку № 004-0071 с рамочного фильтра и зарядить свежим фильтровальным материалом ФТО или заменить фильтровальные элементы.

Промывочную порцию масла в маслоаппаратной очищают от механических примесей, после чего она может быть использована для доливок в действующее оборудование или для промывки маслосистем последующих вводимых в эксплуатацию турбоагрегатов (заключение о возможности его использования выдает химическая лаборатория станции после испытания ОМ на соответствие требованиям таблицы 7.3).

Промывочная порция масла может быть также очищена от загрязнений путем прокачки ее в течение нескольких суток через ФТО или МОО, установленный на байпасной линии маслобака (заклучение о качестве очистки и разрешение на ее прекращение дает химический цех). В случае получения положительного заключения в систему, при необходимости, доливают до нормы свежее ОМ и полученную смесь используют в качестве рабочей жидкости при пуске в эксплуатацию данной маслосистемы.

Объем промывочной порции ОМ может составлять от 70% до 75% рабочего объема соответствующей маслосистемы.

7.3.3 Ремонтные работы необходимо вести специальным комплектом инструментов, предназначенным для работы с ОМ. Инструмент, отмытый от масла, должен храниться в металлическом ящике верстака.

7.3.4 Все контрольно-измерительные приборы, работающие на ОМ, проверяют, налаживают и поверяют в лаборатории КИП специально

проинструктированным персоналом. Все детали, узлы, а также приборы КИП и автоматики, передаваемые для ремонтных и наладочных работ в другие цеха или организации, должны быть отмыты от ОМ.

7.3.5 Перед проведением работ, связанных со сваркой или пайкой, необходимо отмыть от ОМ места, подвергаемые нагреву. Детали очищают от ОМ многократным промыванием либо в водном растворе тринатрийфосфата (от 5% до 15% массы) при температуре от 85 °С до 95 °С, либо в керосине или растворителе Нефрас С4 (небольшие детали). Категорически запрещено применение спирта.

7.3.6 Отдельные узлы оборудования разбирают на специальном противне, установленном рядом с разбираемым узлом. Узлы к месту разборки транспортируют с заглушенными фланцами или на специальных поддонах.

По окончании работы противень или поддон и другие приспособления должны быть вымыты и протерты ветошью.

В случае необходимости очистки маслоохладителей от шламовых и иных загрязнений необходимо провести демонтаж трубного пучка и провести его отмывку в специальной ванне (емкости) раствором тринатрийфосфата (концентрацией до 15%) с поверхностно-активным веществом при температуре 60-75 °С, после этого его необходимо промыть обессоленной водой или конденсатом и просушить продувкой воздухом. Возможно применение других методов и средств, применяемых для промывки маслоохладителей по решению технического руководителя АС.

7.3.7 Одновременно с пуском маслонасосов необходимо включить в работу эксгаустер. Эксгаустер может быть отключен не ранее, чем через 15 мин после остановки маслонасоса и только после этого можно вскрывать узлы маслосистемы. При аварийной обстановке работающего эксгаустера необходимо включить в работу резервный эксгаустер или открыть байпасную задвижку на турбоустановках, не оборудованных резервным эксгаустером.

7.3.8 В аварийных случаях, связанных с попаданием больших количеств ОМ на горячие поверхности, возникает сильное дымление и периодически возможны

кратковременные вспышки образующихся продуктов распада в виде коротких язычков пламени. Действие персонала в аварийной ситуации определены в 7.8.4.2.

Контроль содержания ОМ в воздухе рабочей зоны следует выполнять один раз три месяца и/или в случаях отказов в работе эксгаустеров, работы МОО, выброса паров масла по [34].

Предельно допустимая концентрация (ПДК р.з.) в воздухе рабочей зоны для ОМ составляет $1,5 \text{ мг/м}^3$ (ГН 2.2.5.1313).

7.4 Требования к приемке и хранению ОМ

7.4.1 На АС должно быть оборудовано масляное хозяйство (МХ), включающее в свой состав складское хозяйство и маслоаппаратную, предназначенные для приемки, хранения и очистки свежего, эксплуатационного и отработанного огнестойкого масла.

В зависимости от объемов масла, находящегося в эксплуатации на АС, в состав МХ могут входить открытый склад хранения масел (резервуарный парк), предназначенный для приемки и хранения эксплуатационных и отработанных масел, а также складское помещение, предназначенное для приемки и хранения масла, поставляемого в бочках.

Структурно аппаратная МХ должна быть выполнена в виде двух автономных контуров масла – «свежего» и «отработанного». Каждый контур должен включать в свой состав резервуары хранения, а также расходные баки, фильтры тонкой очистки (ФТО), универсальное МОО, перекачивающие насосы, объединенные маслопроводами в единую технологическую схему.

7.4.2 Изготовитель поставляет масло в бочках, возможна поставка в цистернах и в другой транспортной таре. Складирование, перемещение и транспортировка масел, поступающих в бочке-таре, должно осуществляться в соответствии с требованиями ГОСТ 1510.

Тару из-под ОМ (бочки, ведра, канистры) следует хранить в складском помещении при аппаратной. Использование тары из-под ОМ для других целей запрещается.

Перевозка ОМ в автоцистернах можно осуществлять без специального разрешения, но с обязательной проверкой технической исправности и

промышленной чистоты автоцистерны и с последующей тщательной зачисткой, включая пропаривание и дренаж конденсата (ГОСТ 1510).

7.4.3 В случаях поставки масла в цистернах, не оборудованных обогревом, на АС должны быть разработаны мероприятия по их предварительному разогреву, обеспечивающие слив ОМ в холодное время года при отрицательных температурах.

7.4.4 Партия ОМ, поступившая на АС, должна иметь документ паспорт качества (сертификат) изготовителя и паспорт безопасности химической продукции в соответствии с требованиями ТР ТС 030/2012 [74] (см. также 6.2.1). ОМ на АС должно быть подвергнуто лабораторному испытанию по следующим показателям качества: внешний вид; оптическая плотность (цвет); кинематическая вязкость при 50 °С; кислотное число; реакция водной вытяжки; класс промышленной чистоты; температура вспышки в открытом тигле; время деаэрации, содержание воды, плотность. Все показатели должны соответствовать требованиям, представленным в таблице 7.1 для ОМ Fyquel L (Файркуэл Л) и таблицы 7.2 для ОМ Reolube – ОМТИ (Реолюб ОМТИ).

Порядок действия с некондиционными ОМ определяется РД ЭО 1.1.2.01.0930.

Слив ОМ из транспортных емкостей без разрешения химической лаборатории АС не допускается.

7.4.5 ОМ хранят в баках МХ или в бочках в складском помещении.

Баки для хранения огнестойкого масла должны быть оборудованы люками для их зачистки и указателями уровня масла.

Трубопроводы, соединяющие аппаратную МХ с машинным залом АС, должны быть снабжены системой нагрева (паровым спутником или электронагревательным кабелем) для обеспечения перекачки ОМ в зимнее время. Система нагрева должна быть выполнена таким образом, чтобы температура ОМ в маслопроводе не превышала величины от 30 °С до 35 °С.

В случае хранения масла в баках, расположенных на открытом складе, следует иметь эксплуатационный запас масла в баках аппаратной МХ в объеме, обеспечивающем эксплуатационные доливы в холодное (зимнее) время года.

Учет поступления и расхода масла и тары из-под него ведут в отдельных журналах.

7.4.6 Ежегодные расчетные эксплуатационные долилки огнестойкого масла не должны превышать:

- в системы регулирования – 7% от их рабочего объема;
- в системы смазки – 12% от их рабочего объема;
- в централизованных маслосистемах – 12% от их рабочего объема.

7.4.7 Постоянный запас ОМ на АС должен быть не менее емкости одного бака системы регулирования и общего годового объема на долилки в системы смазки действующих турбоагрегатов и насосного оборудования (ГЦН), который должен быть рассчитан в соответствии с НР 1.2.4.05.999.0216.

Для АС с турбоагрегатами с объединенной системой регулирования и смазки запас ОМ должен быть не менее годовой потребности на долилки действующих турбоагрегатов и насосного оборудования, но не более 15% их вместимости.

7.4.8 При замене отработанного огнестойкого масла на свежее необходимый объем масла должен быть равным сумме объемов соответствующей маслосистемы и промывочной порции ОМ в объеме 75% от ее рабочего объема маслосистемы.

7.4.9 Гарантийный срок хранения ОМ составляет 60 мес. В процессе хранения необходимо проводить сокращенный анализ масла, включающий определение кислотного числа, содержания воды, водорастворимых кислот и механических примесей или класс промышленной чистоты – не реже 1 раза в год, а также перед его подачей в машинный зал, если после проведения последнего анализа прошло 6 и более месяцев. В соответствии с рекомендациями изготовителя ОМ по решению технического руководителя АС допускается не проводить отбор проб ОМ в период гарантийного срока хранения, если ОМ храниться в таре изготовителя.

На соответствие всем требованиям таблиц 7.1-7.3 рекомендуется проводить испытания ОМ находящегося на хранении не реже 1 раза в 4 года. Не допускается перекачка масла из аппаратной в машинный зал без разрешения химического цеха.

7.4.10. Все отработанное ОМ подлежит сбору, регенерации и повторному использованию или утилизации. Сбор осуществляют в специальные баки или

бочки, исключая смешение с нефтепродуктами. Утилизацию осуществляют путем сдачи отработанного ОМ, не смешанного с другими нефтепродуктами, в специализированные организации, имеющие соответствующие лицензии, или отправляют изготовителю ОМ. Способ утилизации определяется договором на поставку ОМ.

7.5 Требования к эксплуатации ОМ

7.5.1 Залив огнестойких турбинных масел в оборудование осуществляют только с разрешения химического цеха в соответствии с требованиями инструкций (руководств) по эксплуатации изготовителей оборудования.

Перед заполнением маслосистемы свежим ОМ необходимо отобрать пробу из емкости хранения и выполнить ее анализ. В объем анализа входит определение:

- кислотного числа;
- времени деэмульсации;
- содержания воды;
- класса промышленной чистоты;
- содержания водорастворимых кислот и щелочей;
- кинематической вязкости;
- температуры вспышки в открытом тигле.

Показатели качества пробы свежего ОМ должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 7.1 для масла Fyrquel L (Файркуэл Л) и таблицы 7.2 для масел ОМТИ и Reolube – ОМТИ (Реолуб ОМТИ), а по классу промышленной чистоты требованиям и времени деэмульсации, приведенным в таблице 7.3.

7.5.2 Показатели качества эксплуатационного ОМ, а также смеси эксплуатационного и свежего масла, заливаемого в турбоагрегаты после его очистки на МХ, должны удовлетворять требованиям таблицы 7.3.

В маслосистемы ГЦН необходимо заливать только свежие ОМ, отвечающие требованиям таблицы 7.1 для масла Fyrquel L (Файркуэл Л) и таблицы 7.2 для масел ОМТИ и Reolube – ОМТИ (Реолуб ОМТИ), а по классу промышленной чистоты требованиям и времени деэмульсации, приведенным в Таблице 7.3.

7.5.3 В процессе эксплуатации ОМ в турбоагрегатах подвергают ежедневному визуальному контролю и периодическому анализу.

Ежедневный визуальный контроль масла заключается в проверке его по внешнему виду на содержание воды, шлама и механических примесей, видимые загрязнения и осадки в масле должны отсутствовать.

Визуальный контроль ОМ из ГЦН и насосного оборудования выполняют не реже 1 раза в неделю.

Т а б л и ц а 7.3 – Нормативные требования, предъявляемые к эксплуатационному маслу ОМ, предназначенного для залива в маслосистемы турбинного оборудования для повторного использования

Наименование показателей	Значение показателей	Методы испытаний
1 Кислотное число, мг КОН/г, не более	0,2*	ГОСТ 11362, [30]
2 Содержание водорастворимых кислот, мг КОН/г, не более	0,15	[35]
3 Коррозия на стальных пластинах, г/м ² , не более	5,0	[26]
4 Содержание растворенного шлама,	Отсутствие	[36]
5 Содержание воды, % массы, не более	0,10 (0,05*)	ГОСТ Р 54281, ГОСТ 24614
6 Время деаэрации, с, не более	240	[27]
7 Время деэмульсации**, с, не более	300	ГОСТ 12068
8 Класс промышленной чистоты, не более: – для системы регулирования – для системы смазки и объединенных систем	9 10	ГОСТ 17216 (приложения А, В и Г ГОСТ 17216), ГОСТ ИСО 4407
9 Реакция (рН) водной вытяжки, не менее	4,5	ГОСТ 6307, [31]
* Рекомендуемое значение для повышения надежности эксплуатации, браковочной нормой не является.		
** Определение времени деэмульсации факультативно, определение обязательно, но браковочной нормой не является.		

При визуальном обнаружении в масле механических примесей, шлама или воды, помутнении или потемнении ОМ должен быть проведен его внеочередной анализ на соответствие требованиям таблицы 7.4 или 7.5. по следующим показателям:

– кислотное число;

- содержания воды;
- класс промышленной чистоты;
- содержание водорастворимых кислот и щелочей;
- содержание растворенного шлама.

Визуальный контроль выполняет персонал цеха, эксплуатирующего соответствующее оборудование. При необходимости проба передается в ХЛ или проводят повторный отбор пробы в присутствии персонала химической лаборатории.

7.5.4 После замены ОМ в период капитального ремонта оборудования целесообразно выполнить анализ ОМ в объеме требований таблицы 7.3 в пробе, отобранной через 72 ч непрерывной работы турбоагрегата. Результаты этих испытаний позволят оценить показатели качества масла в начальный период эксплуатации турбоагрегата.

7.5.5 Объем контроля качества ОМ находящегося в эксплуатации в турбоагрегатах, ГЦН и насосном оборудовании включает определение показателей, приведенных в таблице 7.4.

Показатели кислотное число масла, количественное содержание водорастворимых кислот, содержание воды, класс промышленной чистоты определяют со следующей периодичностью контроля:

- перед началом эксплуатации маслосистемы;
- не позже чем через 1 мес. после начала его эксплуатации в маслосистеме турбоагрегата или ГЦН;
- для масла с кислотным числом до 0,20 мг КОН/г – 1 раз в 2 мес.;
- при кислотном числе масла более 0,20 мг КОН/г – 1 раз в месяц.

Показатель время деэмульсации необходимо определять с периодичностью 1 раз в 3 мес. для ОМ в турбоагрегатах, а для ГЦН с периодичностью 1 раз в 2 мес.

Показатель время деаэрации ОМ необходимо определять с периодичностью 1 раз в 6 мес. для маслосистем турбоагрегатов, для ГЦН время деаэрации ОМ определяют, если данное требование регламентировано в инструкции (руководстве) по эксплуатации изготовителя оборудования.

Определение антикоррозионных свойств ОМ, находящихся в эксплуатации, следует начать выполнять количественным методом в следующих случаях:

- при кислотном числе более 0,20 мг КОН/г;
- при содержании водорастворимых кислот более 0,20 мг КОН/г;
- при существенном (более 0,1% массы) или длительном обводнении масла (более одних суток).

Последующие определения антикоррозионных свойств масел следует выполнять с интервалом в 6 мес.

По решению технического руководителя АС дополнительно к определению по [26] может быть определено коррозионное воздействие на пластинки из меди марки М1К или М2 по ГОСТ 2917 и межфазное натяжение масло-вода по ГОСТ Р 55413.

Определение кинематической вязкости и температуры вспышки в открытом тигле следует проводить один раз в год. При существенных изменениях указанных показателей следует принять меры по выявлению их причин, одновременно определить наличие изменений других показателей качества. Принять меры по устранению причин (если таковые определены) или рассмотреть вопрос о замене масла.

Определение содержания растворенного шлама необходимо начинать выполнять при кислотном числе ОМ более 0,20 мг КОН/г, далее проводить с периодичностью не реже 1 раза в месяц.

Определение рН водной вытяжки необходимо начинать выполнять при содержании водорастворимых кислот более 0,20 мг КОН/г, далее проводить с периодичностью не реже 1 раза в месяц.

В случае двухкратного увеличения массовой доли механических примесей при двух последовательных количественных определениях или класса промышленной чистоты более чем на 1 класс необходимо через 10 дней провести внеочередное количественное определение. Если и в этом случае отмечено увеличение массовой доли механических примесей или класса промышленной чистоты, следует провести анализ по методике [36]. Если массовая доля

растворенного шлама составит более 20% от общего количества содержащихся в масле загрязнений (механические примеси плюс растворенный шлам), необходимо определить в остатке содержание фосфора [37].

Содержание фосфора в остатке более 9% свидетельствует о том, что в системе имеются местные перегревы, приводящие к термораспаду и полимеризации образующихся продуктов старения масла. В этом случае следует без останова турбоагрегата тщательно осмотреть маслопроводы систем регулирования и смазки, устранить дефекты на участках трубопроводов, выполненных с нарушением требований к их трассировке, проверить чувствительность системы регулирования, автомата безопасности и регулятора скорости в соответствии с инструкциями (руководствами) по эксплуатации изготовителя турбины.

7.5.6 Эксплуатационное ОМ типа Furguel L (Файркуэл Л) должно удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 7.4.

7.5.7 Эксплуатационное ОМ типа ОМТИ и Reolube – ОМТИ (Реолуб ОМТИ) должно удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 7.4.

7.5.8 При превышении одного или нескольких показателей качества масла предельно-допустимых значений, указанных в таблицах 7.4 и невозможности восстановления его качества без останова турбоагрегата, ГЦН или насосного оборудования масло подлежит замене при первом же останове энергоблока.

Для очистки ОМ рекомендуются применять универсальное МОО для очистки от воды, механических примесей и масляного шлама с вакуумной осушкой [29].

7.5.9 Отбор проб масла из маслосистемы действующего турбоагрегата должен производиться по графику, утвержденному техническим руководителем АС.

7.5.10 Перед смешением свежего, находящегося на хранении на маслохозяйстве, и эксплуатационного ОМ необходимо провести лабораторные испытания в объеме сокращенного анализа по 7.4.9:

– для свежего масла – если со дня проведения последнего испытания прошло шесть и более месяцев;

– для эксплуатационного – если со дня проведения последнего испытания прошло четыре и более месяца.

Смешение масел Fyrquel L (Файркуэл Л) и Reolube – ОМТИ (Реолоб ОМТИ) не рекомендуется.

Если при испытании смеси хотя бы по одному из показателей получен результат худший, чем показатель отдельно взятого масла, то смешение таких масел не целесообразно. Такие масла должны быть использованы отдельно.

Т а б л и ц а 7.4 – Нормативные требования, предъявляемые к эксплуатационным огнестойким маслам

Наименование показателей	Значения показателей		Метод испытания
	ограничивающая область нормального состояния	предельно допустимое	
1 Кислотное число, мг КОН/г, не более: – для масел эксплуатируемых в системах регулирования – для масел эксплуатируемых в системах смазки	0,2 0,2	0,5 1,0*	[30]
2 Содержание ВРК, мг КОН/г, не более	0,2	0,4	[35]
3 Массовая доля воды, % массы, не более **	0,05***	0,10	ГОСТ Р 54281, ГОСТ 24614
4 Класс промышленной чистоты, не более: – для систем регулирования, не более; – для систем смазки, не более	– –	9 10	ГОСТ 17216 (приложение А, В и Г ГОСТ 17216), ГОСТ ИСО 4407
5 Реакция (рН) водной вытяжки, не менее	–	2,5	ГОСТ 6307, [31]
6 Коррозия на стальных пластинах, г/м ² , не более	10	15	[26]
7 Массовая доля растворенного шлама, %, не более	0,05	0,10	[36]
8 Изменение кинематической вязкости от исходного значения для масла перед его заливкой в маслосистему, %, не более	5	10	ГОСТ 33

Окончание таблицы 7.4

9 Изменение температуры вспышки в открытом тигле, °С, не более: – по сравнению с исходным значением перед заливкой масла в систему; – по сравнению с предыдущим определением	– –	15 10	ГОСТ 4333
10 Массовая доля механических примесей, %, не более****	–	0,005	ГОСТ 6370
11 Время деаэрации, с, не более	400	540	[27]
12 Время деэмульсации*****, с, не более	400	600	ГОСТ 12068
<p>* Для объединенных маслосистем турбоагрегата допускается эксплуатация ОМ с кислотным числом не более 1,0 мг КОН/г по решению технического руководителя АС при согласовании с изготовителем оборудования.</p> <p>** Содержание воды по ГОСТ 2477 – «отсутствие»</p> <p>*** Рекомендуемое значение для повышения надежности эксплуатации</p> <p>**** Определение проводят при увеличении значения показателя «класс промышленной чистоты» более чем на 1 класс, испытание проводят с растворителем – толуол, содержание менее 0,005 оценивают как «отсутствие».</p> <p>***** Показатель «время деэмульсации» нормируется только для масел, работающих в системах смазки турбоагрегатов и насосного оборудования.</p>			

7.5.11 Методы испытания показателей качества масла ОМ приведены в приложении В и библиографии настоящего РД.

7.5.12 Контроль класса промышленной чистоты масла на основе данных по гранулометрическому составу содержащихся в нем примесей проводят по п. 5 приложения В.

7.5.13 Не реже одного раза в три месяца необходимо проводить контроль воздушной среды в машинном зале и в аппаратной (в периоды ее эксплуатации), а также при отказах в работе эксгаустеров турбоагрегатов и при работе МОО на содержание в ней аэрозолей ОМ [34].

Результаты фиксируются в установленном на АС порядке.

7.5.14 Контроль содержания ОМ в сточных водах проводят в сроки и с периодичностью, установленными руководством АС, но не реже 1 раза в год или в случае аварийного выброса масла. Методика определения приведена в [32].

7.5.15 При эксплуатации системы регулирования турбины на ОМ должны быть соблюдены требования настоящего документа и соответствующих инструкций.

7.5.15.1 Порядок подготовки системы регулирования к эксплуатации на ОМ, включая и технологию проведения гидравлических испытаний, установлен инструкцией изготовителя.

7.5.15.2 Во время эксплуатации системы регулирования турбины в различных технологических режимах и при аварийном останове следует руководствоваться требованиями действующей инструкции по эксплуатации турбоагрегата, а также данными настоящего РД.

7.5.15.3 Рабочую температуру ОМ за маслоохладителями необходимо поддерживать не более 45 °С. В отдельных случаях допустимо ее кратковременное повышение, но не более, чем до 60 °С (например, для удаления воды).

7.5.15.4 При массовой доле водорастворимых кислот более 0,3 мг КОН на 1г масла необходимо 1 раз в месяц контролировать состояние рамных сетчатых фильтров, установленных в маслобаке, (если сетки выполнены не из нержавеющей стали), выполняя их визуальный осмотр. Повреждения, видимые очаги коррозии и осадки должны отсутствовать. При загрязнении сеток необходимо их сначала очистить (продуть), затем выполнить визуальный осмотр.

7.5.15.5 Задвижки на линии аварийного слива масла ОМ из бака системы регулирования в бак аварийного слива (в случае его наличия) должны быть закрыты и опломбированы. Во избежание потерь ОМ запрещается открывать эти задвижки во всех аварийных ситуациях, в том числе и при загорании около бака каких-либо горючих материалов.

7.5.15.6 Содержание воздуха в ОМ на выходе из чистого отсека МБР т.е. перед маслососами не должно превышать 1,5% (приложение Г), если иная норма не установлена изготовителем оборудования. Определение данного показателя проводят по решению технического руководителя АС в случае ухудшения режимов работы насосного оборудования или существенного изменения показателя «время деаэрации». Частично уменьшение времени деаэрации может быть достигнуто очисткой масла.

Деаэрация масла осуществляется с помощью расположенного в баке воздухоотделителя и эксгаустером.

7.5.15.7 Уровень масла в МБР должен соответствовать требованиям инструкции по эксплуатации турбины.

7.5.15.8 Долив ОМ в МРБ должен осуществляться свежими и эксплуатационными маслами, качество которых соответствует требованиям таблиц 7.1 или 7.2, 7.3 (см. 7.5.1).

7.5.16 При эксплуатации систем смазки турбоагрегатов и насосного оборудования (ГЦН) на ОМ должны быть соблюдены требования настоящего документа и соответствующих инструкций.

7.5.16.1 Порядок подготовки систем смазки турбоагрегатов, их питательных насосов (включая и системы регулирования последних) и ГЦН установлен инструкциями (руководствами по эксплуатации) изготовителей оборудования.

7.5.16.2 При эксплуатации систем смазки турбоагрегатов и насосного оборудования на ОМ – при пуске, нагружении, работе под нагрузкой, останове в штатном и аварийном режимах – следует руководствоваться требованиями действующих инструкций изготовителей турбоагрегатов и насосного оборудования (ГЦН), а также настоящего РД.

7.5.16.3 Давление масла в системе смазки – на уровне оси турбины – следует устанавливать в интервале от 0,12 до 0,14 МПа, если не указана иная величина в инструкции изготовителя турбоагрегата.

7.5.16.4 Температура масла за маслоохладителями должна быть не более 45 °С.

7.5.16.5 Температурные и вибрационные характеристики подшипников необходимо поддерживать в соответствии с требованиями действующих инструкций по эксплуатации турбоагрегатов и других нормативных документов.

Включение и отключение маслососов выполнять в соответствии с требованиями инструкции по пуску и обслуживанию турбины и с «Условиями управления турбины».

7.5.16.6 Содержание воздуха в ОМ на выходе из чистого отсека бака системы смазки, т.е. перед маслососами не должно превышать 1,5% (приложение Г) если

иная норма не установлена изготовителем оборудования. Определение данного показателя проводят по решению технического руководителя АС в случае ухудшения режимов работы насосного оборудования или существенного изменения показателя «время деаэрации». Частично уменьшение времени деаэрации может быть достигнуто очисткой масла.

Воздух удаляется из масла с помощью расположенного в грязном отсеке бака специального воздухоотделителя и эксгаустерами.

7.5.16.7 Уровень масла в баке должен соответствовать требованиям инструкции (руководства) по эксплуатации изготовителя турбины или ГЦН.

7.5.16.8 Для предотвращения попадания ОМ в сточные воды АС должно быть предусмотрено либо превышение давления воды над давлением масла в маслоохладителях, но не более чем на величину от 0,05 до 0,1 МПа, либо выполнение замкнутого контура охлаждения последних. При этом давление воды в замкнутом контуре охлаждения необходимо поддерживать ниже на величину от 30 до 50 кПа, чем давление ОМ и чем давление охлаждающей циркуляционной воды в водо-водяных охладителях. В замкнутом контуре охлаждения необходимо использовать конденсат или химически очищенную воду. Для улавливания ОМ в этом же контуре должны быть установлены ловушки ОМ, из которых масло следует откачивать в емкости для последующей очистки от воды и механических примесей. В случае, если его очистка или регенерация невозможны, масло следует из ловушек направлять на биологическую очистку полного профиля, при условии, что содержание ОМ в сточных водах не превысит 40 мг/дм³.

Для предотвращения попадания масла в охлаждающий контур (в случае если давление воды в маслоохладителях превышает давление масла) система охлаждения должна быть отключена только после отключения маслонасосов. При пуске необходимо сначала включить в работу систему охлаждения, а затем маслонасос.

7.5.16.9 При массовой доле водорастворимых кислот более 0,3 мг КОН на 1 г масла необходимо не реже одного раза в месяц контролировать состояние сеток в баке (если сетки выполнены не из нержавеющей стали), выполняя их визуальный осмотр. Повреждения, видимые очаги коррозии и осадки должны отсутствовать.

При загрязнении сеток необходимо их сначала очистить (продуть), затем выполнить визуальный осмотр.

7.5.16.10 Долив ОМ в МСБ должен осуществляться маслом, качество которых соответствует требованиям таблицы 7.3, по решению технического руководителя АС допускается долив ОМ, качество которого соответствует требованиям таблицы 7.4 (область нормального состояния масла).

7.5.16.11 Долив ОМ в ГЦН должен осуществляться маслом, качество которых соответствует требованиям таблицы 7.1 или 7.2 и п. 7.5.2.

7.5.17 Для очистки ОМ от механических примесей применяют:

– рамочные сетчатые фильтры грубой и тонкой очистки, установленные в баках маслосистем, оснащенные сетками из нержавеющей стали с ячейками (в свету) по 7.2.5;

– фильтры тонкой очистки и рамные фильтр-прессы. Фильтр-прессы могут быть заряжены фильтровальной картоном, синтетическими фильтровальными материалами инертными к воздействию ОМ. Фильтр-прессы могут быть заменены иными ФТО повышенной эффективности, предназначенными для очистки огнестойких турбинных масел, рекомендуемая номинальная тонкость фильтрации должно составлять от 6 до 15 мкм;

– центробежные сепараторы или МОО других видов (вакуумные установки), предназначенное для очистки огнестойких турбинных масел и имеющих необходимую эффективность действия (см. приложение Е). Центробежные сепараторы, предназначенные для работы в режиме «пурификации» (с непрерывной выгрузкой воды и осадков), должны быть настроены на режим очистки именно ОМ, т.к. плотность ОМ больше плотности воды.

Периодичность очистки фильтров устанавливают в соответствии с требованиями инструкций по их эксплуатации изготовителя МОО.

Очистку рамочных сетчатых фильтров проводят продувкой сжатым воздухом или, в случае сильного загрязнения, паром с последующей продувкой сжатым воздухом. Очистку сеток следует проводить в специально оборудованном коробе, обеспечивающем предохранение обслуживающего персонала от контакта с

аэрозолями масла. Короб должен иметь дренаж для слива масла. При наличии резервного комплекта рамочных сетчатых фильтров рекомендуется вести очистку этих фильтров в отдельном помещении или на специальной площадке, оборудованной вытяжкой вентиляцией.

7.5.18 Появление воды в ОМ может быть связано с неисправностью оборудования или неправильными действиями при эксплуатации систем.

7.5.18.1 Причиной появления воды в ОМ, работающем в автономной системе регулирования, является разуплотнение маслоохладителей.

При обнаружении воды необходимо отключить поврежденный маслоохладитель, затем удалить воду, кратковременно подняв температуру масла за маслоохладителем до значений от 55 °С до 60 °С, и включить в работу резервный эксгаустер. После снижения содержания воды в масле до величины не более 0,1% массы следует понизить температуру последнего до эксплуатационного уровня и отключить резервный эксгаустер.

7.5.18.2 В системах смазки основным источником поступления воды в масло служат уплотнения турбопитательных насосов в режимах пуска и останова турбины. Кроме того, могут иметь место разуплотнения маслоохладителей, перепуск пара через каминные уплотнения (в режимах пуска и останова турбины), а также конструктивное несовершенство уплотнений бустерных насосов. При содержании воды до одного процента ее удаление из масла можно осуществлять тем же способом, что и из системы регулирования. При этом необходимо следить за тем, чтобы увеличение температуры масла за маслоохладителями не привело к ее увеличению на сливе с подшипников более 80 °С.

7.5.18.3 Для удаления из системы смазки больших количеств воды необходимо оборудовать ее главный бак сливной воронкой или поплавковым сливом, отслеживающим уровень на разделе фаз «вода-масло». Эти устройства предназначены для слива воды, собирающейся над уровнем масла, а также для подачи обводненного масла на очистку в МОО.

7.5.18.4 Воду, отделенную от ОМ, собирают в бак сбора замасленных вод (БЗВ), а затем направляют на биологическую очистку, предварительно доведя концентрацию ОМ в воде до величины, не превышающей 40 мг/дм³.

7.5.18.5 Для очистки от воды рекомендуется применять универсальные маслоочистительные установки с вакуумной осушкой [29], предназначенные для очистки ОМ, использующие уплотнительные и конструкционные материалы, инертные к воздействию ОМ. Вакуумная осушка позволяет удалять как свободную, так и связанную влагу из ОМ. Информация о применении уплотнительных и конструкционных материалов, инертных к воздействию ОМ, должна содержаться в паспортах и инструкциях (руководствах) по эксплуатации изготовителей МОО.

7.6 Требования к отмывке маслопроводов

7.6.1 В период капитального ремонта (в случае необходимости) или при замене отработанного масла на свежее проводят промывку маслопроводов ОМ гидродинамическими способами. Выбор конкретной технологии определяет производитель работ по согласованию с техническим руководителем АС. Составление схемы промывки и технологию очистки для каждого турбоагрегата или насосного оборудования (ГЦН) осуществляют в соответствии с указаниями соответствующих инструкций по их проведению. При этом длительность непрерывной прокачки масла по каждому из контуров зависит от толщины слоя отложения на поверхностях маслопроводов. Во время прокачки температура промывочного масла (на первом этапе очистки), подлежащего замене, следует поддерживать на уровне от 70 °С до 75 °С. В качестве промывочного масла рекомендуется применять эксплуатационные масла, отвечающие требованиям таблицы 7.3.

Одновременно необходимо проводить очистку сеток маслобака при перепаде уровней между грязным и чистым отсеками свыше 250 мм.

Рекомендуется применять дополнительное МОО для очистки промывочного масла от загрязнений.

7.7 Сбор, хранение, регенерация или утилизация ОМ

7.7.1 Огнестойкие турбинные масла при достижении предельно-допустимых

значений показателей качества слитые из оборудования, должны быть отправлены изготовителю для восстановления качества или утилизированы в установленном порядке, предусмотренным договором на поставку.

Сбор отработанных ОМ, протечек и дренажей необходимо осуществлять без смешения с другими нефтепродуктами в специально предназначенные для этих целей емкости (маслобаки, бочки).

7.7.2 Емкости для сбора ОМ должны иметь специальную маркировку, запрещающую слив в них нефтяных масел или других нефтепродуктов.

7.7.3 Отработанные ОМ должны быть регенерированы для повторного применения или направлены на утилизацию в установленные нормативной документацией сроки.

7.7.4 Отработанные пробы ОМ после выполнения лабораторных испытаний собираются в отдельную емкость. Возможен совместный сбор отработанных проб ОМ и нефтяных масел и последующий их сбор и хранение в специальной емкости, в которую осуществляют сбор отработанных нефтепродуктов группы СНО по ГОСТ 21046.

7.7.5 Регенерация эксплуатационного ОМ включает операции по очистке масла от воды, механических примесей, растворенного шлама, а также удаление из масла кислых продуктов старения, продуктов их конденсации и полимеризации, продуктов разложения и деструкции ОМ.

Регенерация ОМ в условиях АС проводится способами, одобренными АО «Концерн Росэнергоатом».

Регенерацию отработанных или эксплуатационных ОМ рекомендуется осуществлять на МХ или во время ремонта оборудования до соответствия требованиям таблицы 7.3.

Эффективность действия различного МОО для регенерации ОМ можно проверить в соответствии с требованиями приложения Е.

7.7.6 Регенерация ОМ на работающем оборудовании выполняется по решению технического руководителя АС при согласовании с изготовителем оборудования и ОМ.

7.8 Требования техники безопасности и правила личной гигиены при работе с маслом ОМ

7.8.1 К работе с ОМ допускаются лица не моложе 18 лет, изучившие рабочую инструкцию по эксплуатации ОМ на АС, прошедшие предварительный медицинский осмотр, предусмотренный для работников турбинного цеха АС, и имеющие необходимый комплект спецодежды.

Персонал, работающий с ОМ, по санитарной характеристике производственного процесса относят к той же группе, что и персонал, работающий с нефтяными турбинными маслами.

7.8.2 Производственные и бытовые помещения должны удовлетворять следующим требованиям:

7.8.2.1 Помещение аппаратной огнестойкого масла должно иметь:

- четырех-пяти кратную общеобменную вентиляцию;
- полы, выложенные метлахской плиткой или выполненные из шлифованного бетона, имеющие уклон в сторону дренажного канала, по которому смывы с полов собираются в бак сбора замасленных вод (БЗВ), расположенный ниже уровня пола аппаратной;
- стены, окрашенные масляной краской;
- умывальники с горячей и холодной водой.

Если аппаратная расположена в турбинном цехе или примыкает к нему, то на АС может быть оборудован один блок бытовых помещений, в качестве которых могут быть использованы общестанционные бытовые помещения, предназначенные для персонала, работающего в турбинном цехе.

7.8.2.2 Полы в зоне установки маслобаков, МОО и другого технологического оборудования должны быть выполнены из шлифованного бетона с отбортовкой и иметь сток в БЗВ для удаления воды при мытье полов из шлангов. Здесь же должен быть оборудован умывальник с холодной и горячей водой.

7.8.2.3 В турбинном цехе и в аппаратной должны находиться ящики для ветоши, загрязненной ОМ. Отработанную ветошь необходимо утилизировать.

7.8.2.4 Для отмывки деталей от ОМ следует применять 5-15%-ный раствор тринатрийфосфата, керосин или растворитель Нефрас С4. Категорически запрещено применение спирта.

7.8.2.5 Санитарно-бытовые помещения для ремонтного персонала, работающего как с ОМ, так и с нефтяными турбинными маслами, должны быть оборудованы в соответствии с требованиями санитарных норм для проектирования СНиП 2.09.04.

7.8.2.6 На АС не реже одного раза в три месяца должен проводиться контроль воздушной среды в аппаратной и машинном зале с целью определения содержания в ней ОМ по методике, приведенной в [34].

7.8.2.7 Следует еженедельно протирать моющими растворами поручни, штурвалы задвижек, маховики узлов, а также площадки обслуживания, находящихся в зоне маслосистем, работающих на ОМ.

7.8.3 При работе с ОМ необходимо соблюдать правила личной гигиены.

7.8.3.1 Инструктаж по технике безопасности и производственной санитарии необходимо проводить при приеме на работу и периодически (не реже одного раза в три месяца с обязательным фиксированием зачета в журнале). Внеочередной инструктаж проводят при нарушении правил личной гигиены при работе с ОМ. Персонал, не обслуживающий непосредственно маслосистему с ОМ, но постоянно находящийся в машинном зале, должен быть проинструктирован в объеме настоящего раздела.

7.8.3.2 На участках хранения и эксплуатации масла должны быть вывешены памятки о правилах работы, устранения аварий, уборки пролитого ОМ и мерах гигиены.

7.8.3.3 В бытовом помещении каждый работающий должен быть обеспечен шкафчиками для отдельного хранения рабочей и домашней одежды.

7.8.3.4 Перед началом смены все работающие обязаны надеть спецодежду. При попадании значительных количеств ОМ на спецодежду ее необходимо заменить на чистую, предварительно вымывшись в душе с мылом.

7.8.3.5 По окончании работы с ОМ необходимо вымыть руки горячей водой с мылом. Моющие средства и щетки для рук должны быть около умывальников, расположенных на площадках обслуживания.

7.8.3.6 Перед приемом пищи и курением следует тщательно вымыть руки.

7.8.3.7 По окончании смены необходимо снять и убрать спецодежду и принять душ.

7.8.3.8 Указанный режим распространяется на лица, непосредственно занятых работами с ОМ (мастеров и слесарей во время ремонтных и наладочных работ, обходчиков и машинистов турбин в период эксплуатации оборудования). Этот же режим распространяется на работников наладочных организаций, не имеющих постоянного контакта с маслом ОМ по месту своей основной работы.

7.8.4 Применение спецодежды при работе с ОМ должно сопровождаться выполнением указанных ниже требований.

7.8.4.1 Вахтенный и ремонтный персонал, занятый работами с ОМ, должен иметь рабочую спецодежду: комбинезон или брюки и куртки из хлопчатобумажной ткани, и кожаную обувь (ботинки). При разборке отдельных сильно замасленных узлов целесообразно работать в фартуках из текстолита.

7.8.4.2 На рабочих местах вахтенного персонала должны находиться фильтрующие промышленные противогазы марки БКФ по ГОСТ 12.4.122.

Члены ремонтной бригады должны быть обеспечены противогазами БКФ для работы в аварийных ситуациях, связанных с попаданием огнестойкого масла на горячие поверхности оборудования и сопровождаемых интенсивным дымлением. Дым серого цвета, образующийся при термораспаде ОМ, включает двуокись углерода, пары воды и пятиокись фосфора, при этом содержание последний не превышает 5,2% от общей массы образующихся продуктов. В состав дыма могут входить аэрозоли продуктов термического разложения ОМ.

В некоторых случаях, кроме дымления, может произойти реакция взаимодействия ОМ с материалом тепловой изоляции паропроводов (в случае отсутствия на них металлического кожуха), сопровождающаяся покраснением и свечением последней. Не следует нарушать такую изоляцию до полного

прекращения дымления, поскольку при ее разрушении вследствие контакта продуктов распада масла, просачивающегося сквозь теплоизоляцию, с кислородом воздуха могут происходить небольшие вспышки. При обильном дымлении необходимо активно вентилировать помещения машинного зала и сократить до минимума число людей, ведущих работы в этой зоне, поскольку воздействие продуктов термораспада ОМ подобно воздействию СО и СО₂ (головная боль, общая слабость, головокружения, усиленное сердцебиение, тошнота, рвота). Пострадавшего следует немедленно удалить из задымленной зоны, расстегнуть одежду, стесняющую дыхание, обеспечить приток свежего воздуха, дать понюхать нашатырного спирта и напоить большим количеством молока.

Персонал, привлекаемый к зачистке масляных баков или к уборке масла, пролитого при нарушении герметичности маслосистемы, должен работать в резиновых сапогах.

7.8.4.3 Спецодежду необходимо менять не реже 1 раза в неделю. Стирку ее проводить в общестанционной прачечной отдельно от другой спецодежды.

Перед стиркой хлопчатобумажную спецодежду следует замочить в теплой (35 °С) воде в течение 2 ч. Для стирки применяют стиральный раствор, содержащий 2,5 г хозяйственного мыла, 5,0 г кальцинированной соды и 10 г тринатрийфосфата в 1 дм³ (л) воды. Стирку ведут в горячем растворе с температурой не менее 90 °С дважды по 30 мин. с обязательным полосканием после каждой стирки в теплой воде температуры от 40 °С до 60 °С в течение 5 мин.

8 Эксплуатация маслохозяйства нефтяных масел

8.1 Масляное хозяйство АС должно обеспечивать выполнение следующих функций:

- прием и хранение свежих масел;
- очистку (подготовку к заливу или доливу) свежих, регенерированных или эксплуатационных масел;
- подачу подготовленных масел в оборудование;
- прием-выдачу масел в транспортные емкости;
- перекачку масел внутри МХ;

- сбор, прием и хранение отработанных и эксплуатационных масел, сливаемых из оборудования во время ремонта;
- очистку (регенерацию) и стабилизацию присадками отработанных и эксплуатационных масел, для повторного их применения по прямому назначению;
- подогрев масел;
- централизованный сбор протечек и дренажей масел;
- учет всех видов принимаемых и отпускаемых масел, метрологическое обеспечение всех операций с маслами;
- отбор проб масла из резервуаров, МОО и схемы МХ;
- хранение запаса сорбентов, присадок, фильтровальных и других расходных материалов для обработки масла, а также реагентов для промывки маслосистем и запасных частей для МОО;
- сбор и хранение отработанных масел, для отправки их на регенерацию или утилизацию;
- хранение, регенерацию или утилизацию отработанных сорбентов.

8.2 Для выполнения операций, указанных в 8.1, в состав масляного хозяйства входит:

- маслоаппаратная;
- открытый склад хранения масел;
- узел приема-выдачи масла;
- система маслопроводов;
- передвижное оборудование для транспортирования масла, его очистки, регенерации или стабилизации непосредственно в энергетическом оборудовании;
- складские помещения.

Структурно аппаратная должна быть выполнена в виде двух практически независимых контуров масла – «свежего» и «отработанного». Каждый контур должен включать в свой состав баки хранения, а также расходные баки, МОО, а также перекачивающие насосы.

8.3 Обработка масла заключается в его очистке, регенерации и дополнительном вводе присадок.

Очисткой из масла удаляется вода, механические примеси и частично шлам.

Регенерация масла предусматривает удаление из масла, как загрязнений, так и продуктов старения (с использованием различных физических, физико-химических и химических методов).

Завершающей стадией регенерации масел является стабилизация его присадками.

8.4 Очистку применяют в основном для обработки свежих масел при доведении их качества до норм, предъявляемых к маслам, используемым в соответствующем оборудовании, а также для обеспечения необходимого качества масел при эксплуатации в оборудовании.

Регенерацию используют для обработки эксплуатационных и отработанных масел, слитых из оборудования.

8.5 Качество получаемого масла при его очистке или регенерации зависит от применяемого оборудования, технологии регенерации, количества стадий обработки и степени загрязненности исходного масла. Отработанные трансформаторные масла с кислотным числом 0,15 мг КОН/г и более и турбинные масла с кислотным числом 0,2 мг КОН/г и более регенерировать имеющимся на маслохозяйстве оборудованием не целесообразно из-за значительного расхода сорбентов, необходимости ввода полного пакета присадок и больших трудозатрат персонала. Такие масла необходимо сдавать на утилизацию в организации, имеющие соответствующие лицензии.

8.6 Требования к технологической схеме и оборудованию маслохозяйства обусловлены основной задачей маслохозяйства – обеспечить подготовку свежих и регенерацию отработанных масел до норм, позволяющих использовать их в оборудовании.

В результате обработки на маслохозяйстве должно быть получено трансформаторное масло, отвечающее требованиям таблиц 5.3 или 5.4.

Качество нефтяного турбинного масла после его очистки на маслохозяйстве должно удовлетворять требованиям таблицы 6.3.

Масляное хозяйство АС должно обеспечивать возможность нагрева турбинного масла в зимнее время до температуры в пределах от 30 °С до 35 °С перед его закачиванием в маслопровод для подачи в машинный зал.

8.7 Для выполнения необходимых операций по очистке и регенерации масел, маслоаппаратная должна быть оснащена следующим оборудованием: баками порционной очистки; маслонасосами; фильтрами тонкой очистки масла; адсорберами; подогревателями масла; МОО; специальным оборудованием для введения присадок; воздухоосушительными фильтрами; приборами учета поступающих и отпускаемых масел. Кроме перечисленного оборудования, для получения дегазированных трансформаторных масел должно быть предусмотрено стационарное или передвижное оборудование для дегазации масла.

8.8 Для хранения, подготовки к работе (подсушка и просеивание) свежих сорбентов и регенерации отработанных сорбентов должно быть предусмотрено отдельное помещение. Помещение для обработки сорбентов и аппаратная маслохозяйства должны быть оборудованы средствами механизации погрузочно-разгрузочных работ.

8.9 Помещение аппаратной маслохозяйства должно иметь приточно-вытяжную вентиляцию и быть оборудовано автоматической пожарной сигнализацией (АУПС).

8.10 Оборудование маслохозяйства состоит из баков порционной очистки, маслоочистительных установок, фильтров тонкой очистки, адсорберов, воздухоосушительных фильтров и дегазационных установок.

8.10.1 Баки порционной очистки масла используют в ходе очистки и регенерации масла, если за один цикл обработки не удастся получить требуемую степень чистоты масла. Для сокращения длительности обработки рекомендуется использовать два бака порционной очистки масла, направляя очищенное масло во второй бак.

Баки порционной очистки масла должны быть оборудованы указателем уровня, воздухоосушительным фильтром, иметь дренажную линию и защиту бака от

перелива. Если указателем уровня служит мерное стекло, то необходимо предусмотреть защитный кожух, исключающий его повреждение.

8.10.2 Маслоочистительные установки на базе центробежных сепараторов включают в свой состав центрифугу, насос, фильтры грубой и тонкой очистки, подогреватель масла и вакуум насос и предназначены для очистки масел с высоким содержанием влаги (от 0,1% до нескольких процентов) и механических примесей.

Для трансформаторного масла центробежные сепараторы обычно используются как первый этап обработки масла в случае высокого уровня загрязнения или в схеме регенерации масла.

Недостатками МОО данного типа является:

- невозможность получения глубоко осушенных масел (с влагосодержанием не более 10 г/т);
- сильное загрязнение воздуха аппаратной маслохозяйства парами масла при работе вакуумного насоса, поскольку его выхлоп производится в помещение аппаратной;
- снижение эффективности удаления воды по мере сокращения ее содержания в обрабатываемом масле;
- значительное насыщение воздухом обрабатываемого масла;
- необходимость в постоянном наблюдении персонала за работой установки.

Эффективность работы сепараторов приведена в [29].

8.10.3 Фильтры предназначены для очистки свежих и отработанных масел от механических примесей и шлама. Принцип действия фильтров основан на принудительном продавливании масла через фильтрующий материал (бумага, картон фильтровальный, синтетические нетканые материалы, пористый фторопласт и др.). Фильтры входят в состав различных маслоочистительных установок или применяются самостоятельно.

Фильтры должны обеспечивать эффективное удаление частиц размером 10 мкм и более (номинальная тонкость фильтрации по ГОСТ Р 50554 для трансформаторных масел рекомендуется от 3 до 6 мкм, для турбинных масел от 5 до 12 мкм).

Наиболее эффективны для очистки энергетических масел от механических примесей и шлама патронные фильтры, особенно фильтры, в которых реализован принцип ступенчатой фильтрации.

При необходимости все патронные фильтры оснащаются изготовителями насосами различных видов (центробежные, шестеренчатые, мембранные и др.) и (или) комплектуются в установки фильтрации. Кроме того, установки нагрева и фильтрации масла оборудованы электронагревателями для прогрева активной части трансформаторов в процессе ремонтов с помощью циркуляции горячего масла.

8.10.4 На маслохозяйстве применяются адсорберы, которые в зависимости от применяемого сорбента подразделяются на адсорберы силикагелевые и адсорберы цеолитовые. Основными сорбентами для адсорберов являются силикагель КСКГ и активные окиси алюминия АОА-1 и АОА-2, АС-230Ш [23]. Принципиальное отличие цеолита от силикагеля в размере пор. У силикагеля в зависимости от марки размер пор колеблется от 20 до 80 Å ($1 \text{ Å} = 1 \cdot 10^{-10} \text{ м}$), тогда как у цеолитов размер пор равен 4 Å для натриевой и 5 Å для кальциевой формы. Поэтому цеолиты применяются только для осушки масел (размер пор воды равен 3,2 Å), а силикагель поглощает из регенерируемого масла не только воду, но и продукты окисления (смолы, органические кислоты и т.п.), размер молекул которых значительно превышает размеры молекулы воды. Благодаря одинаковому размеру пор и тому фактору, что размер пор цеолита наилучшим образом отвечает процессу поглощения молекул воды, при аналогичных условиях сорбционная емкость по воде у цеолита в три-четыре раза выше, чем у силикагеля.

8.10.4.1 Основная технология, используемая в этих установках – адсорбционная очистка на стационарном, неподвижном слое гранулированного сорбента. Однако сам адсорбент является мощным источником твердых частиц (пыли), что вызывает необходимость применять фильтры тонкой очистки масла после адсорбционного блока. Использование цеолитовых установок собственных конструкций, без фильтров тонкой очистки на финишной стадии обработки масла, не допустимо, т.к. это может вызывать в дальнейшем, если в трансформаторные масла попала цеолитовая пыль, ухудшение их эксплуатационных свойств.

8.10.4.2 Применение в цеолитовых установках других цеолитов кроме NaA, может приводить к снижению эффективности их действия за счет менее глубокого удаления воды и возможной адсорбции присадок из масла. Удельный расход цеолита при осушке масел зависит от исходного влагосодержания масла и составляет от 0,1% до 3,0% массы от количества осушаемого масла.

Оптимальная удельная скорость прокачки масла через цеолит составляет от 0,01 до 0,02 м³/(ч·кг), что соответствует производительности цеолитовой установки в интервале от 2 до 4 м³/ч при общей вместимости патронов 200 кг цеолита.

8.10.4.3 Удаление воды из масла при помощи цеолита может быть осуществлено и при отрицательных температурах, оптимальным температурным режимом обработки масла является интервал температур от 5 °С до 20 °С. Цеолитовые установки комплектуются электронагревателями масла для обеспечения прогрева электрооборудования при помощи трансформаторного масла при ремонте или монтаже [29].

8.10.4.4 Наиболее эффективной технологией регенерации отработанного цеолита является вакуумно-термический способ, который позволяет восстанавливать свойства сорбента непосредственно в тех патронах (адсорберах), в которых он использовался для осушки масла.

При хранении на воздухе сорбенты поглощают атмосферную влагу, поэтому эффективность использования силикагеля и цеолита зависит от их начального влагосодержания, которое не должно превышать 0,5% массы. Перед применением рекомендуется просушить сорбенты одним из методов:

– сушка в тонком слое (высота слоя от 15 до 30 мм) при температуре от 350 °С до 400 °С в течение от 5 до 6 ч в сушильном шкафу;

– сушка продувкой через слой сорбента горячего сухого воздуха или инертного газа (азота) в течении 3 ч при температуре от 300 °С до 350 °С, расход газа в интервале от 0,5 до 0,6 м³/ч на один кг сорбента;

– вакуумная сушка при температуре 250 °С и остаточном давлении не выше 5332 Па (40 мм рт. ст.) в течение от 2 до 3 ч.

После подсушки перед загрузкой в адсорберы или при подготовке к длительному хранению сорбенты охлаждают до температуры в интервале от 40 °С до 50 °С, просеивают от пыли и мелких фракций (менее 2,7 мм – для силикагеля марки КСКГ, КСМГ и цеолита) и промывают чистым сухим (пробивное напряжение не менее 60 кВ) трансформаторным маслом.

Хранение подготовленных к работе сорбентов осуществляют в герметичной таре под слоем чистого сухого трансформаторного масла.

8.10.4.5 Цеолиты и другие сорбенты могут применяться для очистки турбинных масел, например, сливаемых с ГЦН или при обработке отработанных масел на МХ.

8.10.5 Воздухоосушительные фильтры на маслохозяйстве предназначены для защиты от увлажнения масла в процессе его хранения или обработки. Наиболее удачная конструкция у воздухоосушительных фильтров типа ОРГРЭС на 1, 2, 3, 5 кг сорбента, которые выбирают в зависимости от объема емкости. Фильтры на 1 и 2 кг устанавливаются на баках порционной очистки и доливочных баках, а фильтры на 3 и 5 кг на емкостях склада.

При проектировании на емкостях склада масел рекомендуется устанавливать по два воздухоосушительных фильтра на одну емкость. Помимо дополнительной защиты хранимого масла от увлажнения, эта мера препятствует смятию емкости в случае забивания дыхательного патрубка фильтра при откачке масла.

Для загрузки воздухоосушительных фильтров рекомендуется использовать цеолит или мелкопористые сорта силикагеля. Для контроля степени насыщения сорбента влагой применяется индикаторный силикагель по ГОСТ 8984, который меняет свою окраску с синей на розовую по мере насыщения, что служит сигналом для замены сорбента в фильтре. При отсутствии индикаторного силикагеля замену сорбента в фильтре необходимо производить не реже 1 раза в 6 мес.

Подготовку сорбентов перед загрузкой в воздухоосушительные фильтры и регенерацию отработанных сорбентов осуществляют, как это указано в 8.13.4 за исключением последней стадии – промывки маслом. Индикаторный силикагель восстанавливают прогревом в сушильном шкафу при температуре 120 °С в течение

от 15 до 20 ч до восстановления голубой окраски. Замену сорбента в воздухоосушительных фильтрах целесообразно производить в сухую погоду путем демонтажа фильтра с отработанным сорбентом и установкой вместо него подготовленного к работе фильтра с сухим сорбентом. Особое внимание при замене и в ходе работы воздухоосушительных фильтров следует обращать на наличие масла в гидрозатворе фильтра.

8.10.6 Дегазационные вакуумные установки предназначены для удаления из трансформаторного масла воздуха и растворенной влаги. Дегазацию масла применяют как конечную стадию обработки масла непосредственно при заливке масла в трансформаторы с азотной и пленочной защитой и герметичные вводы.

8.10.6.1 Эффективность действия различного вакуумного МОО оборудования приведена в [29].

8.10.6.2 Для вакуумных установок оптимальная температура очистки, осушки и дегазации находится в интервале от 50 °С до 55 °С, остаточное давление в вакуумной камере в интервале от 266 до 1330 Па (от 2 до 10 мм рт. ст.). При углублении вакуума и повышении температуры возникает риск извлечения присадки АГИДОЛ-1 из масла, что ухудшает стабильность против окисления обрабатываемого масла и тем самым сокращает его последующий срок службы в оборудовании.

8.10.6.3 Предварительная обработка на центрифугах или цеолитовых установках масел, сильно загрязненных водой и (или) механическими примесями позволяет увеличить производительность вакуумных установок при заливке масла в электрооборудование.

8.10.6.4 Если залив дегазированного масла производят без вакуумирования бака электрооборудования, дегазацию трансформаторного масла, залитого в электрооборудование, целесообразно осуществлять с помощью вакуумных установок, применяя замкнутую технологическую схему с обеспечением не менее 5-ти кратной циркуляции всего объема масла в баке оборудования.

8.10.7 На АС могут применяться электростатические маслоочистительные установки. Электростатическая очистка масла позволяет удалять из масла

механические примеси и масляный шлам без применения расходных материалов. Электростатические очистители применяются с дополнительными вакуумными устройствами или блоками для удаления воды, т.к. обеспечивают очистку масел с содержанием воды менее 200 мг/кг. Эффективность действия различного электрофизического МОО оборудования приведена в [29].

8.11 Организация учета имеющихся, поступающих и отпускаемых масел должна обеспечиваться путем установки счетчиков на линиях приема и выдачи масла, а также наличием сертифицированных уровнемеров на емкостях открытого склада масел. Резервуары и трубопроводы МХ должны быть откалиброваны и иметь градуировочные таблицы, утвержденные в установленном порядке.

8.12 Система коммуникаций маслопроводов маслохозяйства должна быть выполнена в стационарном варианте.

Маслопроводы подачи и откачки масла из оборудования с избыточным давлением более 0,1 МПа (1 кг/см^2) должны быть изготовлены из усиленных бесшовных стальных труб с минимальным количеством фланцевых соединений. На маслопроводах должна быть установлена только стальная арматура, рекомендуется арматура с фланцами типа «шип-пас» или с выемкой для установки прокладки.

Система маслопроводов для подачи подготовленного масла к оборудованию и приема на маслохозяйство эксплуатационных и отработанных масел должна предусматривать возможность очистки внутренней поверхности маслопроводов и масла, содержащегося в них.

Стационарные маслопроводы при временном пребывании их в нерабочем состоянии должны быть заполнены маслом.

Перед каждой единицей маслonaполненного оборудования, к которой подходит стационарный маслопровод, должна быть предусмотрена пробоотборная точка, а на линиях подачи и приема масел из оборудования в аппаратной маслохозяйства должны быть предусмотрены манометры.

8.13 Шланги, используемые при обработке масла передвижным оборудованием, перед применением должны быть тщательно осмотрены и промыты чистым маслом, чтобы гарантировать отсутствие в них грязи и воды. Шланги,

применяемые для чистого и для грязного масла, должны иметь соответствующую маркировку и быть обеспечены пробками для герметизации концов, когда шланги не применяются.

8.14 Транспортировка чистых масел до оборудования, не имеющего подвода маслопроводов, и доставка на маслохозяйство отработанных и эксплуатационных масел следует осуществлять с использованием отдельных штатных цистерн. На маслохозяйстве должно быть передвижное оборудование для обработки масел, что позволяет выполнять работы по очистке и регенерации масел на месте установки оборудования без слива масла.

8.15 Открытый склад масел должен быть оборудован баками для хранения свежего, отработанного и регенерированного (очищенного эксплуатационного) масла соответствующего типа (турбинного или трансформаторного).

Общий объем резервуаров для приема эксплуатационных или отработанных масел каждого типа должен быть не менее 110% вместимости наиболее крупного маслonaполненного энергетического оборудования.

Объем каждого резервуара рекомендуется не менее:

- для турбинного масла – равен объему маслосистемы одного самого крупного турбоагрегата и запас на доливки не менее 45-дневной потребности;
- для трансформаторного масла – равен объему масла в наиболее крупном трансформаторе, увеличенном на 15% от этой величины.

Минимальный объем баков для свежих масел должен обеспечивать прием масла из железнодорожной цистерны (рекомендуется не менее 70 м³).

Каждый бак склада должен быть оборудован указателем уровня масла, воздухоосушительными фильтрами, пробоотборным краном или устройством по ГОСТ 2517, а также иметь дренажную линию. Внутреннюю поверхность баков рекомендуется защищать с помощью маслобензостойких антикоррозионных покрытий по ГОСТ 1510 в соответствии с проектными решениями.

Емкости склада для хранения нефтяного турбинного масла должны иметь обогрев донной зоны. Трубопроводы, соединяющие аппаратную с машинным залом АС, должны быть снабжены системой обогрева для обеспечения перекачки масла в

зимнее время. Система обогрева должна быть выполнена таким образом, чтобы температура масла в маслопроводе не превышала величину от 30 °С до 35°С.

Прием свежего масла следует осуществлять в емкость, принятую на чистоту по акту. В случае необходимости, при наличии в емкости донных остатков масла, содержащего загрязнение, масляный шлам и (или) продукты коррозии на внутренних поверхностях проводится ее подготовка:

- дренаж остатков масла, содержащих загрязнения;
- пропарка и зачистка резервуара (при наличии продуктов коррозии и масляного шлама).

Прием на чистоту емкостей (баков) выполняют визуальным осмотром внутренней поверхности. Критерием чистоты является отсутствие в емкости (баке) отстоя, масляного шлама, продуктов коррозии и других загрязнений. В случае разногласий бумажным фильтром протирают внутреннюю поверхность резервуара (бака) в нижней части (рядом с люком для обслуживания резервуара) на высоте не более 250 мм от дна, на фильтре должны отсутствовать видимые частицы загрязнения и масляный шлам.

8.16 На АС должен храниться постоянный запас энергетических масел, который должен быть рассчитан в соответствии с НР 1.2.4.05.999.0216 «Нормами производственного запаса товарно-материальных ценностей для обеспечения ремонтно-эксплуатационных нужд атомных станций».

8.16.1 Объем трансформаторного масла – не менее вместимости одного самого вместительного масляного выключателя и запас на доливки не менее 1% всего масла, залитого в электрооборудование. Для АС, имеющих только воздушные или малообъемные масляные выключатели, – не менее 10% объема масла, залитого в трансформатор наибольшей емкости.

Объем трансформаторного масла при планировании ремонта с заменой масла в электрооборудовании – 115% от объема масла в электрооборудовании.

Объем трансформаторного масла при планировании ремонта без замены масла в электрооборудовании – 15% от объема масла в электрооборудовании.

8.16.2 Объем турбинного масла – в количестве равном вместимости маслосистемы самого крупного агрегата и запас на доливки не менее 45 дневной потребности станции в данном типе масла.

Объем турбинных масел на доливки, производимых в течение года составляет 10% от общего объема маслосистем турбины (смазки, регулирования, уплотнений вала генератора), работающих на соответствующем типе масел.

8.16.3 Объем смазочных материалов для вспомогательного оборудования – не менее 45-дневной потребности.

8.17 Эффективность действия различного МОО оборудования может быть проверена непосредственно на МХ (см. приложение Е).

8.18 При проведении очистки и регенерации масла на МХ и (или) непосредственно в энергетическом оборудовании рекомендуется контролировать степень и эффективность очистки масел по изменению следующих показателей качества – класс промышленной чистоты (ГОСТ 17216), содержание воды (активность воды по ИЕС 60422 [21]) и удельная проводимость (сопротивление) (ГОСТ Р МЭК 60247), данные показатели могут контролироваться в «потоке» с помощью приборов встроенного контроля.

8.19 Приемка отдельных элементов, поузловое опробование и пробный пуск МХ после монтажа или ремонта производится следующим образом:

8.19.1 Приемка из монтажа или ремонта штатной схемы МХ проводится в следующей последовательности:

– выполнить внешний осмотр оборудования, резервуаров, трубопроводов. Проверить завершение всех строительно-монтажных или ремонтных работ и соответствие схемы МХ проектной документации и требованиям ГОСТ 1510;

– проверить наличие и комплектность документации по МХ (инструкции по эксплуатации МХ, программ проведения пусконаладочных работ, программ проведения испытаний и гидродинамической промывки, документации изготовителей оборудования МХ, актов выполнения строительно-монтажных работ и испытаний и др.);

– проверить наличие и правильность маркировки запорной арматуры и технологического оборудования схемы МХ в соответствии с проектной документацией;

– проверить завершение работ по монтажу или ремонту схемы электропитания оборудования МХ, завершение электрических испытаний электрооборудования МХ, наличие напряжения на оборудовании схемы МХ;

– проверить выполнение мероприятий по обеспечению противопожарной безопасности и охране труда (правилам безопасности). Принять противопожарную систему МХ после монтажа или ремонта с составлением акта;

– проверить наличие и надежность работы КИП и автоматики, проверить наличие и срок действия свидетельств о поверке средств измерения, входящих в перечень КИП;

– проверить наличие и комплектность необходимых расходных материалов, запасных частей и приспособлений для технического обслуживания оборудования МХ;

– проверить надежность заземления электрооборудования МХ;

– проверить наличие электрического освещения рабочих мест МХ;

– проверить наличие перемычек (временных или постоянных) для проведения испытаний и гидродинамической промывки схемы МХ;

– проверить завершение гидравлических испытаний резервуаров и расходных баков МХ и наличие соответствующих актов. Рекомендуется выдерживать резервуары и расходные баки с водой или маслом в течение 24 ч. Проверить отсутствие остатков воды или масла в резервуарах и расходных баках. Если проектной документацией не предусмотрена защита внутренних поверхностей резервуаров и расходных баков маслостойкими антикоррозионными покрытиями по ГОСТ 1510, а гидравлические испытания выполнялись водой, то после гидравлических испытаний необходимо выполнить зачистку резервуаров (расходных емкостей или масляных баков) и консервацию их внутренних поверхностей с помощью масла. Тип и марка масла выбирается в зависимости от назначения резервуара (расходной емкости или масляного бака). Для консервации

резервуаров предназначенных для хранения нефтяных масел допускается применять специальные рабоче-консервационные масла;

– проверить завершение испытаний трубопроводов МХ на герметичность и прочность, наличие необходимых актов. Рекомендуется проводить пневматические испытания новых трубопроводов МХ в соответствии с требованиями строительных норм и правил по испытаниям трубопроводов. После завершения испытаний рекомендуется выполнить продувку трубопроводов от остатков загрязнений. Гидравлические испытания трубопроводов МХ после ремонта необходимо проводить с помощью марки масла соответствующего назначению трубопровода (оборудования);

– проверить качество предмонтажной очистки или промывки после ремонта трубопроводов, наличие необходимых актов. Технологию и способ очистки или промывки трубопроводов определяет технический руководитель АС при разработке технического задания на создание или реконструкцию МХ;

– проверить работоспособность приточно-вытяжной вентиляции;

– проверить наличие пробоотборных точек и устройств, их соответствие требованиям ГОСТ 2517;

– проверить наличие и комплектность передвижного оборудования МХ;

– проверить завершение работ по монтажу, испытаниям системы нагрева и теплоизоляции резервуаров и трубопроводов МХ;

– составить перечень дефектов и недоработок и график их устранения.

После устранения дефектов и недоработок составить и оформить акт и все необходимые документы приема МХ из монтажа в соответствии с требованиями.

8.19.2 Подготовка и поузловое опробование оборудования МХ после монтажа или ремонта проводится в следующей последовательности:

– подготовить к работе и выполнить прокрутку насосов перекачки масла в соответствие с требованиями документации заводов-изготовителей;

– принять на чистоту резервуары и расходные баки МХ с составлением акта.

При необходимости выполнить их повторную зачистку. Проверить наличие и

работоспособность ВОФ, указателей уровня, пробоотборных устройств, дренажей, линий перелива и гидрозатворов на них;

– подготовить рукава (гибкие шланги) и универсальные устройства слива масла из транспортных емкостей узлов приема и выдачи масла. Проверить их маркировку, соответствие маркировки назначению рукавов (гибких шлангов) и универсальных устройств. Маркировка должна быть выполнена отдельно для каждого типа (трансформаторного, нефтяного турбинного, промышленного) и состояния качества (свежего, подготовленного, отработанного) масла;

– выполнить ревизию масляных фильтров (сетчатых, тонкой очистки, мембранных и т.п.) схемы МХ;

– подготовить места (точки) и устройства отбора проб к отбору проб масла;

Принять на склад МХ необходимые количества энергетических масел для проведения пусконаладочных работ как на самом МХ, так и на маслonaполненном оборудовании электрической станции или сети. Расчет общего количества масла, принимаемого на склад при проведении пусконаладочных работ на оборудовании АС, должен учитывать следующие потребности:

– двукратный запас масла (не менее), необходимый для гидродинамической промывки схем МХ;

– двукратный запас масла (не менее), необходимый для гидродинамической промывки маслосистем оборудования АС;

– количество масла, необходимое для первого заполнения маслосистем оборудования электрической станции или сети (электрооборудование может поставляться уже заполненным трансформаторным маслом, это количество масла не должно учитываться при расчете потребности в масле);

– запас масла на долив при проведении пусконаладочных работ (рекомендуется не менее 5% от вместимости маслonaполненного энергетического оборудования);

– запас масла на долив в первый год эксплуатации (рекомендуется не менее 1% от вместимости маслonaполненного энергетического оборудования).

Прием масла может осуществляться партиями в соответствии с потребностью масла для обеспечения проведения пусконаладочных работ как на самом МХ, так и на маслonaполненном оборудовании АС. График приема масла на МХ должен быть определен программой проведения пуско-наладочных работ на МХ. Перед приемом масла необходимо:

- выполнить калибровку резервуаров и трубопроводов МХ, а также проверить работу объемных жидкостных счетчиков узла приема и выдачи масла, наличие свидетельств о поверке счетчиков. Разработать и утвердить градуировочные таблицы на резервуары (масляные баки) и маслопроводы;

- организовать анализ проб масел в химической лаборатории АС, подготовленной и аттестованной (аккредитованной) на право выполнения анализов. Анализ проб масла может выполнять лаборатория специализированной организации, аккредитованная для этих целей;

- выполнить внешний осмотр транспортных емкостей, отбор проб и входной контроль качества масла;

- подготовить необходимые расходные материалы, фильтровальные элементы, сорбенты, присадки;

- подготовить МОО к опробованию и функциональным испытаниям в соответствии с требованиями документов изготовителей. Выполнить пробные пуски МОО и их функциональные испытания. Определение эффективности действия МОО выполняется в соответствии с документами изготовителя и по приложению В. Определить оптимальные параметры очистки масла с помощью конкретного МОО (расход, температура, давление и др.) если такие параметры не регламентированы в документах изготовителя. Определить соответствие эффективности действия и характеристик МОО требованиям технических условий, ГОСТ Р 50554, приложения Е;

- выполнить гидродинамическую промывку схемы МХ и схем подачи (слива) масла в оборудование АС. Гидродинамическая промывка выполняется по специальной программе, утвержденной техническим руководителем АС. Возможно применение для промывки специальных промывочных масел;

– при достижении предельного перепада давления на фильтрах (определяется документом предприятия изготовителя, при отсутствии требования не более 0,1 МПа) при проведении гидродинамической промывки, промывка должна быть остановлена, отработанные фильтровальные материалы или элементы заменены, после чего промывка может быть продолжена;

– после завершения гидродинамической промывки оборудования МХ необходимо собрать масло в резервуар для сбора отработанного масла, отобрать пробу и выполнить лабораторный анализ качества. В зависимости от результатов лабораторного анализа, масло может быть регенерировано, в соответствии с требованиями инструкции по эксплуатации МХ, после сдачи МХ в эксплуатацию, или направлено на утилизацию;

– подготовить передвижное оборудование МХ к очистке и подаче масла в оборудование АС, в соответствии с требованиями документов изготовителя и программы проведения пусконаладочных работ.

8.19.3 При пробном пуске МХ необходимо выполнить следующие основные работы:

– сборку и подготовку схем очистки (регенерации) масел;

– наладить работу МОО в соответствии с требованиями документов изготовителей, программы проведения пусконаладочных работ и местных инструкции по эксплуатации МХ;

– подготовить порции масла к заливу в энергетическое оборудование в соответствие с требованиями программы проведения пусконаладочных работ, инструкции по эксплуатации МХ;

– проверить эффективность работы МОО в общей технологической схеме МХ;

– подать подготовленное масло к маслonaполненному энергетическому оборудованию (при применении стационарных трубопроводов возможна подача масла с МХ по замкнутому контуру через переключку между линией подачи и слива масла из оборудования в резервуар сбора отработанного масла, если маслосистема оборудования не готова к заливу масла);

- залить подготовленное масло в транспортную емкость, если проектом МХ предусмотрена подача масла в оборудование с их помощью;

- отобрать пробы масла и осуществить контроль его качества, масло после подачи к оборудованию или в транспортную емкость должно отвечать требованиям разделов 5-7.

8.20 Комплексное опробование МХ должно предусматривать:

- подачу подготовленного масла в оборудование АС;

- проверку работы оборудования схем МХ в нормальном режиме эксплуатации с применением приборов встроенного контроля, систем локальных защит и блокировок в соответствии с требованиями программы проведения пусконаладочных работ и инструкции по эксплуатации МХ;

- проверку режимов работы схем МХ совместно с работой маслonaполненного оборудования АС в различных режимах (если проектом предусмотрен режим автоматической подачи подготовленного масла МХ в оборудование АС и автоматического слива масла на МХ из оборудования).

Если проектом МХ предусмотрена подача масла в оборудование АС с помощью транспортных емкостей и передвижного оборудования МХ, то комплексное опробование МХ должно предусматривать залив подготовленного масла в оборудование. После залива масла в оборудование выполняется контроль качества масла в соответствии с требованиями программы проведения пусконаладочных работ и инструкции по эксплуатации МХ. Слив масла из оборудования при комплексном опробовании МХ с помощью транспортных емкостей и передвижного оборудования производится только в случае несоответствия качества масла после залива требованиям документов (программы проведения пусконаладочных работ, инструкции по эксплуатации МХ или документов по эксплуатации оборудования АС, которые определяют требования к качеству масла перед пуском маслonaполненного энергетического оборудования) и отсутствия возможности восстановления его качества с помощью штатного или передвижного МОО.

8.21 Эксплуатация и техническое обслуживание масляных хозяйств заключается в выполнении требований к различным узлам, входящим в состав МХ.

8.21.1 Требования к узлам приема и выдачи масла, стационарным магистральным трубопроводам таковы:

– трубопроводы в состоянии останова и консервации должны быть заполнены маслом, запорная арматура закрыта. Внешний осмотр законсервированных трубопроводов осуществляют не реже 1 раза в месяц, протечки масла должны отсутствовать;

– гибкие шланги при хранении должны быть заглушены и промаркированы в зависимости от их назначения;

– при подготовке узла к приему или выдаче масла, а также магистральных трубопроводов к подаче подготовленных масел в оборудование, проводят внешний осмотр схемы (в том числе и гибких шлангов), проверяют их чистоту и качество масла в трубопроводе (должно отвечать требованиям настоящего стандарта к маслам, подготовленным к заливу в оборудование или свежим маслам для линий приема масла из транспортных емкостей, качество масла в линиях отработанных масел не нормируется), проводят ревизию сетчатых фильтров на всасывающих линиях насосов, при необходимости осуществляют дренаж масла и промывку схемы;

– собирают схему и выполняют прием масла на МХ или выдачу масла в транспортные емкости, собирают схему подачи масла в оборудование и выполняют залив масла в оборудование в соответствии с требованиями инструкции по эксплуатации МХ.

Учет приема – выдачи масла производят с помощью поверенных объемных счетчиков расхода масла или расчетом по градуировочной таблице по изменению уровня масла в откалиброванном (тарированном) резервуаре в соответствии инструкцией по эксплуатации МХ.

Контроль работы насосов осуществляется с помощью измерения давления.

Участки трубопроводов, находящиеся на улице должны быть снабжены системой нагрева и тепловой изоляцией, при использовании электронагревательных кабелей и отрицательной температуре окружающего воздуха необходимо заранее включить обогрев трубопроводов.

После приема или выдачи масла, а также после подачи масла в оборудование (слива масла из оборудования на МХ), останавливают насос, закрывают запорную арматуру, отсоединяют от схемы и заглушают гибкие шланги.

Трубопроводы и оборудование узла приема и выдачи масла, магистральные трубопроводы должны быть надежно заземлены и защищены от воздействия статического электричества.

Промывку стационарных трубопроводов проводят гидродинамическим способом, необходимо предусмотреть наличие соответствующих технологических перемычек (стационарных или с помощью гибких шлангов). Трубопроводы необходимо промывать с помощью масла соответствующего типа, в зависимости от назначения трубопровода. Гидродинамическая промывка выполняется по специальной программе, утвержденной техническим руководителем АС. Возможно применение для промывки специальных промывочных масел.

8.21.2 Требования к складу (резервуарам) следующие:

– трубопроводы, соединяющие резервуары со схемой маслоаппаратной, в выключенном состоянии и консервации должны быть заполнены маслом, запорная арматура закрыта;

При подготовке к приему и перекачке масла, выполняют внешний осмотр резервуаров и трубопроводов, резервуары принимают на чистоту с составлением актов, при необходимости также выполняют следующие технологические операции:

– дренаж остатков масла, содержащих загрязнения;

– при необходимости пропарка и (или) зачистка резервуара (при наличии продуктов коррозии и масляного шлама), возможно применение для этих целей специальных моющих препаратов;

– при необходимости промывка трубопроводов узла приема масла гидродинамическим методом с помощью горячего (температурой от 55 °С до 80 °С) очищенного масла;

– промывка резервуаров струей горячего (температурой от 55 °С до 80°С) очищенного масла и дренаж промывочного масла из резервуара;

– повторный прием на чистоту.

Слив – налив масла и перекачку масла из одного резервуара в другой выполняют в соответствии с требованиями инструкции по эксплуатации МХ.

Контроль состояния масла и резервуаров, в которых хранится масло, выполняют ежедневно: проверяют уровень масла по указателям уровня, отсутствие протечек масла, состояние ВОФ. При необходимости выполняют отбор проб и анализ масла в соответствии с разделами 5-7.

При необходимости перекачки масла в зимнее время проверяют работу системы обогрева резервуаров и трубопроводов.

8.21.3 Оборудование маслоаппаратной должно обеспечивать выполнение следующих технологических операций:

– прием свежего масла из транспортных емкостей;

– прием отработанного и эксплуатационного масла при сливе из оборудования;

– хранение запаса масел для долива;

– подготовка масла к заливу в оборудование

– подача подготовленного масла к оборудованию;

– очистка и регенерация отработанного масла;

– стабилизация масла присадками;

– учет приема-выдачи масла;

– выдача масла в транспортную емкость.

Подготовка к работе оборудования маслоаппаратной выполняется в соответствии с требованиями инструкции по эксплуатации МХ и требованиями документов изготовителей оборудования схемы МХ.

Операции с маслами следует осуществлять с включенной системой вентиляции.

Оптимальные режимы работы МОО должны быть определены при проведении пусконаладочных работ на МХ и быть включены в инструкцию по эксплуатации МХ.

Контроль параметров технологических операций выполняют с помощью штатных КИП и А. Контролируют изменение уровня масла в резервуарах, состояние ВОФ, выполняют отбор проб, контролируют давление, температуру и расход масла, при необходимости осуществляют мониторинг качества масла с помощью приборов встроенного контроля.

После выполнения операций с маслами останавливают оборудование МХ, закрывают запорную арматуру, отсоединяются от схемы и заглушаются гибкие шланги, отсоединяют и консервируют передвижное оборудование.

Трубопроводы в состоянии останова и консервации должны быть заполнены маслом, запорная арматура закрыта.

Передвижное оборудование МХ эксплуатируется в соответствии с требованиями руководств по эксплуатации оборудования и инструкции по эксплуатации МХ.

8.22 Наиболее типичные неисправности на МХ и рекомендации по их устранению приведены в таблице 8.1.

8.23 Модернизация оборудования масляных хозяйств АС осуществляется с учетом рекомендаций приложения К.

8.24 Организация учета приема-выдачи масла в транспортные емкости и расхода масла на технологические цели АС осуществляется с помощью жидкостных счетчиков узлов приема-выдачи масел МХ или путем расчета по градуировочным таблицам при контроле изменения уровня масла в резервуарах (баках) МХ и маслonaполненного энергетического оборудования.

8.25 Сбор и утилизация отработанных масел и оборудования МХ производится следующим образом.

8.25.1 Сбор отработанных энергетических масел, которые в дальнейшем планируется регенерировать, следует осуществлять отдельно по отдельным типам масла (нефтяное турбинное или огнестойкое турбинное или трансформаторное) без их смешения друг с другом. Если оснащение и схема МХ позволяет, то сбор отработанных масел для регенерации рекомендуется осуществлять отдельно по маркам масла.

8.25.2 Сбор отработанных трансформаторных масел для регенерации рекомендуется осуществлять отдельно по группам (в зависимости от группы масла или смеси масел по стабильности против окисления в соответствии с таблицей 5.2).

8.25.3 Сбор отработанных масел осуществляется в специальные резервуары МХ, предназначенные для этих целей. Регенерация масла осуществляется в соответствии с требованиями инструкции по эксплуатации МХ.

8.25.4 Отработанные нефтяные индустриальные, компрессорные, гидравлические, турбинные и трансформаторные масла, подлежащие сдаче для переработки (утилизации) в специализированные организации или изготовителю масла, могут собираться в один резервуар МХ и должны удовлетворять требованиям, предъявляемым к качеству масел группы МИО в соответствии с положениями ТР ТС 030/2012 [74] и ГОСТ 21046.

8.25.5 Если при сборе отработанных масел происходит неизбежное их смешение с топливом, растворителями или другими отработанными нефтепродуктами, то такая смесь нефтепродуктов должна удовлетворять требованиям к качеству нефтепродуктов группы СНО в соответствии с положениями ТР ТС 030/2012 [74] и ГОСТ 21046.

Т а б л и ц а 8.1 – Наиболее типичные неисправности на МХ и рекомендации по их устранению

Неисправности	Возможные причины	Рекомендации по устранению
1 При включении насоса отсутствует подача масла к оборудованию или в резервуар	1.1 Срабатывает перепускной клапан насоса	1.1 Отрегулировать перепускной клапан насоса
	1.2 Закрыта арматура в схеме	1.2 Проверить схему, открыть необходимую запорную арматуру.
	1.3 Повреждение насоса	1.3 Выполнить ревизию и ремонт насоса
	1.4 Повреждение трубопровода	1.4 Проверить схему, выполнить ремонт трубопровода
	1.5 Засорен сетчатый фильтр во всасывающей линии насоса	1.5 Выполнить ревизию сетчатого фильтра, продуть или заменить сетку
	1.6 Масло холодное, имеет очень высокую вязкость	1.6 Нагреть масло до температуры, обеспечивающей прокачку масла, выполнить ревизию системы нагрева трубопроводов и резервуаров
2 При очистке масла на МОО возрастает давление в напорной линии и снижается производительность МОО	2.1 Сработался фильтровальный элемент в ФТО	2.1 Выполнить ревизию ФТО, заменить фильтровальный элемент новым
	2.2 Неправильно выбран режим работы МОО	2.2 Выполнить ревизию и режимную наладку МОО, подобрать оптимальный режим очистки
3 После обработки масла на МОО или схеме МХ качество масла не соответствует требованиям разделов 5-7	3.1 Неправильно выбран режим работы МОО и обработки масла	3.1 Выполнить ревизию и режимную наладку МОО, подобрать оптимальный режим обработки
	3.2 Штатное МОО имеет низкую эффективность (морально устарело или физически изношено)	3.2 Модернизировать или заменить МОО новым, современным, высокоэффективным МОО по [29]
	3.3 Загрязнение пробоотборной точки или крана	3.3 Повторно отобрать пробу. Выполнить ревизию пробоотборной точки или крана.
	3.4 Происходит смешение подготовленного масла с отработанным или загрязненным маслом	3.4 Проверить схему МХ или МОО, закрыть запорную арматуру на технологических перемычках между схемами подготовленных и отработанных масел, при необходимости установить дополнительные заглушки

Окончание таблицы 8.1

	3.5 Загрязнение трубопроводов или резервуаров	3.5 Опорожнить трубопроводы и резервуары, выполнить дренаж остатков масла, проверить чистоту, провести очистку или технологическую промывку
	3.6 Попадание загрязнений в резервуар при «дыхании» из окружающей среды через ВОФ или линию перелива.	3.6 Выполнить ревизию ВОФ, заменить осушитель и масло в затворе, выполнить ревизию линии перелива, при необходимости долить масло в гидрозатвор
	3.7 Сработался адсорбент (цеолит или силикагель) в схеме МХ	3.7 Заменить адсорбент
4 После перекачки масла, очистки или ввода присадок в масле присутствует большое количество частиц загрязнений	4.1 Поврежден фильтровальный элемент в ФТО, который задействован в схеме	4.1 Выполнить ревизию ФТО, заменить фильтровальный элемент новым
	4.2 Загрязнение пробоотборной точки или крана	4.2 Повторно отобрать пробу масла через люк резервуара. Выполнить ревизию пробоотборной точки или крана.
	4.3 Загрязнение трубопроводов или резервуаров	4.3 Опорожнить трубопроводы и резервуары, выполнить дренаж остатков масла, проверить чистоту, провести зачистку или технологическую промывку.

8.25.6 Отработанные и неочищенные эксплуатационные масла, которые не используются для нужд АС, должны быть отправлены на переработку или утилизацию в специализированные организации, имеющие соответствующие лицензии, или изготовителю масла. Партия отработанных масел, направляемая на утилизацию должна иметь необходимую сопроводительную документацию и маркировку тары в соответствии с требованиями ТР ТС 030/2012 [74]. Рекомендуется способ утилизации отработанных масел определять в договоре на поставку масла.

Такие масла могут быть проданы сторонним организациям для их повторного применения на технологические нужды сторонних организаций.

8.25.7 На АС должен осуществляться строгий учет масел, передаваемых сторонним организациям.

8.25.8 Отработанные расходные материалы и оборудование МХ утилизируются в соответствии с требованиями документов изготовителей и соответствующих программ утилизации, предусмотренных проектной документацией, в соответствии с требованиями действующих документов по охране окружающей среды.

8.25.9 Отходы, загрязненные маслом или смазкой (ветошь, опилки, песок, отработанные фильтровальные элементы и материалы, сорбенты и др.) передаются на утилизацию. Количество масла, утилизируемого с замасленными отходами, определяется опытным путем с учетом содержания масла в отходе. Содержание масла в отходах очистки или регенерации определяется на основе паспортных данных изготовителя оборудования для очистки или регенерации масла. При необходимости определение собираемых потерь с отходами очистки или регенерации проводится весовым методом (взвешивание фильтров, сорбентов и др. до применения и после – отработанных, подлежащих утилизации).

8.25.10 Замасленные воды, образующиеся при эксплуатации МХ, должны быть направлены на очистные сооружения или установки.

8.25.11 Для сбора протечек и разлива масел рекомендуется применять превентивные средства сбора протечек нефтепродуктов многократного применения (специальные сорбирующие маты и салфетки). Применение таких средств сбора протечек нефтепродуктов совместно с механическими устройствами их регенерации способно сократить количество замасленных отходов, требующих утилизации. Возможно применение водных растворов технических моющих средств и превентивных средств сбора протечек.

8.26 Испытания маслобаков, запорной арматуры, КИП и А для аварийного слива масла проводить в соответствии с требованиями проектной документации и документации изготовителей оборудования, в схемах которых организован аварийный слив масла. При отсутствии требований в документации для данного оборудования выполняют его внешний осмотр при обходах оборудования, а гидравлические испытания, ревизию арматуры и КИП и А выполняют после монтажа или ремонта схемы аварийного слива.

9 Техника безопасности и противопожарная техника при эксплуатации нефтяных масел

9.1 В процессе эксплуатации маслохозяйства АС следует обеспечить выполнение правил пожарной безопасности (ППБ АС-2011, ППР РФ 2012 [75]), а также противопожарные требования, предусмотренные в эксплуатационной, проектной документации и в руководящих документах вышестоящих организаций.

Для обеспечения безопасного выполнения работ на маслохозяйстве следует руководствоваться требованиями, изложенными в документах НП-001-15, НП-089-15, СТО 1.1.1.01.0678, СТО 1.1.1.02.001.0673, а также технологическими регламентами и инструкциями по эксплуатации оборудования АС и систем противопожарной защиты.

Необходимо обеспечить содержание здания и сооружений масляного хозяйства и работоспособность средств противопожарной защиты в соответствии с требованиями проектной и технической документации (СНиП 2.11.03) и [40].

Требования к персоналу, производственным и бытовым помещениям масляного хозяйства нефтяных масел аналогичны соответствующим требованиям для маслохозяйства ОМ (7.8.1; 7.8.2).

9.2 Нефтяные масла по классификации ГОСТ 12.1.044 представляют собой средневоспламеняемые горючие жидкости с температурой вспышки:

- для турбинных не ниже 185 °С;
- для трансформаторных не ниже 130 °С.

9.3 Трансформаторные и турбинные нефтяные масла с присадками по степени воздействия на организм человека относятся к 3 классу опасности в соответствии с ГОСТ 12.1.007 (умеренно опасные). При работе с маслами необходимо применять индивидуальные средства защиты, согласно отраслевым нормам.

Контакт с маслами не ведет к поражению центральной нервной системы, кроветворных органов, нарушению обменных процессов. Нефтяные масла не обладают способностью к кумуляции, не вызывают усиленного роста тканей. При длительном контакте с маслом (аэрозолем), а также при работе с присадками, в

зависимости от индивидуальной восприимчивости кожи, могут возникнуть дерматиты и экземы.

9.4 Предельно допустимая концентрация паров углеводородов масел в воздухе рабочей зоны – 300 мг/м³.

Предельно допустимая концентрация масляного тумана (аэрозоля) в воздухе рабочей зоны (ПДК р.з.) – 5 мг/м³.

9.5 При попадании масла на кожу и слизистую оболочку глаз необходимо обильно промыть кожу теплой мыльной водой, слизистую оболочку глаз – теплой водой.

9.6 Необходимой мерой предосторожности при работе с нефтяными маслами является соблюдение правил личной гигиены и применение средств индивидуальной защиты согласно ГОСТ 12.4.011 и типовым отраслевым нормам.

Все работающие с нефтяными маслами должны проходить периодические медицинские осмотры.

9.7 Перед пуском в эксплуатацию оборудования для регенерации и очистки масла должны быть проверены: исправность оборудования; герметичность арматуры и трубопроводов; включение автоматических систем защиты и блокировки; готовность средств пожаротушения, а также выполнены другие технические мероприятия определенные правилами технической эксплуатации.

9.8 При регенерации и очистке масла на маслохозяйстве, а также при использовании передвижного оборудования должно быть организовано постоянное наблюдение персонала за его работой – температурой масла, давлением, вакуумом, уровнем в баках порционной очистки масла, непрерывностью подачи масла в маслоподогреватели, не допуская отклонений от регламентируемых значений.

9.9 Оборудование маслохозяйства или передвижное оборудование должно быть немедленно отключено при появлении течей масла или других неисправностей, угрожающих возникновением пожара или выходом из строя оборудования. Течи масла на задвижках, фланцевых соединениях или уплотнениях оборудования должны быть немедленно устранены, а пролитое масло должно быть убрано.

9.10 Маслоочистительные установки, установленные стационарно, должны иметь исправную дренажную систему, а баки порционной очистки – мерные стекла с защитным кожухом от повреждений. Под фильтр-прессами, насосами, адсорберами должны быть установлены поддоны для сбора протечек масла и удаления его в специальную емкость.

9.11 При использовании передвижного оборудования для обработки масла должен быть организован дополнительный пост первичных средств пожаротушения, если в радиусе 20 м отсутствует постоянный пост.

9.12 Огневые работы во всех помещениях масляного хозяйства и на территории открытого склада масел должны выполняться в соответствии с требованиями проведения огневых работ и с оформлением нарядов в установленном порядке.

9.13 В аппаратной до начала проведения огневых работ необходимо:

- перекрыть задвижки на маслопроводах оборудования, на котором намечаются работы;
- освободить от масла оборудование, которое необходимо ремонтировать (насосы, фильтры, подогреватели масла, задвижки, трубопроводы и др.);
- отсоединить трубопроводы и установить на них соответствующие заглушки;
- продуть паром все ремонтируемое оборудование;
- проветрить помещение аппаратной и взять пробу воздуха на анализ с целью определения возможности проведения в помещении огневых работ.

9.14 При проведении огневых работ вентиляция помещения должна быть постоянно включена и должен осуществляться контроль за состоянием воздушной среды путем проведения экспресс-анализов с применением газоанализатора.

Проводить огневые работы на резервуарах, емкостях без проведения их дегазации и проверки наличия взрывоопасной смеси запрещается.

При содержании в помещении паров или газов нефтепродуктов в концентрации более 1000 мг/м^3 , огневые работы должны быть немедленно прекращены до полного устранения паров нефтепродуктов. После этого должна быть повторно взята проба воздуха на анализ.

9.15 При ремонте трассы магистральных маслопроводов с проведением огневых работ место ремонта должно быть очищено от нефтепродуктов. Ближайшие к месту проведения ремонтных работ задвижки с обеих сторон трубопроводов должны быть закрыты. Отключенный участок трубопровода должен быть освобожден от масла и пропарен.

9.16 Ремонт резервуаров, цистерн, емкостей и т.п. следует производить только после полного освобождения их от масла; отсоединения от них трубопроводов (на отсоединенные трубопроводы должны быть поставлены металлические заглушки и составлена схема их установки, которую прикладывают к разрешению на производство огневых работ); открытия всех люков; тщательной очистки (пропарки и промывки) и проветривания, отбора проб воздуха для анализа на отсутствие взрывоопасной концентрации. О всех подготовительных работах должна быть сделана запись в оперативном журнале маслохозяйства.

Пробы воздуха следует отбирать в нижней части резервуара из светового и замерного люков. Пробу воздуха необходимо брать на анализ и в процессе проведения работ, если ремонтные и огневые работы проводят с перерывом на следующие сутки.

До начала проведения огневых работ на резервуаре и внутри него необходимо:

- все задвижки на близлежащих резервуарах и трубопроводах (во избежание загорания паров нефтепродуктов) прикрыть войлоком, который в жаркое время года должен смачиваться водой;
- место проведения огневых работ оградить переносными асбестовыми или другими несгораемыми щитами.

9.17 В случае возгорания для тушения изоляционного и нефтяного турбинного масел следует применять распыленную воду, пену, при объемном тушении – углекислый газ, состав СЖБ, состав «3,5», пар.

9.18 Тоннели, камеры задвижек, и каналы трубопроводов следует содержать в чистоте, регулярно очищать от пролитого масла и воды. Запрещается в указанных местах нахождение сгораемых материалов.

9.19 Ремонтные работы на оборудовании маслохозяйства и открытого склада масел необходимо проводить только по наряду-допуску. Для ремонта должен быть использован инструмент, исключающий возможность искрообразования.

9.19.1 Запрещается производить подтяжку болтовых соединений (сальники насосов, задвижек и вентилях, фланцы арматуры, КИП и т.п.) на оборудовании (узле), находящемся в работе без снятия давления и отключения оборудования (узла) от технологической схемы маслохозяйства.

9.19.2 Запрещается производить пуск насосов при обнаружении неисправностей заземления корпусов, брони и воронок кабелей электродвигателя, а также при отсутствии ограждения на муфте сцепления насосов.

9.19.3 Запрещается производить пуск шестеренчатых насосов при закрытой напорной арматуре.

9.19.4 Разогрев замерзших трубопроводов и арматуры должен производиться только паром.

9.19.5 Разлитое масло следует немедленно убрать, после чего место, где оно было разлито, необходимо вытереть досуха или засыпать песком.

9.19.6 Грязный обтирочный материал следует периодически вывозить с территории маслохозяйства.

9.20 Периодически, но не реже 1 раза в месяц необходимо контролировать содержание углеводородов в помещениях аппаратной. Предельно допустимая концентрация углеводородов 300 мг/м^3 (ГОСТ 12.1.004) определяется газоанализатором.

9.21 При отборе проб масла должны выполняться следующие меры безопасности.

9.21.1 При отборе проб масла, измерении уровня и открытии люков цистерн и резервуаров следует находиться с наветренной стороны (спиной или боком к ветру) во избежание попадания паров и газов нефтепродуктов в дыхательные пути и масла на одежду.

Запрещается заглядывать в замерный люк или низко наклоняться к его горловине. Крышку замерного люка следует закрывать осторожно, не допуская удара.

9.21.2 При осмотрах резервуаров, а также при замерах и отборе проб обувь у обслуживающего персонала должна быть такой, чтобы исключалось искрообразование, а одежда – из тканей, не накапливающей зарядов статического электричества. Для освещения необходимо применять только аккумуляторные фонари во взрывобезопасном исполнении.

9.21.3 Операции по отбору проб и осмотру резервуаров осуществляет бригада в составе не менее 2 чел.

9.22 При приемке поступившего масла должны выполняться следующие меры безопасности.

9.22.1 Операции по сливу масла из железнодорожных цистерн необходимо производить бригадой в составе не менее 2 чел.

9.22.2 Нельзя приступать к операции по сливу масла из железнодорожных цистерн до отцепления и отхода локомотива

9.22.3 Торможение цистерн металлическими тормозными башмаками на сливной эстакаде не допускается.

9.22.4 Запрещается заполнять резервуары, давшие осадку, имеющие неисправности соединительных трубопроводов, сальниковых набивок, задвижек управления, системы пожаротушения (при ее наличии), измерительных устройств и другие конструктивные недостатки, влияющие на обеспечении их безопасной эксплуатации.

9.22.5 Запрещается выполнять операции по сливу масла из железнодорожных цистерн во время грозы.

9.22.6 Железнодорожные пути, эстакады, трубопроводы, устройства для разогрева цистерн, гибкие шланги с металлическими наконечниками и другое оборудование должны быть заземлены. За надежностью заземления устанавливается контроль в соответствии с действующими ПУЭ.

Приложение А **(рекомендуемое)** **Методы испытаний трансформаторных масел**

А.1 Визуальный контроль

Цвет масла определяют на колориметре ЦНТ по ГОСТ 20284 или визуально с помощью сравнения с рядом цветовых стандартов.

Масло должно быть чистым, прозрачным, без видимых осадков и загрязнений. В случае помутнения масла и (или) появления шлама (осадка), что может указывать на наличие в масле воды, коллоидных конгломератов, волокон, угля, металлов и других загрязнений, необходимо расширить объем испытаний и, на основании данных анализа, принять меры по очистке (регенерации), защите от старения и загрязнения или замене масла.

А.2 Пробивное напряжение

Испытания пробы масла для определения пробивного напряжения проводят согласно требованиям ГОСТ 6581 и /или ГОСТ Р МЭК 60156.

Для измерения пробивного напряжения применяют аппараты типа АИМ-90 (или аналогичные), в которых используют измерительную ячейку со сферическими электродами. Зазор между электродами должен составлять $(2,5 \pm 0,05)$ мм. Разрешается применять отечественные и зарубежные аппараты других типов, полностью отвечающих требованиям ГОСТ 6581, оборудованных измерительной ячейкой со сферическими электродами, конструкция которой должна соответствовать ГОСТ 6581 (рисунок 5).

Значение пробивного напряжения трансформаторных масел зависит от наличия в нем частиц загрязнений, наиболее отрицательное воздействие на электрическую прочность масел оказывает дисперсная вода, а также механические примеси и коллоидные частицы (шлам), обладающие электропроводящими свойствами. Кроме того, снижение $U_{пр}$ происходит при образовании в масле пузырьков газов.

Следует отметить, что при анализе глубоко дегазированных масел целесообразно увеличивать интервал времени после залива пробы масла в

измерительную ячейку (не менее 30 мин) и началом испытаний, а также между выполняемыми пробоями пробы (не менее 15 мин), для получения стабильных результатов.

При определении пробивного напряжения рассчитывают коэффициент вариации по ГОСТ 6581, если коэффициент вариации превышает 20%, то результат испытаний неудовлетворительный.

А.3 Кислотное число

Определение кислотного числа нефтяного электроизоляционного масла проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 5985, путем титрования кислых соединений испытуемого масла спиртовым раствором гидроокиси калия в присутствии индикатора щелочного голубого 6Б или нитрозинового желтого.

Следует отметить, что индикатор фенолфталеин используют только для определения титра раствора гидроокиси калия.

При разногласиях в оценке качества масла при арбитражном контроле или приемочных испытаниях определение кислотного числа по ГОСТ 5985 проводят с применением индикатора «щелочного голубого 6 Б».

Возможно применение потенциметрического титрования по ГОСТ Р МЭК 62021-1 и ГОСТ 11362 с использованием автоматических титраторов, которые позволяют определять кислотное число со значением 0,01 мг КОН/г масла и более.

А.4 Температура вспышки в закрытом тигле

Определение температуры вспышки трансформаторных масел в закрытом тигле выполняют в соответствии с требованиями ГОСТ 6356.

А.5 Содержание воды (влагосодержание)

Качественное определение наличия воды в маслах выполняют при визуальном контроле и (или) испытаниях по ГОСТ 1547.

Наличие воды по ГОСТ 1547 определяют при нагревании масла в пробирке до 130 °С и наблюдении за его состоянием, если при нагревании пробы слышны щелчки или треск (не менее 2 раз), то масло содержит воду.

Количественное определение влагосодержания электроизоляционных масел допускается проводить в соответствии с требованиями ГОСТ Р МЭК 60814 или ГОСТ 7822. Определение количества растворенной в масле воды по ГОСТ 7822 осуществляют измерением объема выделившихся газов в результате взаимодействия гидрида кальция и воды, содержащейся в масле. Затем вычисляют объем водорода, соответствующий окончанию реакции и массовую долю воды.

Количественное определение влагосодержания масел по методике ГОСТ Р МЭК 60814 осуществляют посредством автоматического измерения количества электричества, затраченного на электролиз воды в реактиве Карла Фишера с помощью автоматических приборов для кулонометрического титрования. Данные приборы состоят из стеклянной измерительной ячейки с платиновыми электродами, электромагнитного перемешивающего устройства и электронного блока, определяющего окончание титрования и измеряющего количество электричества, затраченного на электролиз воды в реактиве Карла Фишера.

Допускается определение содержания воды хроматографическими методами по СТО 70238424.27.100.053 или СО 34.43.107. Активность воды определяют автоматическими датчиками, измеряя% содержания воды от состояния насыщения масла водой (100%) при определенной температуре, критерии оценки приводятся в ИЕС 60422 [21].

А.6 Тангенс угла диэлектрических потерь ($\text{tg } \delta$)

Определение тангенса угла диэлектрических потерь масла проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 6581 и /или ГОСТ Р МЭК 60247.

Характер температурной зависимости $\text{tg } \delta$ помогает определить тип загрязнения, особенно если оно образует коллоидные частицы. Дополнительно возможно определять удельную проводимость или сопротивление масла в соответствие с требованиями ГОСТ 6581 и /или ГОСТ Р МЭК 60247, для этих целей могут быть применены приборы, работающие в «потоке», например, при регенерации или очистке масла.

А.7 Газосодержание

Газосодержание масел определяется хроматографическим методом по СТО 1.1.1.07.003.0801-2009, [11, 14] как суммарное содержание кислорода и азота, растворенных в масле. Индивидуальное содержание кислорода, а особенно динамика его изменения, может свидетельствовать об интенсивности старения масла.

А.8 Содержание водорастворимых кислот

Определение наличия в масле водорастворимых кислот выполняется в соответствии с требованиями ГОСТ 6307 по значению рН водной вытяжки.

А.9 Содержание антиокислительной присадки 2,6-дитретбутил-4-метилфенола (АГИДОЛ-1, ионол)

Определение содержания присадки АГИДОЛ-1 выполняется методом инфракрасной спектроскопии по ГОСТ Р МЭК 60666 или газовой хроматографии СТО 56947007-29.180.010.008, а также методом высокоэффективной [12] и тонкослойной хроматографии [13]. При необходимости арбитражного контроля, данный показатель качества трансформаторных масел рекомендуется определять методом инфракрасной спектроскопии ГОСТ Р МЭК 60666.

А.10 Содержание механических примесей

Определение содержания механических примесей выполняют весовым методом в соответствии с требованиями ГОСТ 6370. Целесообразно определение содержания механических примесей выполнять путем определения класса промышленной чистоты масла по ГОСТ 17216 с помощью автоматических счетчиков частиц (приборы АЗЖ-975, ГРАН-152, ПКЖ-904А) или мембранной фильтрации и оптической микроскопии (приложение А ГОСТ 17216 и ГОСТ ИСО 4407).

Определение класса промышленной чистоты масла по ГОСТ 17216 является значительно более точным, информационным и оперативным методом контроля степени чистоты масле по сравнению с определением содержания механических примесей весовым методом. Результаты анализа класса промышленной чистоты

могут быть использованы не только для определения наличия частиц загрязнений в масле, но и для обнаружения и контроля развития некоторых дефектов и повреждений.

Определение класса промышленной чистоты трансформаторных масел производят по наибольшему значению класса промышленной чистоты любой из фракций (по худшей фракции) по ГОСТ 17216 (таблица 1). Подсчет частиц загрязнения в пробе масла осуществляется в соответствии с требованиями руководств по эксплуатации автоматических счетчиков частиц или мембранной фильтрации и оптической микроскопии.

Возможно определение класса промышленной чистоты приводить по приложению А ГОСТ 17216 и ГОСТ ИСО 4407 и выполнять последующий пересчет значений класса промышленной чистоты по ГОСТ 17216 (приложение Г).

A.11 Определение содержания шлама (общее)

Определение содержания шлама выполняют, разбавляя пробу масла растворителем (н-гептан) и визуально контролируя наличие осадков (качественное определение), или отфильтровывая и определяя массовую долю осадка (количественное определение) в соответствии с СТО 70238424.27.100.053 или [22].

A.12 Содержание производных фурана

Определение содержания производных фурана выполняют хроматографическими методами по методикам ГОСТ ИЕС 61198 или СТО 56947007-29.180.010.009, СО 34.43.206.

Определение рекомендуется в дополнение к диагностике оборудования по растворенным в масле газам (СО 34.46.302), (СО 34.45-51.300) по решению технического руководителя АС, а также при комплексной диагностике электрооборудования.

A.13 Методика определения остаточного влагосодержания адсорбентов (потери при прокаливании по ГОСТ 3956)

A.13.1 Отбор пробы адсорбента

Пробу адсорбента отбирают при помощи щупа, погружая его по вертикальной оси не менее чем на 2/3 глубины емкости, в которой находится адсорбент. Несколько проб, отобранных в разных местах емкости, соединяют вместе и тщательно перемешивают, затем отбирают среднюю пробу и помещают ее в чистую сухую стеклянную, металлическую или полиэтиленовую банку с герметичной крышкой.

А.13.2 Проведение испытания

Адсорбент в количестве от 1,5 до 2,0 г взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г в предварительно высушенном при $(150 \pm 5) ^\circ\text{C}$ до постоянной массы бюксе. Открытый бюкс помещают в сушильный шкаф и сушат при $(150 \pm 5) ^\circ\text{C}$ до постоянной массы не менее 3 ч.

Для охлаждения закрытый бюкс помещают в эксикатор с фосфорным ангидридом (или хлористым кальцием) и выдерживают перед взвешиванием каждый раз одно и то же время, но не менее 30 мин.

Повторное высушивание проводят в течение 30 мин.

А.13.4 Обработка материалов

Остаточное влагосодержание (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = [(M1 - M2) \times 100] / M, \quad (\text{A.1})$$

где M1 – масса бюкса с адсорбентом до высушивания, г;

M2 – масса бюкса с адсорбентом после высушивания, г;

M – масса навески адсорбента, г.

Приложение Б (рекомендуемое) Методы испытаний нефтяных турбинных масел

Б.1 Кинематическая вязкость

Кинематическую вязкость турбинных масел определяют по ГОСТ 33.

Б.2 Определение кислотного числа товарных масел

Кислотное число товарных масел Тп-22С и Тп-22Б определяют по ГОСТ 11362 с применением автоматического титратора. Прибор должен обеспечивать возможность определения КЧ ниже 0,04 мг КОН/г., возможно определение по ГОСТ ИСО 6619.

Б.3 Определение кислотного числа эксплуатационных масел

Определение кислотного числа эксплуатационных масел всех марок выполняют по ГОСТ 5985 путем титрования кислых соединений испытуемого масла спиртовым раствором гидроокиси калия в присутствии индикатора щелочного голубого 6Б, допускается использовать индикатор нитрозиновый желтый. При разногласиях в оценке качества масла определение по ГОСТ 5985 проводят с применением индикатора щелочного голубого 6Б.

Допускается определение кислотного числа эксплуатационных турбинных масел по ГОСТ 11362 и ГОСТ ИСО 6619 с применением автоматического титратора.

Б.4 Определение водорастворимых кислот и щелочей

Наличие водорастворимых кислот и щелочей (реакцию водной вытяжки) свежих и эксплуатационных нефтяных турбинных маслах определяют по ГОСТ 6307.

Б.5 Температура вспышки

Температуру вспышки нефтяных турбинных масел определяют в открытом тигле по ГОСТ 4333.

Б.6 Содержание механических примесей

В товарных турбинных маслах содержание механических примесей определяют по ГОСТ 6370. При проведении текущих анализов, а также при выполнении работ по

отмывке маслосистемы целесообразно определение класса промышленной чистоты эксплуатационных масел по ГОСТ 17216.

Б.7 Определение класса промышленной чистоты

Подсчет частиц загрязнения в пробе масла проводят в соответствии с требованиями инструкций по эксплуатации приборов, сертифицированных для этих целей.

Класс промышленной чистоты турбинного масла определяют на основании расчета индекса загрязнения по ГОСТ 17216 (приложение В) и определению класса промышленной чистоты по ГОСТ 17216 (таблица В.1). Возможно определение класса промышленной чистоты по ГОСТ 17216 (приложение А) или ГОСТ ИСО 4407 и последующего перерасчета по ГОСТ 17216 (приложение Г).

При анализе смазочных масел (турбинных, компрессорных, промышленных) с высокой вязкостью (более нормированного значения, указанного в паспорте на прибор по подсчету частиц загрязнения) или высокого уровня загрязнения масла (более 13 класса промышленной чистоты) рекомендуется разбавление пробы масла чистым растворителем (гептан нормальный, Нефрас С2), имеющего класс промышленной чистоты не более 6 класса промышленной чистоты, определенного по значению наибольшего классифицирующего числа в соответствии с ГОСТ 17216 (таблица 1) (по худшей фракции).

Разбавленная проба анализируется в соответствии с требованиями методик измерений, а затем выполняется пересчет частиц на 100 см^3 масла с учетом кратности разбавления пробы и определяют класс промышленной чистоты расчетом по ГОСТ 17216 (приложение В) и определению класса промышленной чистоты по ГОСТ 17216 (таблица В.1).

Дополнительно рекомендуется при определении класса промышленной чистоты расчетом по ГОСТ 17216 (приложение В) и определению класса промышленной чистоты по ГОСТ 17216 (таблица В.1) определить класс промышленной чистоты по значению наибольшего классифицирующего числа в соответствии с ГОСТ 17216 (таблица 1) (по худшей фракции, без учета фракции

размером 5-10 мкм). Класс промышленной чистоты определить по максимально полученному значению.

При получении различающихся результатов определения класса промышленной чистоты (например, на разных приборах) в одной и той же пробе масла основным методом следует считать определение по ГОСТ ИСО 4407 методом мембранной фильтрации и оптической микроскопии.

Б.8 Определение времени деэмульсации

Деэмульгирующие свойства товарных, свежих и эксплуатационных нефтяных турбинных масел оценивают по времени деэмульсации, которое определяют по ГОСТ 12068, используя приборы, сертифицированные для этих целей.

Б.9 Определение содержания воды

Для эксплуатационных масел и масел, находящихся на хранении, допускается количественное определение влагосодержания по ГОСТ Р 54281 и ГОСТ 24614 с помощью автоматических приборов для кулонометрического титрования с использованием реактива Карла Фишера.

Возможно определение содержания воды в товарных, свежих и эксплуатационных нефтяных турбинных маслах проводят по ГОСТ 2477.

Определение содержания воды по ГОСТ 24614 и ГОСТ 2477 проводят, если данные стандарты применялись для контроля качества масла.

Б.10 Стабильность против окисления

Определение показателя проводят по ГОСТ 981.

Режимные параметры испытаний товарных и свежих масел устанавливают в соответствии с техническими условиями для конкретной марки масла (см. таблицу 6.1).

Стабильность против окисления эксплуатационных турбинных масел, определяют в условиях, установленных ГОСТ 981.

Б.11 Антикоррозионные свойства

Определение антикоррозионных свойств товарных масел при их приемке проводят по ГОСТ 19199.

Качественную оценку антикоррозионных свойств масел, находящихся в эксплуатации, выполняют осмотром образцов свидетелей, подвешенных в грязном отсеке маслобака ниже минимально допустимого рабочего уровня масла.

Количественную оценку антикоррозионных свойств масел, принятых на хранение и находящихся в эксплуатации выполняют в соответствии с [26].

Б.12 Содержание шлама

Определение массовой доли шлама (суммарного) выполняют в соответствии с [22].

При необходимости определения массовой доли растворенного шлама пробу испытуемого масла предварительно фильтруют через лабораторную фильтровальную бумагу по ГОСТ 12026 и выполняют испытания в соответствии с [22].

Б.13 Содержание присадок

Определение содержания присадок выполняют методом инфракрасной спектроскопии ГОСТ Р МЭК 60666 или высокоэффективной жидкостной хроматографии по [12], [18]. Возможно применение для определения содержания ингибитора окисления АГИДОЛ-1 тонкослойной хроматографии по [13].

Приложение В (рекомендуемое) Методы испытаний огнестойких масел

В.1 Внешний вид масла

Внешний вид ОМТИ определяют визуальным просмотром пробы масла в пробирке типа ПХ-25 по ГОСТ 25336 в проходящем свете.

В.2 Определение оптической плотности (цвета)

Определение оптической плотности (цвета) огнестойкого масла (ОМТИ) выполняют в соответствии с требованиями инструкций по эксплуатации приборов, сертифицированных для этих целей.

В.3 Определение массовой доли механических примесей

Массовую долю механических примесей в эксплуатационном масле определяют по ГОСТ 6370, используя в качестве растворителя толуол по ГОСТ 5789.

В.4 Определение массовой доли воды

Количественное определение проводят методом кулонометрического титрования по Карлу Фишеру ГОСТ Р 54281 и ГОСТ 24614.

Возможно определение по ГОСТ 2477. В качестве растворителей следует использовать толуол по ГОСТ 5789.

Визуальный контроль: проба ОМТИ должна быть прозрачной при просмотре на свет при комнатной температуре, что указывает на практическое отсутствие воды в масле.

В.5 Метод определения класса промышленной чистоты

Определение проводят по Б. 7 (приложение Б), при этом в качестве растворителя следует использовать толуол по ГОСТ 5789.

В.6 Метод определения растворенного шлама

Определение проводят по [36], при этом в качестве растворителя следует использовать толуол по ГОСТ 5789.

В.7 Другие методы испытаний.

Методы испытаний ОМ приведены в разделе Библиография [26, 27, 30-32, 34-37].

Приложение Г (рекомендуемое)

Измерение объемного содержания воздуха в минеральных и огнестойких (типа ОМТИ) турбинных маслах

Г.1 Инструкция по выполнению объемного содержания воздуха в минеральных и огнестойких (типа ОМТИ) турбинных маслах

Г.1.1 Назначение и область применения

Настоящий документ – Инструкция по выполнению измерений объемного содержания воздуха в минеральных и огнестойких типа ОМТИ (ОМТИ) турбинных маслах устанавливает процедуру выполнения измерений объемного содержания воздуха турбинных масел на основе отбора из бака масляной системы определенного объема аэрированного масла, разделении его на газовую и жидкостную фазы и измерения объема выделившегося воздуха.

Минеральные турбинные масла производятся на основе базовых масел, получаемых из нефтяного сырья и композиции присадок, обеспечивающих заданные эксплуатационные характеристики и в том числе антикоррозионные свойства.

Огнестойкие турбинные масла типа ОМТИ (ОМТИ) представляют собой смесь триарилфосфатов различного изомерного состава.

Термины и определения, используемые в документе, приведены в разделе 3.

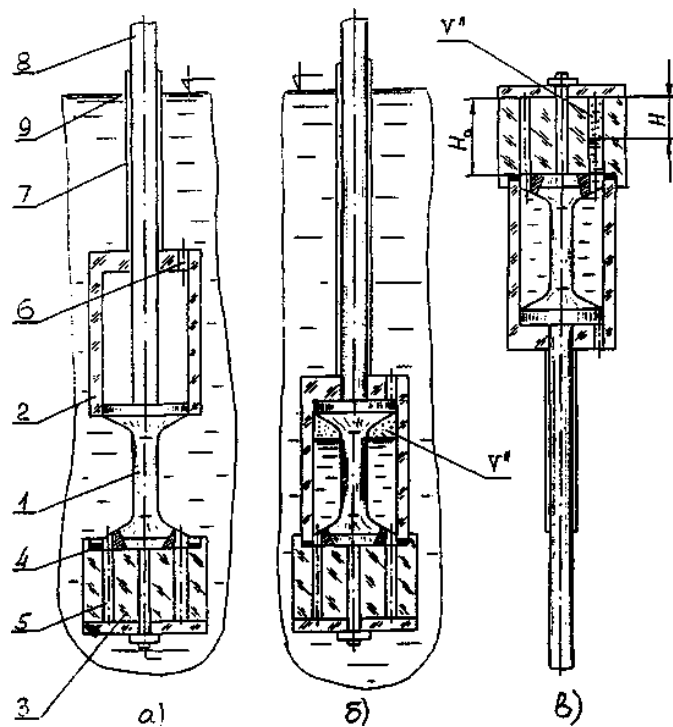
Г.1.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

Для выполнения измерений применяются:

– поршневой пробоотборник, представляющий собой переносной поршневой отсечной механизм (рисунок Г.1), содержащий внутренний неподвижный золотник 1 и охватывающий его снаружи подвижной прозрачный стакан 2 с торцевой отсекающей кромкой. К нижней части золотника прикреплена прозрачная катушка 3, оснащенная гнездом для уплотнительной прокладки 4. Два сверления в катушке образуют глухие измерительные трубки 5 (d_1 и d_2) диаметром соответственно 8 и 10 мм.

Внутреннее пространство между стаканом, золотником и катушкой, условно называемое колбой, определяет объем отсеченной пробы масла. К стакану, имеющему дренажное отверстие 6, присоединена трубчатая штанга 7, внутри которой размещен шток золотника 8. Свободный конец трубчатой штанги и золотника оснащен винтовым механизмом, посредством которого отсекающие кромки стакана могут плотно прижиматься к уплотнительной прокладке катушки и герметизировать отсеченную пробу масла в колбе;

- линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427;
- микробюретка по ГОСТ 29251;
- цилиндр по ГОСТ 1770;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- растворитель Нефрас С2-80/120, высший сорт по ТУ 38.401-67-108-92 [49].



a, б, в – этапы работы пробоотборника;

1 – золотник; *2* – прозрачный стакан; *3* – прозрачная катушка; *4* – прокладка уплотнительная;

5 – измерительная трубка; *6* – дренажное отверстие;

7 – трубчатая штанга; *8* – шток золотника; *9* – уровень масла;

H – переменная высота воздушного слоя в мерной трубке, мм; *H₀* – высота мерной трубки, мм;

V' – объем воздуха в трубке в пределах переменной высоты воздушного слоя *H*, см³.

Рисунок Г.1 – Поршневой пробоотборник азрированного масла

Г.1.3 Метод измерений

Метод основан на измерении объемного содержания воздуха в пробе азрированного турбинного масла, отобранной из бака работающей системы маслоснабжения (например, турбоагрегата), после разделения ее на газовую и жидкостную фазы и измерения объема выделившегося воздуха.

Г.1.4 Требования безопасности

При выполнении измерений необходимо соблюдать правила техники безопасности, противопожарной безопасности, личной гигиены и требования о порядке и правилах выполнения работ в турбинных цехах электростанций, соблюдают правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007. Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005. Организацию обучения работающих безопасности труда осуществляют по ГОСТ 12.0.004.

Г.1.5 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают лиц не моложе 18 лет, имеющих высшее или среднетехническое образование, имеющих опыт проведения химико-лабораторных работ и прошедших инструктаж по технике безопасности. Операторы должны быть знакомы с устройством пробоотборного устройства для определения объемного содержания воздуха, операциями, проводимыми при выполнении измерений и обработке результатов и требованиями по охране труда.

Г.1.6 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в помещении турбинного цеха электростанции, согласно ГОСТ 15150, соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С (20 ± 5);
- атмосферное давление, кПа..... от 84,0 до 106,7;
- влажность воздуха, °С не более 80% при 25.

Содержание агрессивных веществ в воздухе помещения не должно превышать санитарных норм; механические воздействия, внешние электрические и магнитные поля, влияющие на работоспособность, не должны превышать нормативы, установленные для турбинных цехов.

Г.1.7 Подготовка к выполнению измерений

Г.1.7.1 Подготовка к отбору пробы аэрированного масла

Выполнить наладку пробоотборника, тарировку мерных трубок в катушке и пробоотборника в соответствии с рекомендациями Г.3.

Построить тарировочный график пробоотборника (см. рисунок Г.4).

Г.1.7.2 Определение места в ГМБ для отбора представительной пробы масла

В каждой конкретной конструкции ГМБ необходимо найти зону, отбор масла из которой обеспечит наибольшую представительность пробы, отражающей осредненное значение содержания воздуха в масле на выходе из ГМБ. Для фиксирования этой зоны в «чистом» отсеке ГМБ устанавливают опорную площадку (гнездо) для размещения переносного пробоотборника (Г.3). Гнездо и лючок должны быть изготовлены в соответствии с конкретной конструкцией ГМБ (Г.4).

В Г.4 приведены справочные данные о размере для наиболее распространенных отечественных ГМБ. В затруднительных случаях (типовой ГМБ реконструирован, отвод масла из ГМБ нетрадиционный, невозможно подступиться к оптимальной зоне измерения и т.п.) следует обращаться за консультацией в организации, указанные в Г.4.

Г.1.8 Выполнение измерений

Г.1.8.1 Проведение отбора и анализ пробы аэрированного масла

Пробоотборник в открытом положении (т.е. при максимальном смещении стакана относительно золотника) через лючок на крышке ГМБ погрузить до соприкосновения с опорной площадкой (см. рисунок Г.7) и выдержать 6 мин. Затем резким движением опустить стакан вниз, отсекая в колбе фиксированный объем V_k , и герметизировать его поджатием торцевых кромок стакана к уплотнениям катушки (см. рисунок Г.1, б).

Выждать 6 мин для нефтяного масла и 10 мин для огнестойкого масла типа ОМТИ (это необходимо для выделения воздуха из отобранного объема масла), а затем извлечь пробоотборник из маслобака. Досуха обтереть стакан и катушку ветошью и перевернуть пробоотборник доньшком катушки вверх. Перегнать выделившийся воздух из колбы в одну из мерных трубок, размещенных внутри

прозрачной катушки. Замерить толщину Н воздушного слоя в мерной трубке мерной линейкой и по тарировочному графику определить его объем V'' (см. рисунок Г.1, в).

Г.1.8.2 Если время деаэрации анализируемого масла превышает 10 мин, время выдержки может быть продлено для обеспечения выделения воздуха из отобранного объема масла.

Для предварительной оценки содержания воздуха в масле допускается отбор пробы аэрированного масла и без наличия опорной площадки для размещения пробоотборника при условии, что с помощью штанги центр колбы О1 (см. рисунок 3, приложение В) вручную удерживается на оси транзитного потока.

Г.1.9 Обработка результатов измерений

Г.1.9.1 Объемное содержание воздуха в аэрированном масле (ϕ) рассчитывают по формуле

$$\phi = \frac{V''}{V} 100, \quad (\text{Г.1})$$

где V'' – объем воздуха, поместившийся в мерной трубке, см^3 ;

V – объем пробы масла, см^3 .

Г.1.9.2. За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

В случае, если объемное содержание воздуха ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «объемное содержание воздуха в испытуемом масле менее 0,5% (более 15,0%)».

Г.1.10 Контроль качества результатов измерений при реализации методики

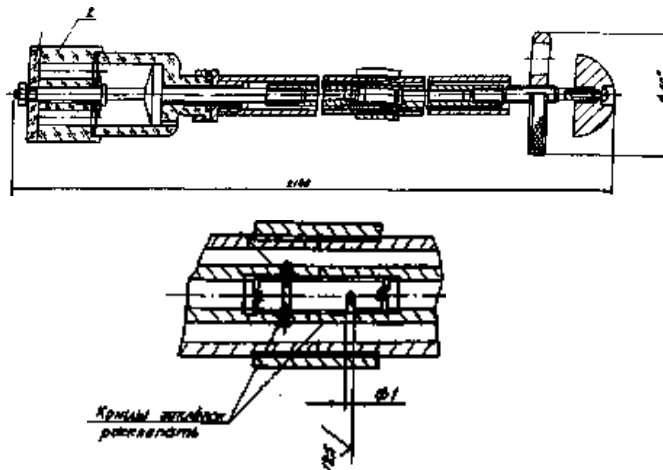
Контроль качества результатов измерений при реализации настоящей Инструкции осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6. Периодичность контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Г.2. Изготовление, наладка и тарировка пробоотборника

Г.2.1. Наладка пробоотборника

Поршневой пробоотборник следует изготовить по рабочей технической документации (чертеж Т 1817), разработанной ОАО «УралВТИ» (г. Челябинск).

Общий вид пробоотборника, предназначенного для использования на турбинах большой мощности (800-1200 МВт) с глубокими (до 2 м) ГМБ, представлен на рисунке Г.2.



П р и м е ч а н и я

- 1 Перед сборкой произвести склеивание дихлорэтаном деталей поз. 1 и 2.
- 2 Размер для справок.

Рисунок Г.2 – Пробоотборник азрированного масла

Трубчатая штанга и размещенный внутри нее шток золотника выполнены составными, поэтому имеется возможность собрать более компактный, укороченный пробоотборник для использования на турбинах малой и средней мощности (25-300 МВт) с менее глубокими главными масляными бакам (ГМБ).

Изготовленный пробоотборник следует наладить, т.е. обеспечить:

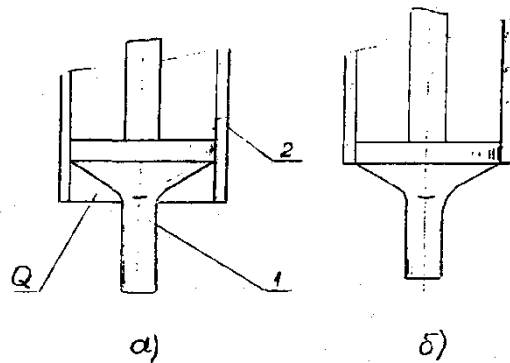
- плавное, без заеданий, перемещение стакана относительно золотника, свободное истечение масла из пространства над золотником через отверстие б;
- отсутствие воздухоулавливающего кармана при максимальном смещении стакана кверху (рисунок Г.3.2);
- герметичное, без перекосов, прилегание торцевых кромок стакана к уплотнительной прокладке катушки: отобранное в колбу масло не должно вытекать

через кромки, а при охлаждении колбы и связанном с этим уменьшении объема масла, наружный воздух не должен в нее подсасываться;

– прозрачность стакана и катушки шлифовкой их поверхностей.

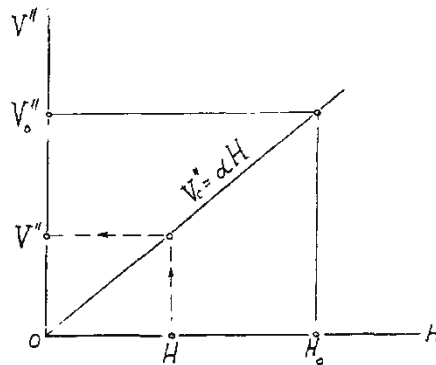
Г.2.2 Тарирование объема мерных трубок в катушке

Измерить фактическую высоту H_0 каждой мерной трубки; объем $V_{0}^{1,2}$ каждой мерной трубки в пределах габарита H_0 , для чего использовать микробюретку и дистиллированную воду при 20 °С. Схема сборки пробоотборника представлена на рисунке Г.3.



a – неправильная, *б* – правильная; 1 – золотник; 2 – прозрачный стакан; *Q* – паразитная емкость.

Рисунок Г.3 – Варианты сборки пробоотборника



H_0 – высота мерной трубки, мм; $V_{0}^{1,2}$ – объем мерной трубки в пределах H_0 , см³;

H – переменная высота мерной трубки, мм;

$V^{1,2}$ – переменный объем мерной трубки в пределах H , см³.

Рисунок Г.4 – Тарировочный график для измерительных трубок

Построить для каждой трубки тарировочный график (рисунок Г.4), т.е. линейную зависимость

$$V_{0}^{1,2} = \alpha_{1,2} H, \quad (\text{Г.2})$$

где H – высота воздушного слоя в мерной трубке, мм;

$V_{0,2}$ – объем воздуха в пределах высоты мерной трубки H_0 , см³;

$\alpha \approx \frac{V_0''}{H_0}$ – угловой коэффициент, соответствующий одному делению шкалы (ось H) в

объемных единицах (ось V''),

где H_0 – высота мерной трубки, мм.

Г.2.3 Тарирование пробоотборника

Отобрать в колбу пробоотборника из емкости порцию предварительно деаэрированной воды с температурой 20°C. Выждать 4-6 мин и резким движением опустить стакан до соприкосновения с катушкой. Герметизировать фиксированный объем воды, привинтив кромки стакана к уплотнению катушки. Убедиться в отсутствии воздушных пузырьков в воде, заполняющей колбу и мерные трубки катушки. Осушить ветошью наружные поверхности пробоотборника. Слить воду из колбы в мерный цилиндр, не допуская при этом опорожнения мерных трубок в катушке, и определить объем колбы V_k , см³.

Г.2.4 Построение тарировочного графика

Координаты тарировочного графика (рисунок Г.5) вычисляют по формуле

$$\varphi = \beta \cdot H \quad (\text{Г.3})$$

где φ – объемное воздухосодержание масла, отобранного в колбу;

H – переменная высота воздушного слоя в мерной трубке, мм;

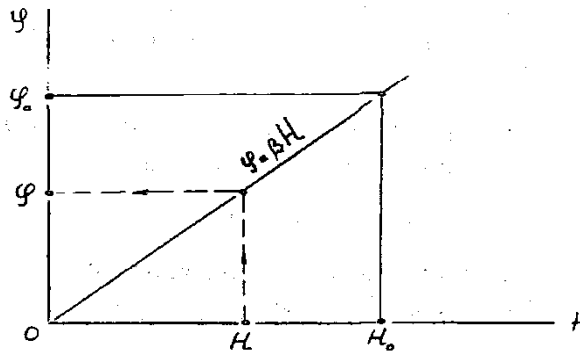
$$\beta = \frac{V''}{V_k \cdot H_0} \cdot 100 \quad (\text{Г.4})$$

где β – угловой коэффициент, соответствующий одному делению шкалы (ось H) в единицах объемного содержания воздуха в масле (ось φ),

V'' – объем воздуха в пределах переменной высоты слоя H мерной трубы, см³;

V_k – вместимость колбы, см³;

H_0 – высота каждой мерной трубки, мм.

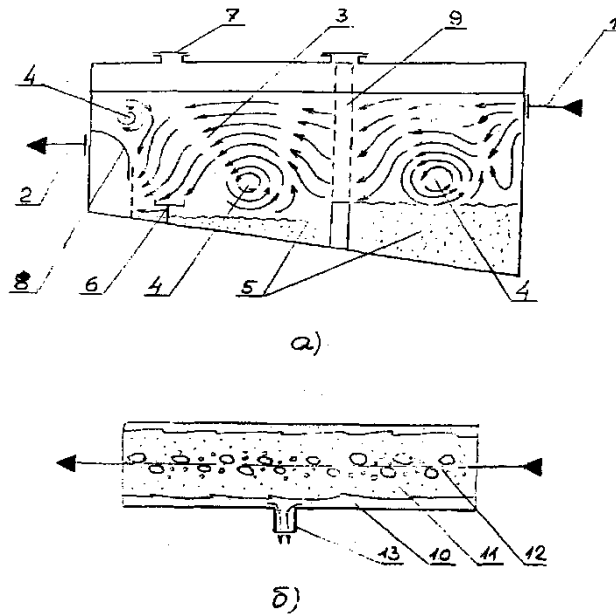


H – переменная высота воздушного слоя в измерительной трубке, мм;
 φ – объемное воздухосодержание масла, %;
 β – угловой коэффициент, соответствующий одному делению шкалы (ось H) в единицах объемного воздухосодержания масла.

Рисунок Г.5 – Тарировочный график объемного содержания воздуха.

Г.3 Определение места в ГМБ для отбора представительной пробы масла

Наряду с областью прохождения основного потока азрированного масла в ГМБ существуют зоны промежуточные с вихревым движением и «мертвые» застойные, где нет диспергированного воздуха. Во всасывающем маслопроводе на участке между ГМБ и насосом по сечению трубы из-за пристенных эффектов также имеется область неравномерного воздухосодержания масла (рисунок Г.6 б). Поэтому проба, отобранная из случайной точки ГМБ или маслопровода, не даст достоверной информации о содержании воздуха всего потока масла. В каждой конкретной конструкции ГМБ необходимо найти зону, отбор масла из которой обеспечит наибольшую представительность пробы, отражающей осредненное значение воздухосодержания масла на выходе из ГМБ. Для фиксирования этой зоны в "чистом" отсеке ГМБ следует установить опорную площадку (гнездо) для размещения переносного пробоотборника.



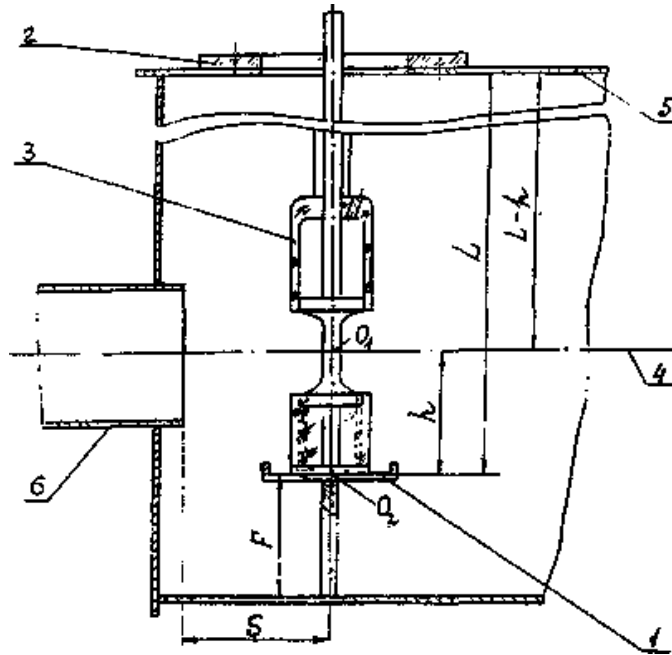
- 1 – подвод масла; 2 – отвод масла; 3 – транзитный поток; 4 – спутный вихревой поток;
 5 – «мертвая» зона; 6 – опорная площадка (гнездо); 7 – лючок; 8 – козырек;
 9 – рамные фильтры; 10 – пристенный слой чистого масла; 11 – промежуточный слой;
 12 – «стержень» интенсивно азрированного масла;
 13 – отборник (дренаж) непредставительной пробы масла.

Рисунок Г.6 – Структура потока азрированного масла в ГМБ (а) и трубопроводе (б).

Над гнездом в крышке ГМБ необходимо сделать лючок для вертикального погружения пробоотборника (рисунок Г.7). Гнездо и лючок должны быть изготовлены в соответствии с конкретной конструкцией ГМБ.

Центры колбы пробоотборника и гнезда (точки O_1 и O_2 на рисунке Г.7) должны находиться напротив устройства для отвода масла из ГМБ к насосу (инжектору) на расстоянии $S \leq 250-300$ мм от горизонтального выходного патрубка (рисунки Г.7; Г.8, д), от подкозырькового дырчатого листа (рисунок Г.8, а), от всасывающей камеры насоса или инжектора (рисунки Г.3.3, б и г) и от вертикального выходного патрубка (рисунки Г.3.3, в и е).

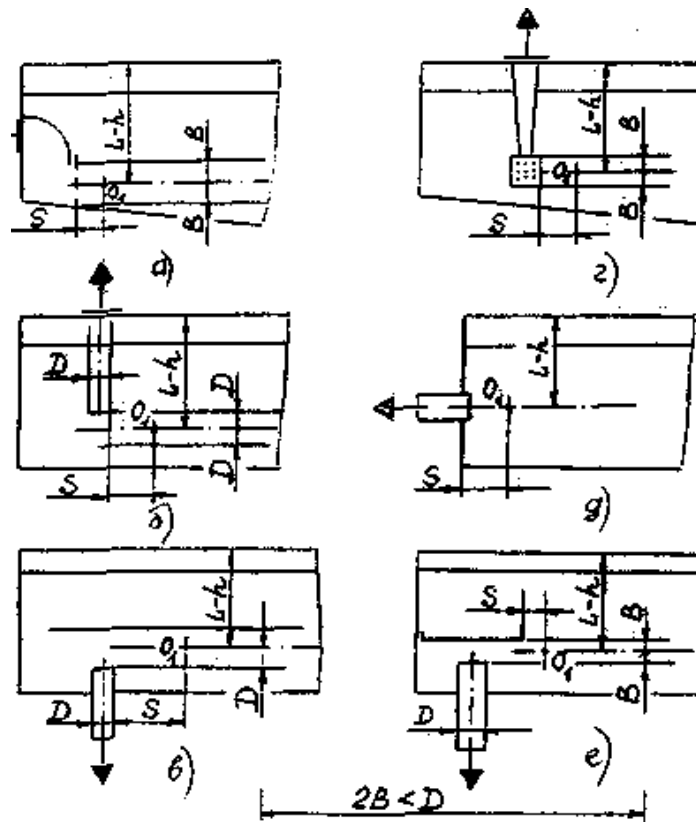
Центральная часть колбы пробоотборника должна находиться на оси транзитного потока масла на выходе из ГМБ (точка O_1 на рисунках Г.7 и Г.7) на расстоянии $(L - h)$ от крышки бака, где $h \approx 50$ мм – расстояние между точками O_1 и O_2 , определяющее величину смещения (заглубления) опорной площадки относительно оси проходящего потока.



O_1 – центр колбы пробоотборника; O_2 – центр опорной площадки;
 h – расстояние между центрами O_1 и O_2 ; L – расстояние от крышки ГМБ до опорной площадки; 1 – опорная площадка;
 2 – лючок; 3 – прозрачный стакан пробоотборника;
 4 – ось транзитного потока масла на выходе из ГМБ; 5 – крышка ГМБ;
 6 – патрубок для сосредоточенного отвода масла из ГМБ;
 F – высота стойки для опорной площадки; S – расстояние между центром колбы пробоотборника и центром оси патрубка для сосредоточенного отвода масла.

Рисунок Г.7 – Установка в ГМБ опорной площадки для размещения пробоотборника.

В Г.4 приведены справочные данные о размере $(L - h)$ для наиболее распространенных отечественных ГМБ. В затруднительных случаях (типовой ГМБ реконструирован, отвод масла из ГМБ нетрадиционный, невозможно подступиться к оптимальной зоне измерения и т.п.) следует обращаться за консультацией в организации, указанные в Г.4.



- а – рассредоточенный через подкрырьковый дырчатый лист;
 б – сосредоточенный через всасывающую камеру инжектора или погруженного маслонасоса;
 в – через вертикальный патрубок; г – рассредоточенный через «юбку» инжектора;
 д – через горизонтальный патрубок; е – через патрубок, огражденный щитком;
 O_1 – центр колбы пробоотборника; S – расстояние до устройства для отвода масла из ГМБ;
 D – диаметр патрубка, камеры; $L - h$ – расстояние от крышки ГМБ до оси транзитного потока; $2B$,
 $2D$ – толщина транзитного потока масла.

Рисунок Г.8 – Варианты схем отвода масла из ГМБ.

Г.4 Расстояние от крышки ГМБ до оси транзитного потока масла на выходе из ГМБ для турбоагрегатов разного типа

Характеристика ГМБ	Вариант схемы отвода масла из ГМБ (см. рисунок Г.8)	Размер $(L - h)$, мм (см. рисунки Г.7 и Г.8)
Номинальная вместимость $V = 14 \text{ м}^3$ для турбин ЛМЗ и ТМЗ серии В (ВК-25, ВТ-25, ВПТ-25, ВК-50, ВК-100)	<i>a</i>	1100
$V = 28 \text{ м}^3$ для турбин ЛМЗ К-200-130 (ПВК-200)	<i>z</i>	1000
$V = 37 \text{ м}^3$ для турбин ЛМЗ К-300-240-1	<i>a</i>	1800
$V = 40 \text{ м}^3$ для турбин ЛМЗ К-800-240-2	<i>a</i>	1890
Унифицированный ряд, $V = 37; 47; 80 \text{ м}^3$ для турбин ЛМЗ К-800-240-5, К-1000-60/3000, К-1200-240, К-500-240-4, К-300-170, К-225-130	<i>д</i>	1580
$V = 25 \text{ м}^3$ для турбин ХТЗ К-160-130 (ПВК-150)	<i>z</i>	1550
Прямоугольная форма, $V = 45 \text{ м}^3$ для турбин ХТЗ К-300-240	<i>в</i>	1130
Криволинейная форма, $V = 56 \text{ м}^3$ для турбин ХТЗ К-220-44, К-300-240	<i>e</i>	3240
$V = 52 \text{ м}^3$ для турбин ХТЗ К-500-240-2	<i>a</i>	1930
Унифицированный ряд. Секционные с встроенными маслонасосами $V = 70, 127 \text{ м}^3$ для турбин ХТЗ К-500-65/3000, К-500-65/1500, К-1000-65/3000	<i>б</i>	2860
$V = 26 \text{ м}^3$ для турбин ТМЗ Т-100/120-130	<i>б</i>	1625
$V = 51 \text{ м}^3$ для турбин ТМЗ Т-250/300-240	<i>a</i>	1870

Приложение Д (Рекомендуемое)

Рекомендации по порядку ввода в эксплуатацию нефтяных турбинных масел различных марок, допущенных к применению в оборудовании АС

Д.1 Пробы турбинного масла одной марки, отобранные от разных товарных партий, изготовленных одним изготовителем на одном предприятии, в соответствии с одними техническими условиями, имеют, как правило, незначительные расхождения, так как эти масла произведены по одной технологии на основе базовых масел близкого группового состава и с использованием одних и тех же присадок.

Товарные масла одной марки, изготовленные в соответствии с одними техническими условиями разными изготовителями или одним изготовителем, но произведенные на разных предприятиях, могут различаться по групповому составу базовых масел или номенклатуре использованных присадок.

При необходимости смешения таких товарных масел следует в лабораторных условиях приготовить образец, содержащий эти масла в соотношении, в которых предполагается их смешать. Условия смешения: температура масла от 50°С до 60°С в течение времени 1 ч, объем смешения не менее 1 л.

Приготовленный образец, а также образцы, отобранные из каждой из исследуемых партий масла, испытать по показателям:

- кислотное число (ГОСТ 11362 или ГОСТ 5985);
- стабильность масла против окисления (ГОСТ 981);
- время деэмульсации (ГОСТ 12068);
- время деаэрации [27];
- антикоррозионные свойства [26];
- массовая доля шлама [22].

Если при испытании смеси хотя бы по одному из показателей полученное значение превышает значение показателя у масла с наибольшим значением (хуже

наихудшего), то смешение таких масел не целесообразно. Такие масла должны быть использованы отдельно и соответствовать требованиям таблиц 6.1 и 6.2.

Д.2 Восприимчивость эксплуатационных масел не одинакова к доливкам свежих масел разных изготовителей, использующих отличающиеся пакеты присадок, и во многом зависит от состава продуктов старения, накопленных в эксплуатационном масле.

При введении в эксплуатацию свежих масел следует руководствоваться следующими рекомендациями:

- наиболее эффективна полная замена эксплуатационного масла на новое с предварительным проведением полноценной отмывки маслосистемы от шлама и остатков старого масла;

- на доливки в маслосистему предпочтительнее использовать то же масло, которое было изначально залито в это оборудование;

- если необходимо сделать доливки свежим маслом в маслосистему, в которой работает масло иной марки, имеющее достаточно длительный срок эксплуатации (кислотное число масла – 0,10 мг КОН/г и более), то перед проведением доливок необходимо выполнить в лабораторных условиях тестовые испытания на совместимость смешиваемых масел в объеме испытаний, указанном в Д.1. Масла считаются совместимыми, если доливка свежего масла не приводит к ухудшению качества эксплуатационного масла. В случае ухудшения одного или нескольких показателей приготовленного образца, следует определить оптимальный объем доливок, не приводящий к ухудшению свойств эксплуатационного масла.

Приложение Е
(рекомендуемое)
Требования к определению эффективности
маслоочистительного оборудования

Е.1 Определить эффективность действия МОО, предназначенного для обработки (подготовка к заливу, очистка, регенерация и др.) энергетических масел можно, используя два основных критерия это – способность МОО обеспечить качество масла в соответствии с требованиями разделов 5-7 и оценка коэффициента очистки (ГОСТ Р 50554). Коэффициент очистки наиболее удобен для оценки эффективности МОО различных типов, использующих различные технологии и способы очистки масел.

Е.2 Коэффициент очистки (K_o) рассчитывается по формуле Е.1:

$$K_o = C_1/C_2 \quad (E.1)$$

где K_o – коэффициент очистки, характеризующий эффективность конкретного вида (марки) МОО удалять из энергетического масла определенный вид загрязнения (вода, механические примеси, газы, продукты старения и т.п.);

C_1 – концентрация определенного вида загрязнения в исходном энергетическом масле до очистки на МОО;

C_2 – концентрация определенного вида загрязнения в энергетическом масле после его очистки на МОО за 1 цикл.

Примечание – C_1, C_2 определяются посредством отбора проб масла и его анализа с применением методик определения показателей качества масла, в соответствии с требованиями разделов 5-8.

Возможно применение для этих целей приборов встроенного контроля, если результаты анализа, полученные с их помощью, соответствуют результатам лабораторных испытаний проб масла (относительная погрешность не более 20%).

Возможно определение K_o с применением показателей качества, характеризующих основные эксплуатационные свойства масла (например: $U_{пр}$ и $\text{tg } \delta$ для трансформаторных масел).

Е.3 Коэффициент очистки МОО при определении эффективности очистки масла от твердых частиц (механических примесей) должен учитывать минимальный размер частиц, который требуется удалять из масла, чтобы обеспечить необходимое

качество масла в соответствии с требованиями раздела 5-7. Для фильтров данный размер определяется такой характеристикой как номинальная или абсолютная тонкость фильтрации. Поэтому K_0 при определении эффективности очистки масла от твердых частиц (механических примесей) принимает следующий вид:

$$K_{oi} = C_{i1} / C_{i2} \quad (E.2)$$

где K_{oi} – коэффициент очистки, характеризующий эффективность конкретного вида (марки) МОО удалять из энергетического масла механические примеси размером i мкм и более (например, $K_{0,5}$ – коэффициент очистки для механических примесей размером более 5 мкм и т.п.);

C_{i1} – количество твердых частиц размером i мкм и более в исходном энергетическом масле до очистки на МОО;

C_{i2} – количество твердых частиц размером i мкм и более в энергетическом масле МОО после его очистки на МОО за 1 цикл.

Е.4 Коэффициент очистки МОО можно определить на МХ или на специальном стенде, применяя схему испытания, приведенную на рисунке Е.1.

Е.5 Требования к оборудованию схемы для определения K_0 :

- для испытаний МОО может быть применено штатное оборудование МХ;
- КИП (указатели уровня, манометры и счетчик расхода масла) должны быть поверены;
- резервуары и трубопроводы должны быть откалиброваны, их вместимость должна обеспечить работу МОО в течение 1 ч (не менее);
- вместо отбора проб из ПК2 и ПК3 могут быть применены датчики (приборы) встроенного контроля для мониторинга C_1 и C_2 ;
- насос Н2 должен обеспечивать не менее 8-кратную циркуляцию масла в резервуаре Р1 за 1 ч, с целью обеспечения равномерного распределения загрязнений в исходном масле.

Отбор проб масла следует осуществлять в соответствии с требованиями приложения Ж:

– если МОО имеет собственный масляный насос, то насос Н1 из схемы исключается;

– вместо отбора проб из ПК2 и ПК3 может осуществляться отбор проб масла из штатных пробоотборных точек МОО.

Е.6 Рекомендации по качеству исходного масла для испытаний:

– наиболее целесообразно для испытаний применять свежие масла;

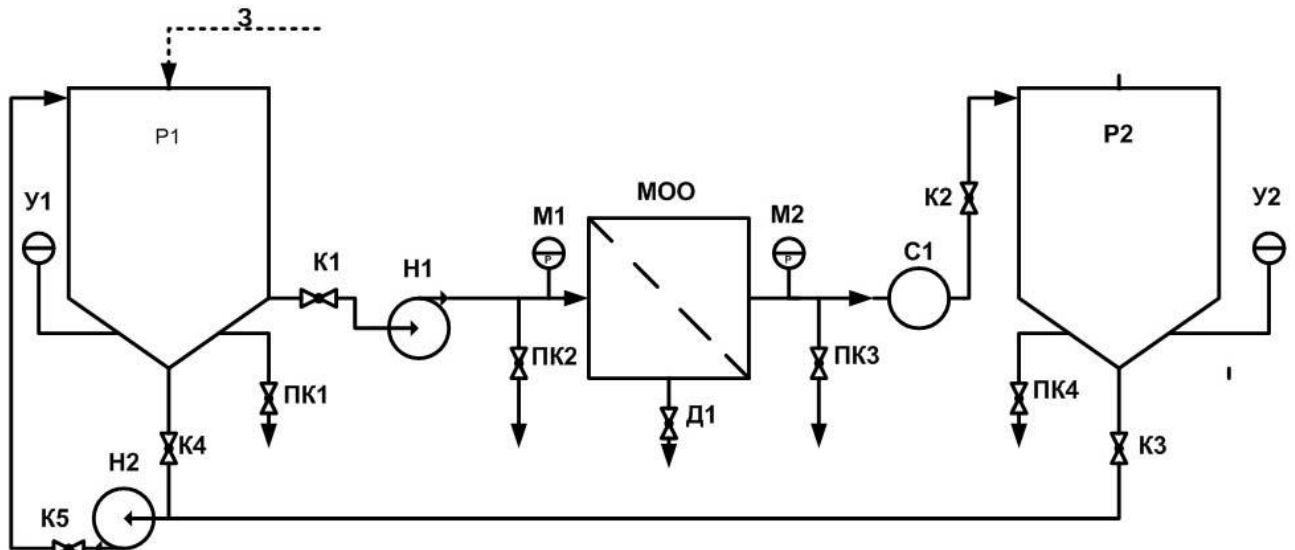
– исходное турбинное масло должно иметь класс промышленной чистоты 13-14 по ГОСТ 17216, содержание воды от 800 до 1200 мг/кг по ГОСТ Р 54281;

– исходное трансформаторное масло должно иметь класс промышленной чистоты

13-14 по ГОСТ 17216, содержание воды от 30 до 50 мг/кг по ГОСТ Р МЭК 60814, пробивное напряжение от 10 до 20 кВ по ГОСТ 6581;

– исходное ОМ должно иметь класс промышленной чистоты 13-14 по ГОСТ 17216, содержание воды от 2000 до 3000 мг/кг по ГОСТ Р 54281;

Принципиальная схема для определения эффективности действия МОО

**Обозначения на схеме:**

МОО – маслоочистительное оборудование;
 P1, P2 – резервуары для масла;
 Н1, Н2 – масляные насосы;
 У1, У2 – указатели уровня масла;
 С1 – счетчик расхода масла;
 М1, М2 – манометры;
 К1 - К5 – запорная арматура (краны);
 ПК1 - ПК4 – краны (точки) для отбора проб масла;
 Д1 – дренаж (кран выгрузки выделенных загрязнений);
 3 – загрузка искусственного загрязнителя.

Рисунок Е.1 – Принципиальная схема для определения эффективности действия
маслоочистительного оборудования

Е.7 Порядок проведения испытаний при определении K_o :

- залить исходное масло в резервуар P1, включить насос Н2 на циркуляцию масла в P1 по замкнутой схеме;
- ввести в масло искусственный загрязнитель (дистиллированная вода, кварцевая пыль, масляный шлам и т.п.);
- перемешать масло в течение 1 ч, отобрать пробу из ПК1 (C_1);
- выполнить анализ пробы масла;
- включить МОО в работу;
- через каждые 5 мин отбирать пробы масла из ПК2 и ПК3, выполнять анализ проб масла, или контролировать C_1 и C_2 с помощью приборов встроенного контроля;
- контролировать параметры испытания (уровень масла, давление, расход масла, при необходимости температуру);

- через 1 ч остановить МОО, отобрать пробу из Р2 через ПК4, выполнить анализ (C_2);
- обработать результаты анализов проб масел и испытаний, рассчитать K_0 , как среднеарифметическое значение (не менее чем для 10 проб масла);
- для повторения испытаний перекачать масло из Р2 в Р1 с помощью насоса Н2.

Е.8 Рекомендуемые K_0 :

- K_0 для воды не менее 2;
- K_0 для механических примесей не менее 25.

Е.9 Для оценки эффективности МОО одинакового назначения, но разной производительности, можно использовать характеристику эффективной производительности, которую можно рассчитать по формуле Е.3

$$Q_3 = (K_0 - 1) Q / 10 \quad (\text{Е.3})$$

где Q_3 – эффективная производительность МОО;

K_0 – коэффициент очистки;

Q – паспортная производительность МОО;

10 – коэффициент учитывающий, необходимую кратность циркуляции при очистке по замкнутому контуру.

Е.10 При определении эффективности действия МОО необходимо также определить отсутствие отрицательного воздействия МОО на другие эксплуатационные характеристики масла, для чего рекомендуется выполнить расширенный анализ проб масла в начале и окончании испытаний (отбор проб из ПК1 и ПК4) в соответствии с требованиями разделов 5-7.

Е.11 При определении эффективности действия МОО при регенерации масла необходимо определять изменение всех показателей качества, определяющих технические требования к качеству регенерированных масел.

Е.12 Следует принимать во внимание, что с уменьшением концентрации загрязнения эффективность очистки может уменьшаться.

Е.13 Дополнительно для сравнительной оценки эффективности действия МОО, использующих различные технологии, может быть применен анализ грязеемкости (количество загрязнений, выделяемых из масла до момента замены фильтровального элемента или необходимости технического обслуживания МОО для удаления осадков) и расчет коэффициент отсева K_{ϕ} по формуле Е.4.

$$K_{\phi} = (C_1 - C_2) / C_1 = 1 - 1 / K_0. \quad (\text{Е.4})$$

Приложение Ж
(рекомендуемое)
Порядок отбора проб масел

Ж.1 Основная задача персонала при отборе проб – обеспечить представительность пробы, т.е. ее соответствие и идентичность той жидкости, которая содержится в оборудовании или в емкости.

Ж.2 Отбор проб товарных масел из транспортной емкости необходимо осуществлять в соответствии с требованиями ГОСТ 2517 или ГОСТ 31873. Из транспортной емкости всегда отбирают объединенную пробу, которую затем разделяют на 3 пробы (контрольная и 2 арбитражные). В случае несоблюдения процедуры отбора проб по ГОСТ 2517, претензия по качеству поступившего масла не будет обоснованной. Арбитражные пробы используют для анализа при возникновении разногласий с поставщиком масла при оценке его качества.

Ж.3 Отбор проб трансформаторных масел из электрических аппаратов и других емкостей необходимо осуществлять в соответствии с требованиями ГОСТ 6433.5 и ГОСТ Р МЭК 60475. В случае необходимости отбора проб дегазированных, глубоко осушенных масел для определения их влагосодержания, газосодержания и (или) электроизоляционных характеристик целесообразно отбор проб осуществлять в соответствии с требованиями методики испытаний масел (метод газовой хроматографии СО 34.43.107, СТО 56947007-29.180.010.007).

Ж.4 Отбор проб турбинных масел следует осуществлять по Ж.8.

Ж.5 Небрежный отбор проб или загрязнение пробоотборной посуды приводит к ошибочным заключениям в отношении качества масла и к неоправданным потерям времени, трудозатрат и расходов на транспортировку и контроль проб, т.е. правильный и грамотный отбор проб является важнейшим фактором для получения достоверных результатов испытаний.

Ж.6 При отборе проб масла следует соблюдать следующие основные правила:

– отбор проб необходимо выполнять специально подготовленным персоналом, прошедшим необходимый инструктаж;

– избегать выполнения отбора проб при плохой погоде (осадки, сильный ветер с пылью, запыленность и загазованность помещения и др.) или соблюдать при этом дополнительные меры предосторожности для предотвращения загрязнения пробы из окружающей среды;

– использовать только специально подготовленную, т.е. чистую и сухую посуду, рекомендуется применять для отбора проб стеклянные бутылки (желательно из темного стекла) с внешней винтовой полиэтиленовой крышкой или бесшовные металлические банки, возможно применение одноразовых полимерных пакетов, если они официально сертифицированы для отбора проб энергетических масел;

– допускается применение для отбора проб специальных полимерных пакетов (инертных и устойчивых к воздействию нефтепродуктов) или банок, если не планируется длительное хранение пробы в лаборатории (в течение более чем 1 недели);

– использовать только специально подготовленные, т.е. чистые и сухие шланги для отбора проб, рекомендуется применять для отбора проб прозрачные шланги (силиконовые или из ПВХ, инертные и устойчивые к воздействию нефтепродуктов);

– выполнить внешний осмотр посуды и шлангов для отбора пробы, убедиться в их чистоте;

– транспортировать посуду к месту отбора проб герметично закрытой в специальном контейнере или коробке, для устранения риска ее загрязнения;

– транспортировать шланги к месту отбора проб в герметично закрытом полиэтиленовом пакете;

– выполнить внешний осмотр пробоотборной точки или крана, при необходимости очистить их от загрязнения (для очистки рекомендуется применять специальные салфетки, не оставляющие волокон);

– подсоединить шланг для отбора пробы, подготовить посуду;

– слить достаточное количество масла (не менее 2 л) для удаления загрязнения, которое может находиться на пробоотборном патрубке, в линии или шланге;

- ополоснуть пробоотборную посуду отбираемым маслом (не менее 2 раз, заполняя пробоотборную посуду не менее чем на 30%);
- обеспечить наполнение каждого сосуда для отбора пробы на 90-95% его вместимости, рекомендуется шланг для отбора пробы погружать до дна посуды, чтобы избежать интенсивного перемешивания пробы с воздухом;
- сразу же после заполнения сосуд с пробой герметично закрыть крышкой, необходимо контролировать, чтобы между поверхностью пробы и крышкой оставалось свободное пространство от 15 до 20 мм;
- после отбора пробы восстановить первоначальный вид пробоотборной точки или крана (закрывать, демонтировать штуцер или установить защитный колпак, если таковой имеется, и т.п.);
- применять для уплотнения пробоотборных точек или кранов только маслостойкую резину или фторопластовые уплотнительные материалы, исключить использование для этих целей волокнистых материалов (пакля, асбестовые или графитовые шнуры и т.п.);
- промаркировать пробу или проверить правильность и полноту маркировки этикетки на пробе;
- хранить образцы проб в темном и прохладном месте, если в качестве пробоотборника использовались прозрачные бутылки, не допускать близкого контакта с источниками тепла и особенно не оставлять под воздействием прямого солнечного света.

Ж.7 Отбор проб из электрооборудования производят при обычном режиме работы или сразу после его отключения. Это требование особенно важно выполнять, когда определяют содержание воды или зависящие от него характеристики (пробивное напряжение, тангенс угла диэлектрических потерь и др.). При охлаждении масла после отключения электрооборудования, вода может сорбироваться твердой изоляцией, что приведет к изменению содержания воды и зависящих от нее характеристик масла ($U_{пр.}$ и $\operatorname{tg} \delta$). Рекомендуется при этом фиксировать температуру масла при отборе пробы.

Ж.8 Отбор проб турбинного масла из транспортных емкостей, резервуаров хранения и оборудования рекомендуется выполнять в соответствии с требованиями ГОСТ 2517 из штатных пробоотборных точек. Если таковые точки отсутствуют, то рекомендуется применять специальные переносные устройства для отбора проб. Отбор проб масла из маслосистем турбоагрегатов и другого тепломеханического оборудования с применением переносной системы отбора проб рекомендуется проводить из отсека чистого масла маслобака в соответствии со схемой, приведенной на рисунке Ж.1. Отбор пробы из грязного отсека может выполняться дополнительно, в случае необходимости, когда возникает задача определения количества и природы частиц загрязнения, выносимых маслом из маслосистемы. Предлагаемая схема отбора проб распространяется только на не работающее оборудование.

Отбор проб из ТМО

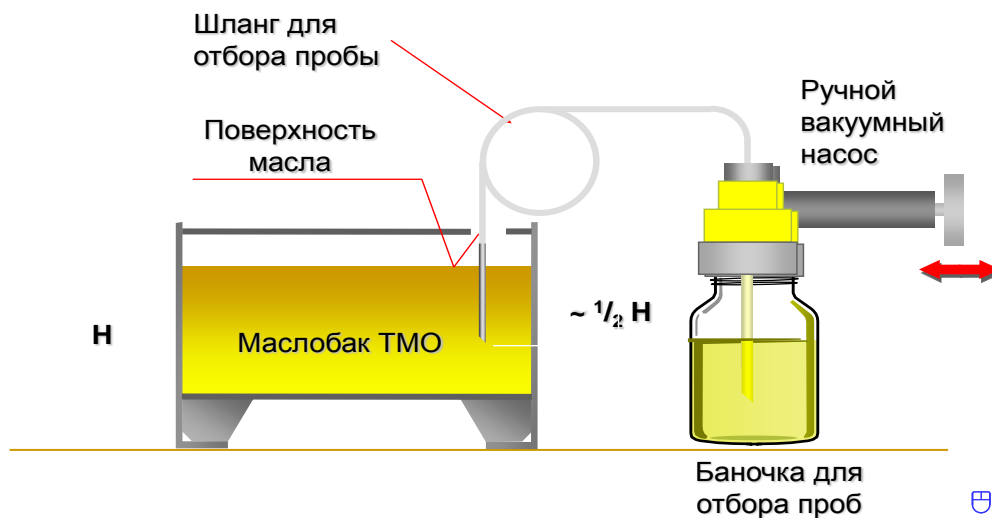


Рисунок Ж.1 – Отбор проб турбинного масла из оборудования (маслобака)

Ж.9 После доставки проб в лабораторию не следует сразу открывать сосуды и приступать к испытаниям, а необходимо подождать до тех пор, пока температура пробы не достигнет комнатной.

Приложение И (справочное) Новые марки минеральных турбинных масел

И.1 Рядом изготовителей в настоящее время разработаны и выпускаются турбинные масла новых марок, характеристики которых приведены в таблице И.1:

– масла турбинные ТНК ТУРБО (ТУ 0253-031-44918199-2008 [45]) производятся предприятием ООО «РН-Смазочные материалы» двух классов вязкости (ТНК Турбо 32 и ТНК Турбо 46) и содержат присадки, обеспечивающие их улучшающие их эксплуатационные свойства, в том числе антиокислительные, противокоррозионные, деэмульгирующие и антипенные свойства. Масла ТНК Турбо EP 32 и ТНК Турбо EP 46 обладают улучшенными противоизносными свойствами;

– масла турбинные ЛУКОЙЛ ТОРНАДО Т (Стандарт ООО «ЛЛК-Интернешнл» СТО 79345251-036-2010), выпускаются предприятиями ООО «ЛЛК-Интернешнл» двух классов вязкости ЛУКОЙЛ ТОРНАДО Т 32 и ЛУКОЙЛ ТОРНАДО Т 46 изготавливаются на основе высокоиндексных базовых масел, полученных путем гидрокаталитических процессов, с добавлением функциональных присадок.

И.2 Порядок и условия применения новых масел должны быть согласованы изготовителем маслonaполненного энергетического оборудования. Качество новой марки масла должно соответствовать требованиям заводских инструкций (руководств) по эксплуатации маслonaполненного энергетического оборудования, в котором данное масло планируется использовать, что должно быть подтверждено соответствующим документом (сертификатом, экспертным заключением, письмом изготовителя маслonaполненного энергетического оборудования).

Т а б л и ц а И.1 – Показатели качества новых марок нефтяных турбинных масел

Наименование показателя	ТНК Турбо 32	ТНК Турбо EP 32	ТНК Турбо 46	ТНК Турбо EP 46	ЛУКОЙЛ Торнадо Т 32	ЛУКОЙЛ Торнадо Т 46	Метод испытания
1 Вязкость кинематическая, мм ² /с при температуре 40 °С	28,8-35,2	28,8-35,2	41,4-50,6	41,4-50,6	28,8-35,2	41,4-50,6	ГОСТ 33
2 Индекс вязкости, не менее	95				120		ГОСТ 25371
3 Кислотное число, мг КОН/г не более	0,04-0,07	0,05-0,085	0,04-0,07	0,05-0,085	0,10		ГОСТ 11362, ГОСТ 5985
4 Стабильность против окисления* при 150 °С и расходе кислорода 3 дм ³ /ч, не более: – массовая доля осадка,% массы – кислотное число, мг КОН/г – содержание летучих низкомолекулярных кислот, мг КОН/г							ГОСТ 981
5 Температура вспышки в открытом тигле, °С, не ниже	195		200		220	240	ГОСТ 4333
6 Температура застывания, °С, не более	Минус 15		Минус 10		Минус 10		ГОСТ 20287
7 Время деэмульсации, с, не более	180				180		ГОСТ 12068
8 Коррозия на стальных стержнях	Отсутствие				Отсутствие		ГОСТ 19199
9 Коррозионное воздействие на пластинку из меди, группа, не более	1				1в		
10 Массовая доля механических примесей, % массы, не более	0,005				Отсутствие		ГОСТ 6370
11 Массовая доля воды,% массы	Отсутствие				Отсутствие		ГОСТ 2477
12 Плотность при 20 °С, кг/м ³ , не более	900				Не нормируется, определение обязательно		ГОСТ 3900
13 Массовая доля серы,% массы не более	0,45				Не нормируется, определение обязательно		ГОСТ 1437
14 Цвет на колориметре ЦНТ, ед. ЦНТ, не более	1,5				1		ГОСТ 20284

Окончание таблицы И.1

Наименование показателя	ТНК Турбо 32	ТНК Турбо EP 32	ТНК Турбо 46	ТНК Турбо EP 46	ЛУКОЙЛ Горнадо Т 32	ЛУКОЙЛ Горнадо Т 46	Метод испытания
15 Воздухоотделение при 50 °С, (время деаэрации), мин, не более	3		4		3		ГОСТ ISO 9120 [5], ASTM D 3427 [6]
16 Склонность к пенообразованию Тенденция/стабильность, мл/мл, не более Последовательность 1 при 24 °С Последовательность 1 при 93 °С Последовательность 1 при 24 °С после испытания при 93 °С	250/0 50/0 250/0	250/0 50/0 250/0	450/0 50/0 450/0	450/0 50/0 450/0	50/0 50/0 50/0		ASTM D 892 [7]
17 Окислительные характеристики (TOST) – осадок после 1000ч, мг, не более – время достижения кислотного числа 2 мг KOH/г, ч, не менее	– 2000				200 3500		ГОСТ ISO 4263-1, ASTM D 943 [10]
18 Индукционный период окисления (PRVOT), мин, не менее	–				1000		
19 Класс промышленной чистоты	11				–		ГОСТ 17216
20 Трибологическая характеристика: Диаметр износа (ДИ) при осевой нагрузке 196Н(20 кгс) при 20 ± 5 °С в течение 1 ч, мм, не более	–	0,40	–	0,40	–		ГОСТ 9490, ASTM D 2266 [11]
21 Противоизносные свойства FZG, ступени нагрузки, не менее	–	10	–	10	–		ASTM D 5182 [14]

Приложение К
(рекомендуемое)
Модернизация оборудования масляных хозяйств

К.1 Положения настоящего приложения носят рекомендательный характер. Решение о необходимых объемах и сроках проведения модернизации принимается на основании результатов обследования МХ и определения эффективности действия МОО (приложение Е).

К.2 При проведении модернизации МХ и МОО должны учитываться требования ГОСТ 1510 и документов указанных в разделе 9.

К.3 При модернизации резервуаров МХ необходимо учитывать следующие рекомендации:

– указатели уровня на резервуарах, должны обеспечивать сигнализацию и блокировку работы насосов (подающих в резервуары масло) при достижении заданного или предельного уровня масла;

– ВОФ на дыхательных линиях резервуаров, должны быть оборудованы масляными затворами или перепускными клапанами и индикаторами состояния осушителя, на резервуарах вместимостью более 30 м³ следует устанавливать сдвоенные ВОФ (два ВОФ параллельно на одном кронштейне);

– внутренние поверхности резервуаров рекомендуется защищать с помощью специальных маслобензостойких антикоррозионных полимерных покрытий, материал покрытий должен быть инертен к маслу (т.е. не оказывать отрицательного влияния на качество горячего масла при контакте в течение длительного срока, температура масла до 70 °С), что должно быть подтверждено соответствующими результатами лабораторных испытаний и экспертными заключениями, при необходимости технология покрытия должна обеспечивать его восстановление в условии АС, после проведения обследования технического состояния резервуаров;

– резервуары склада должны обеспечивать хранение масел при положительных температурах, обеспечивающих перекачку масел штатными насосами МХ, при необходимости они должны быть оборудованы обогревом днищ,

рекомендуется применять внешние нагревательные устройства (паровые или водяные спутники или электронагревательные кабели);

- на резервуарах должны быть оборудованы устройства (точки) для отбора проб масла в соответствии с ГОСТ 2517 (рекомендуется устройство в соответствии с ГОСТ 2517 (чертеж 1), также рекомендации по отбору проб приводятся в приложении Ж);

- рекомендуется предусматривать специализацию резервуаров для раздельного хранения разных по назначению (трансформаторных, турбинных, промышленных) и состоянию качества масел (свежих, регенерированных, подготовленных, эксплуатационных, отработанных), для хранения ОМ и нефтяных масел должны быть предусмотрены отдельные резервуары, исключающие смешение масел;

- нижние технологические линии (трубопроводы) и дренажные линии должны быть оборудованы запорной арматурой непосредственно у резервуаров для их отключения от схемы МХ и предотвращения разлива масла на территории склада при повреждении трубопроводов;

- линии перелива резервуаров (если таковые имеются) необходимо оборудовать гидрозатворами для предотвращения загрязнения масла при «дыхании» резервуаров из окружающей среды;

- надмасляное пространство резервуаров для хранения масла не должно сообщаться с окружающей средой без дополнительной защиты от загрязнения, связь с атмосферой должна осуществляться только через дыхательные линии, оборудованные ВОФ;

- могут применяться ВОФ с автоматическим восстановлением качества осушителя, такие осушители рекомендуется устанавливать парно (два ВОФ параллельно на одном кронштейне);

- конструкционные материалы, которые применяются при изготовлении и модернизации резервуаров и маслопроводов должны быть инертны к воздействию масел, для ОМ масел должны применяться специальные уплотнительные материалы по согласованию с изготовителем ОМ.

К.4 При модернизации МОО и маслоаппаратной необходимо учитывать следующие рекомендации:

– необходимо определить эффективность действия, комплектность и техническое состояние штатного МОО, рекомендуется определить эффективность действия нового оборудования, планируемого для замены старого (по приложению Е);

– при нормальном техническом состоянии модернизация штатного МОО [29] может быть осуществлена с помощью дополнительного оснащения современными фильтрами тонкой очистки, адсорбционными, электростатическими или вакуумными модулями, электронагревателями масла, устройствами ввода присадок, приборами встроенного контроля для мониторинга качества масла;

– если МОО физически изношено, некомплектно или морально устарело, то необходимо предусмотреть его замену на современное высокоэффективное МОО, успешно прошедшее необходимые испытания (см. приложение Е), рекомендуется применять универсальное МОО способное эффективно очистить масло от основных загрязнений;

– при выборе нового МОО следует учитывать конкретные задачи по обработке масла и конкретные условия применения МОО на АС, назначение и функциональные возможности нового МОО;

– возможно оснащение специализированным МОО для обеспечения ремонтных операций с маслonaполненным энергетическим оборудованием АС или сети определенного вида, такое МОО предназначено для очистки или только турбинного или только трансформаторного масла, в основном это МОО для обеспечения ремонтных операций на электрооборудовании, эта группа МОО должна обладать достаточно высокой производительностью для обеспечения эффективной очистки в период ремонтов (иногда непродолжительных по времени), используется в основном в передвижном варианте;

– оснащение универсальным МОО для обеспечения операций по обработке масла при его эксплуатации, которое может применяться для обработки как трансформаторных, так и турбинных, или каких-либо других типов масла, эта

группа МОО очень многочисленна и разнообразна по типам оборудования и производительности, данное МОО используется как штатные средства очистки масел, в качестве передвижного оборудования для очистки масел, им в основном оснащаются МХ [29], для МОО предназначенного для очистки или регенерации ОМ должны применяться специальные конструкционные и уплотнительные материалы, при отсутствии такой информации в документации изготовителя МОО, по согласованию с изготовителем ОМ;

- рекомендуется предусматривать оснащение схем МХ встроенными датчиками контроля качества масла, в первую очередь класса промышленной чистоты и содержания воды, а также удельной проводимости (сопротивления) масла;

- необходимо предусматривать оснащение маслоаппаратной современным КИП (указатели уровня, датчики давления и температуры, объемные счетчики для учета перекачки масел), наличие объемных счетчиков для учета перекачки масел обязательно для узлов приема и выдачи масла в транспортные емкости согласно инструкции [40];

- при модернизации схемы маслоаппаратной необходимо предусматривать наличие индивидуальных отдельных схем обработки масел (трансформаторных, турбинных, промышленных), а также отдельных контуров – одного для подготовки к заливу и подачи свежих и эксплуатационных масел, другого для сбора и регенерации отработанных масел;

- схема маслоаппаратной и МОО должны быть оборудованы устройствами (кранами) для отбора проб масла в соответствии с ГОСТ 2517;

- наличие технологических перемычек для промывки схемы МХ;

- при модернизации маслоаппаратной необходимо предусматривать оснащение оборудованием для ввода присадок и регенерации масла;

- МХ для ОМ целесообразно организовывать в отдельном помещении в виде автономной технологической схемы со своими резервуарами, трубопроводами, насосами, МОО, КИПиА, без технологических перемычек со схемами МХ нефтяных

масел, исключая случайное попадание в ОМ (даже отработанного ОМ) других нефтепродуктов.

К.5 При модернизации трубопроводов необходимо учитывать следующие рекомендации:

- при модернизации трубопроводов предусматривать наличие индивидуальных отдельных схем перекачки масел (трансформаторных, турбинных, промышленных), а также отдельных линий – одной для подачи подготовленных масел в оборудование, другой для слива и сбора отработанных масел;

- трубопроводы, находящиеся на улице или в необогреваемых помещениях должны быть оборудованы обогревом и теплоизолированы, рекомендуется применять внешние нагревательные устройства (паровые или водяные спутники или электронагревательные кабели);

- трубопроводы подачи масла в оборудование должны быть оборудованы устройствами (кранами) для отбора проб масла в соответствие с ГОСТ 2517 непосредственно перед оборудованием;

- наличие технологических перемычек на трубопроводах для промывки схемы снабжения маслами оборудования электрической станции или сети;

- наличие лотков и защитных кожухов для фланцев для сбора протечек и дренажей масел;

- трубопроводы должны быть надежно заземлены и защищены от коррозии.

К.6 Для организации учета приема-выдачи масел в транспортные емкости необходимо оснащать узлы приема-выдачи масел объемными жидкостными счетчиками. Технические характеристики счетчиков (пропускная способность и рабочее давление) должны соответствовать производительности насосного оборудования для перекачки масел (быть не менее производительности и рабочего давления насосов).

К.7 Учет расхода масел при выполнении внутри складских операций по перекачке масел на МХ (очистка, регенерация, стабилизация присадками, перекачка из одного резервуара в другой и т.п.), а также при подаче подготовленного масла в оборудование или сливе отработанного (эксплуатационного) масла из оборудования

осуществляется путем контроля изменения уровня масла в резервуарах (баках) хранения масел и последующего расчета по градуировочным таблицам резервуаров (баков). Указатели уровня на резервуарах (баках) должны быть поверены и иметь соответствующее метрологическое обеспечение. Уровень масла в резервуарах (баках) при необходимости может быть замерен вручную с помощью специальных штанг в соответствии с требованиями документов (ГОСТ 1510, и др.).

Приложение Л (рекомендуемое) Методики контроля качества масла

Л.1 Методика измерений массовой доли ингибитора окисления 2,6-дитретбутил-4-метилфенола (Агидол-1) в турбинных маслах АЭС

Л.1.1 Назначение и область применения

Данная методика устанавливает процедуру измерений массовой доли ингибитора окисления 2,6-дитретбутил-4-метилфенола (Агидол-1) в товарных и эксплуатационных турбинных маслах в диапазоне измерений от 10 млн⁻¹ (мг/кг) до 200 млн⁻¹ (мг/кг) методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.

Возможно определение больших значений массовой доли путем разбавления проб на стадии измерения на хроматографе, но не более чем в 50 раз.

Л.1.2 Характеристика вещества

Л.1.2.1 Агидол-1 – кристаллический порошок белого цвета. Нетоксичен, применяется как пищевая добавка Е 321. Название по ИЮПАК: 2,6-бис (1,1-диметилэтил)-4-метилфенол. Присадка для энергетических масел Агидол-1 по степени воздействия на организм человека относится к веществам 4 класса опасности (малоопасные вещества). Предельно-допустимая концентрация присадки Агидол-1 в воздухе рабочей зоны составляет 10 мг/м³.

Л.1.2.2 Присадка Агидол-1 имеет следующие физико-химические свойства:

- плотность, г/см³ 1,048
- растворимость в воде при 20 °С, мг/дм³ 1,1
- температура кипения, °С 265
- температура плавления (стабилен, плавится без разложения), °С 70-73

Л.1.2.3 Структурная формула 2,6-дитретбутил-4-метилфенола (активного компонента присадки Агидол-1) приведена на рисунке Л.1.1.

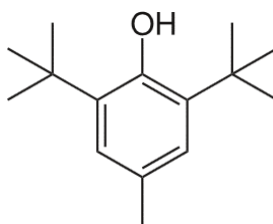


Рисунок Л.1.1 – Структурная формула 2,6-дитретбутил-4-метилфенола

Л.1.2.4 Брутто формула 2,6-дитретбутил-4-метилфенола (Агидол-1): $C_{15}H_{24}O$.

Л.1.2.5 Молекулярная масса 2,6-дитретбутил-4-метилфенола (Агидол-1): 220,35.

Л.1.2.6 По численному идентификатору химических соединений регистрационный номер CAS для Агидол-1: 126-37-0.

Л.1.3 Метрологические характеристики

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой значение погрешности измерений (и ее составляющих) не превышает значений, представленных в таблице Л.1.1.

Т а б л и ц а Л.1.1 – Метрологические характеристики

Диапазон измерений массовой доли присадки Агидол-1 млн ⁻¹ (мг/кг)	Показатель точности (границы относительной погрешности) ±δ, % при P = 0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ _r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ _R , %	Предел повторяемости, r, %, при P = 0,95, N = 2
От 10,0 до 200 включ.	7	2	3	5,5
Примечание – Если массовая доля Агидол-1 в пробе превышает 200 млн ⁻¹ , то пробу разбавляют, но не более чем в 50 раз.				

Л.1.4 Метод измерений

Измерение основано на определении массовой доли 2,6-дитретбутил-4-метилфенола (присадка Агидол-1) методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) со спектрофотометрическим детектированием (УФ диапазон) в пробах, полученных в результате жидкостной экстракции образцов турбинного масла.

Извлечение присадки Агидол-1 проводят методом жидкость-жидкостной экстракции (ЖЖЭ) путем его переэкстракции из масла в ацетонитрил.

Хроматографическое разделение проводят на термостатированной колонке с обращенной фазой в режиме изократического элюирования.

Количественное определение присадки Агидол-1 проводят методом внешнего стандарта.

Л.1.5 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам и реактивам

Л.1.5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

При выполнении измерений применяются следующие средства:

а) хроматограф жидкостный с изократической системой элюирования, ручным инжектором и УФ-детектором (190-700) нм с возможностью одновременного детектирования на двух длинах волн типа Gilson OilAdditives, Agilent OilAdditives или аналогичный. Колонка из нержавеющей стали «Nanospher Agidol C18» или колонка с аналогичным C18 адсорбентом с массовой долей углерода (18-25)%, размером 4,6×250 мм с диаметром частиц 3 мкм, для которой выполняются требования Л.1.9.2.2;

б) весы лабораторные общего назначения модели ВЛР-200 с наибольшим пределом взвешивания 200 г, ГОСТ OIML R 76-1;

в) гири по ГОСТ OIML R 111-1;

г) колбы мерные 2-100-2, ГОСТ 1770;

д) градуированная автоматическая пипетка eVol, SGE Analytical Science, вместимостью от 100 до 5000 мкл;

е) флаконы с герметичной крышкой термически стойкие, вместимостью (10-15) см³;

ж) высокочастотный шейкер для проведения жидкость-жидкостной экстракции;

и) морозильная камера.

Л.1.5.2 Реактивы, растворы

При выполнении измерений применяются следующие реактивы и растворы:

а) ацетонитрил, квалификации «о. с. ч.» (для ВЭЖХ), ТУ 6-09-14-2167 [53];

б) 2,6-дитретбутил-4-метилфенол (присадка Агидол-1) с содержанием основного вещества не менее 99,0%, «Sigma-Aldrich» номер по каталогу или CAS.

П р и м е ч а н и е – Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками не хуже приведенных в данном разделе.

Л.1.6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

Требования безопасности и охраны окружающей среды приведены в разделе 9.

Л.1.7 Требования к квалификации лаборанта

Требования к квалификации лаборанта приведены в разделе 9.

Л.1.8 Требования к условиям измерений

Л.1.8.1 Условия приготовления растворов и подготовки проб к анализу имеют следующие параметры:

- температура воздуха, °С.....20±5
- атмосферное давление, кПа.....84-106
- относительная влажность воздуха,%, не более.....80

4.8.2 Условия проведения хроматографического анализа имеют следующие значения:

- длина волны детектора, нм.....280
- объем вводимой пробы, см³0,02
- температура колонки, °С.....30
- подвижная фаза (элюент).....ацетонитрил
- скорость подачи элюента, см³/мин.....2
- время удерживания присадки Агидол-1, мин.....8,3±0,5
- продолжительность анализа с учетом пробоподготовки, мин.....25
- относительное стандартное отклонение площади пика, рассчитанное для пяти последовательных хроматограмм, %, не более.....2,0

Л.1.9 Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят приготовление растворов, подготовку жидкостного хроматографа, градуировку хроматографа, отбор проб.

Л.1.9.1 Приготовление растворов

Л.1.9.1.1 Приготовление основного раствора Агидол-1 с массовой концентрацией 200 мкг/см³.

Растворяют $(20,0 \pm 0,1)$ мг Агидол-1 в 50 см^3 ацетонитрила в мерной колбе вместимостью 100 см^3 , перемешивают до растворения и доводят объем раствора до метки ацетонитрилом.

Раствор хранят в холодильнике, срок хранения – 30 дн.

Л.1.9.1.2 Приготовление градуировочного раствора Агидол-1 с массовой концентрацией 100 мкг/см^3 (раствор № 1).

Дозируют $2,5 \text{ см}^3$ ацетонитрила и $2,5 \text{ см}^3$ основного раствора Агидол-1 с массовой концентрацией 200 мкг/см^3 во флакон вместимостью 10 см^3 .

Раствор используют свежеприготовленный.

Л.1.9.1.3 Приготовление градуировочного раствора Агидол-1 с массовой концентрацией 20 мкг/см^3 (раствор № 2).

Дозируют $4,5 \text{ см}^3$ ацетонитрила и $0,5 \text{ см}^3$ основного раствора Агидол-1 с массовой концентрацией 200 мкг/см^3 во флакон вместимостью 10 см^3 .

Раствор используют свежеприготовленный.

Л.1.9.1.4 Приготовление градуировочного раствора Агидол-1 с массовой концентрацией 10 мкг/см^3 (раствор № 3).

Дозируют $4,75 \text{ см}^3$ ацетонитрила и $0,25 \text{ см}^3$ основного раствора Агидол-1 с массовой концентрацией 200 мкг/см^3 во флакон вместимостью 10 см^3 .

Раствор используют свежеприготовленный.

Л.1.9.2 Подготовка прибора

Л.1.9.2.1 Подготовку жидкостного хроматографа проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

Л.1.9.2.2 Хроматографическая система считается пригодной, если при хроматографировании градуировочного раствора № 1 и обработке хроматограммы выполняются следующие условия:

- фактор асимметрии пика присадки Агидол-1 – не более 1,5;
- относительное стандартное отклонение площади пика Агидол-1, рассчитанное для пяти последовательных хроматограмм – не более 2%;
- эффективность хроматографической колонки должна быть не менее 10000 теоретических тарелок по пику присадки Агидол-1 в рабочих условиях данного

хроматографического анализа;

– время удерживания присадки Агидол-1 в рабочих условиях данного хроматографического анализа находится в области $(8,3 \pm 0,5)$ мин.

Л.1.9.3 Градуировка хроматографа

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (условные единицы) от массовой доли присадки Агидол-1, устанавливают методом абсолютной градуировки, выполняя по шесть параллельных определений площади пика присадки Агидол-1 в каждом из четырех растворов, приготовленных в соответствии с Л.1.9.1.1-Л.1.9.1.4.

В инжектор хроматографа последовательно вводят по $0,02 \text{ см}^3$ каждого градуировочного раствора, начиная с раствора с меньшей концентрацией, и анализируют при условиях Л.1.8.2. Каждый раствор хроматографируют дважды. Расхождение между параллельными определениями не должно превышать предел повторяемости r (таблица Л.1.1).

Для построения градуировочной характеристики на ось ординат наносят значения площади пика присадки Агидол-1 ($\text{мВ} \cdot \text{с}$), на ось абсцисс – массовую концентрацию присадки Агидол-1 в градуировочных растворах в $\text{мкг}/\text{см}^3$.

Аппроксимацию выполняют методом наименьших квадратов линейной функцией (линейная регрессия). Коэффициент корреляции должен быть не менее $r^2 \geq 0,9995$, а относительное СКО в каждой точке – не более 2%.

Пример градуировочной зависимости для присадки Агидол-1 приведен на рисунке Л.1.2.

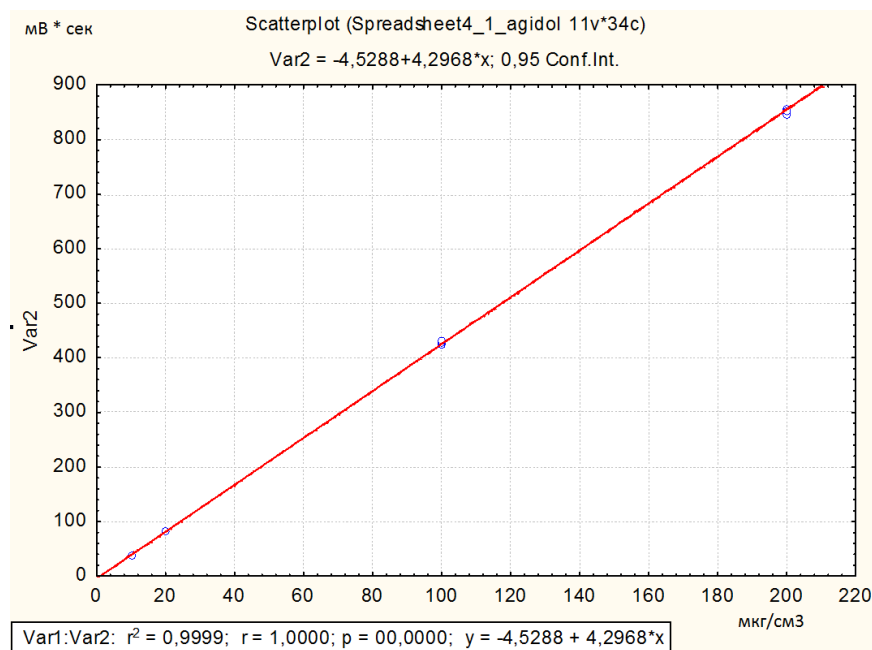


Рисунок Л.1.2 – Пример градуировочной зависимости присадки Агидол-1 по пику 2,6-дитретбутил-4-метилфенола

Л.1.9.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже 1 раза в три месяца, а также при смене реактивов или изменении условий анализа.

Для контроля стабильности используют вновь приготовленные градуировочные растворы с массовой концентрацией исследуемого вещества в начале, середине и в конце диапазона измерений, которые анализируют в точном соответствии с прописью методики.

Градуировочную характеристику считают стабильной, если для каждого контрольного образца выполняется условие

$$\frac{|S_{изм} - S_{зр}|}{S_{зр}} \cdot 100 \leq K_{зр}, \quad (Л.1.1)$$

где $S_{изм}$, $S_{зр}$ – значение площади пика присадки Агидол-1 в образце для контроля, измеренное и найденное по градуировочной характеристике соответственно, мВ·с;

$K_{зр}$ – норматив контроля, $K_{зр} = 0,5 \cdot \delta$,

где $\pm \delta$ – границы относительной погрешности, % (таблица Л.1.1).

Если условие стабильности не выполняется только для одного образца, то выполняют повторное измерение этого образца с целью исключения результата, содержащего грубую ошибку.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют причины нестабильности и повторяют контроль стабильности с использованием других образцов для градуировки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики прибор градуируют заново.

Л.1.9.5 Отбор проб минерального масла

Отбор проб товарных турбинных масел из транспортной емкости, резервуаров хранения проводят в соответствии с ГОСТ 2517. Из транспортной емкости отбирают контрольную пробу в количестве не менее 3 дм³. Одну часть пробы используют для анализа, вторая должна находиться в запечатанном виде в химической лаборатории в течение всего времени хранения свежего масла (но не дольше гарантийного срока) на случай арбитражных испытаний.

Отбор проб эксплуатационного турбинного масла проводят из штатных пробоотборных точек, в случае их отсутствия – из чистого отсека маслобака. Пробы отбирают в чистые сухие емкости, предварительно слив в отдельные емкости масло, находящееся в отборном патрубке, но не менее 2 дм³.

Л.1.10 Выполнение измерений

Л.1.10.1 Навеску турбинного масла 2,5 г переносят во флакон вместимостью 10 см³, в который дозируют 2,5 см³ ацетонитрила. Флакон закрывают герметичной крышкой и встряхивают на шейкере в течение 1 мин.

Л.1.10.2 После экстракции флакон помещают в морозильную камеру, где выдерживают не менее 5 мин при температуре не выше 0°С. Затем флакон разогревают на водяной бане до комнатной температуры. Для полного разделения слоев пробу оставляют на 5 ч при комнатной температуре. Аликвоту пробы, вводимую в хроматограф, отбирают непосредственно из верхнего ацетонитрильного слоя.

Л.1.10.3 Анализируют 0,02 см³ пробы.

Л.1.10.4 По времени удерживания и спектральному отношению идентифицируют пик присадки Агидол-1 и измеряют его площадь. По градуировочной зависимости определяют массовую концентрацию присадки Агидол-1 во введенной пробе.

Л.1.10.5 Если массовая концентрация присадки Агидол-1 в пробе превышает $0,2 \text{ мг/см}^3$, то пробу разбавляют ацетонитрилом, но не более чем в 50 раз. Коэффициент разбавления пробы при этом учитывают в формуле расчета массовой доли.

Л.1.10.6 Выполняют два параллельных определения.

Л.1.11 Обработка результатов измерений

Л.1.11.1 По градуировочной зависимости находят массовую концентрацию присадки Агидол-1 (X , мкг/см^3) в каждой параллельной пробе.

Л.1.11.2 Рассчитывают массовую долю присадки Агидол-1 (C , млн^{-1} или мг/кг) в пробе турбинного масла по формуле

$$C = \frac{X \cdot 1,005 \cdot k \cdot V}{m}, \quad (\text{Л.1.2})$$

где X – значение массовой концентрации присадки Агидол-1 в пробе турбинного масла, мкг/см^3 ;

1,005 – поправочный коэффициент для учета неполного извлечения присадки Агидол-1 (полнота извлечения присадки Агидол-1 не менее 99,5%, коэффициент установлен на основании экспериментальных данных по переэкстракции присадки Агидол-1 из турбинного масла);

k – коэффициент разбавления пробы (для неразбавленных проб $k = 1$);

V – объем экстрагента, $V = 2,5 \text{ см}^3$;

m – масса отобранного для анализа турбинного масла, $m = 2,5 \text{ г}$.

При необходимости массовая доля присадки Агидол-1 может быть выражена в массовых процентах. Для этого массовую долю, выраженную в млн^{-1} (мг/кг), необходимо разделить на 10000 согласно формуле:

$$C\% = \frac{C}{10000}, \quad (\text{Л.1.3})$$

где $C\%$ – значение массовой концентрации присадки Агидол-1 в пробе турбинного масла, %;

C – значение массовой концентрации присадки Агидол-1 в пробе турбинного масла, мг/кг.

Л.1.11.3 За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{2 \cdot |C_1 - C_2| \cdot 100}{(C_1 + C_2)} \leq r, \quad (\text{Л.1.4})$$

где C_1, C_2 – результаты параллельных определений массовой доли присадки Агидол-1 в пробе турбинного масла, млн⁻¹ (мг/кг);

r – значение предела повторяемости, % (таблица Л.1.1).

Л.1.11.4 Если условие (Л.1.4) не выполняется, получают еще два результата в полном соответствии с данной методикой измерений. За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов четырех определений, если выполняется условие

$$\frac{4 \cdot |C_{\max} - C_{\min}| \cdot 100}{(C_1 + C_2 + C_3 + C_4)} \leq CR_{0,95}, \quad (\text{Л.1.5})$$

где $C_{i \max}, C_{i \min}$ – максимальное и минимальное значения из полученных четырех результатов параллельных определений массовой доли присадки Агидол-1 в пробе турбинного масла, млн⁻¹ (мг/кг);

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

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

Для $n = 4$

$$CR_{0,95} = 3,6 \cdot \sigma_r, \quad (\text{Л.1.6})$$

где σ_r – показатель повторяемости, % (таблица Л.1.1).

Если условие (Л.1.5) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями методики измерений.

Л.1.11.5 Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$\bar{C} \pm 0,01 \cdot \delta \cdot \bar{C}, \text{ при } P = 0,95,$$

где \bar{C} – среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по Л.1.11.3, Л.1.11.4, млн⁻¹ (мг/кг);

$\pm \delta$ – границы относительной погрешности измерений, % (таблица Л.1.1).

В случае, если полученный результат измерений ниже нижней границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале:

– «массовая доля присадки Агидол-1 менее 10 млн⁻¹ (мг/кг)».

Примечание – Методика аттестована Федеральным Государственным Унитарным Предприятием «Всероссийский Научно-Исследовательский Институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»). Свидетельство об аттестации № 01.00225/205-35-13 от 11.11.2013.

Л.2 Методика выполнения измерений массовой доли шлама в пробах минеральных энергетических масел

Л.2.1 Назначение и область применения

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.

Л.2.2 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 Л.2.1.

Таблица Л.2.1

Диапазон измерений массовой доли шлама, %	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) $\pm\Delta, \%$ при $P = 0,95$	Показатель повторяемости (абсолютное среднее квадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r, \%$	Предел повторяемости, $r, \%$ при $P = 0,95$, $n = 2$
От 0,0040 До 0,0100 включ.	0,0017	0,0003	0,0008

Л.2.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

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

Л.2.3.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

– весы лабораторные аналитические специального класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г, с абсолютной погрешностью взвешивания не более ($\pm 0,0002$) г по ГОСТ Р 53228;

– весы лабораторные технические среднего класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1500 г, с погрешностью взвешивания не более ($\pm 0,03$) г по ГОСТ Р 53228;

– термометр ртутный стеклянный лабораторный ТЛ-4 № 3 второго класса точности по ТУ 25-2021.003-88 [46];

– цилиндры измерительные с пришлифованной пробкой, номинальной вместимостью 100 см³ 250 см³ по ГОСТ 1770;

– 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 [47];

– стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ по ГОСТ 25336;

– эксикатор по ГОСТ 25336;

– воронки лабораторные по ГОСТ 25336;

– емкость для промывки под давлением или стеклянная промывалка;

– электрический нагнетательный насос или нагнетательная резиновая груша;

– ступка 3 и пестик 3 по ГОСТ 9147.

Л.2.3.2 Материалы и реактивы

– бумажный фильтр обеззоленный (синяя лента) по ТУ 6-09-1678-95 [48];

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

– калий двуххромовокислый, квалификации «ч.д.а.», по ГОСТ 4220;

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

– кальций хлористый гранулированный по ГОСТ 450.

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

Л.2.4 Метод измерений

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

Л.2.5 Требования безопасности

При выполнении измерений соблюдают правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.00 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005. Организацию обучения работающих безопасности труда осуществляют по ГОСТ 12.0.004.

Л.2.6 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.

Л.2.7 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±₃₃²²) 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.

Л.2.8 Подготовка к выполнению измерений

Л.2.8.1 Подготовка посуды

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

Л.2.8.2 Подготовка средств измерений к анализу

Л.2.8.2.1 Подготовку к работе аналитических весов осуществляют в соответствии с Руководством по эксплуатации.

Л.2.8.2.2 Подготовку к работе технических весов осуществляют в соответствии с Руководством по эксплуатации.

Л.2.8.2.3 Термометр устанавливают в сушильном шкафу таким образом, чтобы резервуар термометра находился на уровне середины высоты бьюкса, помещенного на полку сушильного шкафа.

Л.2.8.2.4 Включают сушильный шкаф и устанавливают регулятор таким образом, чтобы температура внутри шкафа поддерживалась на уровне $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

Л.2.8.4 Подготовка реактивов и материалов.

Л.2.8.4.1 Гептан профильтровывают через бумажный фильтр для тонких осадков (синяя лента).

Л.2.2.8.4.2 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 $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$ в течение 45 мин, после этого бюкс закрывают крышкой и охлаждают в эксикаторе в течение 30 мин, 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 $0,0002 \text{ г}$. Повторные высушивания фильтра производят в течение 30 мин каждое.

Л.2.8.4.3 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 измельченного кристаллического калия двуххромовокислого (взвешенную на технических весах), и осторожно нагревают на водяной бане до полного растворения.

Л.2.8.5 Подготовка проб

Л.2.8.5.1 Выполняют два параллельных определения.

Л.2.8.5.2 Пробу минерального масла тщательно перемешивают, встряхиванием емкости, в которой оно находится, в течение 5 мин.

Л.2.9 Выполнение измерений

Л.2.9.1 На технических весах в мерный цилиндр вместимостью 100 см³ с притертой пробкой берут навеску масла (25,0±0,5) г, результат регистрируют до четвертого десятичного знака, добавляют гептан до метки 100 см³, тщательно перемешивают и выдерживают в темном месте при комнатной температуре в течение не менее 12 ч.

Л.2.9.2 Раствор масла в гептане фильтруют через фильтр «синяя лента», доведенный по Л.1.8.4.2 до постоянной массы. Цилиндр последовательно ополаскивают двумя порциями гептана по 20 см³, сливая его на фильтр. Затем фильтр промывают гептаном для удаления следов масла.

Л.2.9.3 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 мин. Бюкс с закрытой крышкой охлаждают в эксикаторе в течение 30 мин и 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 мин каждое.

Л.2.10 Обработка результатов измерений

Л.2.10.1 Массовую долю шлама (С), %, рассчитывают по формуле.

$$C = \frac{B_1 - B_0}{M} \times 100 \quad (\text{Л.2.1})$$

где B_o – масса чистого фильтра, г;
 B_l – масса фильтра с осадком, г;
 M – навеска масла, г.

Л.2.10.2 За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости (Л.2.2)

$$|C_1 - C_2| \leq r, \quad (\text{Л.2.2})$$

где C_1, C_2 – результаты параллельных определений массовой доли шлама, % масс;
 r – значение предела повторяемости, % (таблица Л.2.1).

Л.2.10.3 Если условие (Л.2.2) 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

$$|C_{\max} - C_{\min}| \leq CR_{0,95}, \quad (\text{Л.2.3})$$

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 $n = 4$

$$CR_{0,95} = 3,6 \cdot \sigma_r. \quad (\text{Л.2.4})$$

Если условие (Л.2.3) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями МВИ.

Л.2.10.4. Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

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

где \bar{C} – среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по Л.2.11.2, Л.2.11.3, %;

$\pm \Delta$ – границы абсолютной погрешности, % (таблица Л.2.1).

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%)».

Л.2.11 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, используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения повторяемости по ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.2) и контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности по ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.3).

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.

Примечание – Методика аттестована Федеральным Государственным Унитарным Предприятием «Всероссийский Научно-Исследовательский Институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»). Свидетельство об аттестации № 62-09 от 17.11.2009 г.

Л.3 Методика выполнения измерений антикоррозионной характеристики проб минеральных и огнестойких (типа ОМТИ) турбинных масел

Л.3.1 Назначение и область применения

Методика выполнения измерений антикоррозионной характеристики проб минеральных и огнестойких (типа ОМТИ) турбинных масел – устанавливает процедуру выполнения измерений антикоррозионной характеристики проб масел методом измерения изменения массы стальных пластин на единицу их поверхности в результате воздействия на них агрессивной среды в заданных условиях в присутствии анализируемого турбинного масла (минерального и огнестойкого) в диапазоне от 2 г/м² до 16 г/м².

Минеральные турбинные масла производятся на основе базовых масел, получаемых из нефтяного сырья и композиции присадок, обеспечивающих заданные эксплуатационные характеристики и в том числе антикоррозионные свойства.

Огнестойкие турбинные масла типа ОМТИ (ОМТИ) представляют собой смесь триарилфосфатов различного изомерного состава.

Л.3.2 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 Л.3.1.

Т а б л и ц а Л.3.1

Диапазон измерений антикоррозионной характеристики г/м ²	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) ±Δ, г/м ² при P=0,95	Показатель повторяемости (абсолютное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ _r г/м ²	Предел повторяемости, r, г/м ² при P = 0,95, n = 2
От 2 до 16 включ.	1	0,36	1

Л.3.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

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

Л.3.3.1 Средства измерений

– весы лабораторные аналитические специального класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г, с погрешностью взвешивания не более ($\pm 0,0002$) г по ГОСТ Р 53228;

– весы технические среднего класса точности с пределом взвешивания 1500 г, с погрешностью взвешивания не более ($\pm 0,03$) г по ГОСТ Р 53228;

– штангенциркуль с диапазоном измерений (0-250) мм и абсолютной погрешностью измерений ($\pm 0,05$) мм по ГОСТ 166;

– термометры ртутные стеклянные лабораторные ТЛ-4 № 3, № 4 2-го класса точности ТУ 25-2021.003-88 [46];

– пипетка градуированная 1-2-2-5 или 1-2-2-10 по ГОСТ 29227-91;

– расходомеры (реометры) с относительной погрешностью не более (± 10)% (типа РКС-1 – 0,06 дм³/мин) по ГОСТ 9932-75.

Л.3.3.2 Вспомогательные устройства и оборудование

– стеклянные реакционные сосуды для выполнения измерений антикоррозионной характеристики турбинных масел (рисунок Л.3.1) с пришлифованными воздушными холодильниками (далее по тексту приборы), изготовленные из молибденового стекла;

– пластины стали марки Ст3 по ГОСТ 380-94 размером $(70,0 \pm 0,1) \times (12,0 \pm 0,1) \times (2,0 \pm 0,1)$ мм;

- термостат жидкостный, обеспечивающий нагрев до 120°С и автоматическое поддержание температуры на заданном уровне с погрешностью не более ($\pm 0,5$)°С. Высота термостата должна обеспечивать возможность погружения в теплоноситель реакционного сосуда на 21 см;
- электроплитка с закрытой спиралью по ГОСТ 14919-83;
- редуктор баллонный кислородный, типа БКО-50МГ по ТУ 3645-032-00220531-97 [50];
- резиновая трубка медицинская соединительная внутренним диаметром ($4,5 \pm 0,5$) мм по ГОСТ 3399;
- зажим винтовой для резиновых трубок;
- механический шлифовальный станок любой конструкции;
- шкаф лабораторный сушильный, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима от 100°С до 110°С по ТУ 16-531.639-78 [47].

Л.3.3.3 Реактивы и материалы

- кислород газообразный технический по ГОСТ 5583;
- нефрас С2-80/120 по ТУ 38.401-67-108-92 [49];
- спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;
- толуол, квалификации «ч.д.а.» или «х.ч.» по ГОСТ 14710;
- кислота серная концентрированная, квалификации «ч.д.а.» или «х.ч.» по ГОСТ 4204;
- кислота соляная, квалификации «ч.д.а.» или «х.ч.» по ГОСТ 3118;
- калий двуххромовокислый, квалификации «ч.д.а.» по ГОСТ 4220;
- тринатрийфосфат технический по ГОСТ 201;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- метиловый оранжевый (индикатор) по ТУ 6-09-5171-84 [51];
- бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026;
- бумага шлифовальная 15А М50 М1 по ГОСТ 6456;
- турбинное масло с кислотным числом не менее 0,07 мг КОН/г.

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

Л.3.4 Метод измерений

Антикоррозионной характеристикой проб минеральных и огнестойких (типа ОМТИ) турбинных масел является изменение массы, отнесенное к площади поверхности стальных пластин в результате воздействия на них агрессивной среды в заданных условиях в присутствии анализируемого масла. Изменение массы определяют путем взвешивания пластин на весах до и после воздействия. Площадь поверхности пластин вычисляют по измеренным геометрическим размерам.

Л.3.5 Требования безопасности

При подготовке и выполнении измерений соблюдают правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, правила безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением ПБ 03-576-03, а также требования, изложенные в технической документации на вспомогательное оборудование (термостат, шлифовальный станок).

Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005. Организацию обучения работающих безопасности труда осуществляют по ГОСТ 12.0.004.

Л.3.6 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 охраны труда. Операторы должны быть знакомы с устройством применяемого оборудования и операциями, проводимыми при выполнении измерений и обработке результатов.

Л.3.7 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°C;
- напряжение переменного тока.....($220 \pm_{33}^{22}$) 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.

Л.3.8 Подготовка к выполнению измерений

Л.3.8.1 Подготовка реакционных сосудов

Л.3.8.1.1 Каждый новый прибор (реакционный сосуд и воздушный холодильник) перед измерением моют хромовой смесью (5%-ный раствор калия двуххромовокислого в концентрированной серной кислоте), а затем водой до получения нейтральной реакции по метилоранжу. Реакционные сосуды высушивают в сушильном шкафу. Холодильники сушат на воздухе. Вслед за этим их подвергают «тренировке», для чего в сухие, чистые сосуды наливают по 30 г турбинного масла, кислотное число которого не менее 0,07 мг КОН/г, опускают стальные пластины и помещают в термостат при температуре $(95,0 \pm 0,5)^\circ\text{C}$, присоединяют трубки, подающие кислород в реакционные сосуды, и выдерживают в термостате не менее 24 ч (можно с перерывами) при расходе кислорода $30 \text{ см}^3/\text{мин}$. Через 30 мин после начала опыта в каждый прибор добавляют по 3 см^3 дистиллированной воды, осторожно приподнимая холодильник. Погружение реакционных сосудов в термостат осуществляют с таким расчетом, чтобы после добавления воды и с учетом пропускания кислорода через реакционную смесь, уровень жидкости в них был ниже уровня жидкости в термостате на 50-70 мм.

По окончании «тренировки» приборы вынимают из термостата и обрабатывают в соответствии с Л.3.8.1.2-Л.3.8.1.8 настоящей методики. По этой же методике приборы моют после каждого измерения антикоррозионных свойств.

Л.3.8.1.2 Приборы освобождают от остатков масла и воды, после чего обезжиривают. Для обезжиривания могут быть использованы растворители (нефрас, спирто-толуольная смесь и т.п.), горячий водный раствор тринатрийфосфата или

другого моющего средства.

Л.3.8.1.3 Затем приборы промывают проточной водой, отмывая от остатков моющего раствора.

Л.3.8.1.4 В случае образования масляного шлама на стенках приборов, их обрабатывают горячей спирто-толуольной смесью в соотношении (3:2).

Л.3.8.1.5 Если на стенках сосудов присутствуют оксиды железа, образовавшиеся в результате коррозии стальных пластин, то для их удаления сосуды обрабатывают соляной кислотой с массовой долей 20% до полного исчезновения следов ржавчины (определяют визуально), после чего ополаскивают водой и моют хромовой смесью.

Л.3.8.1.6 Для окончательной отмывки приборы промывают проточной, а затем дистиллированной водой до получения нейтральной реакции по метилоранжу.

Л.3.8.1.7 Холодильники ополаскивают растворителем. После этого их моют хромовой смесью и ополаскивают дистиллированной водой до получения нейтральной реакции по метилоранжу.

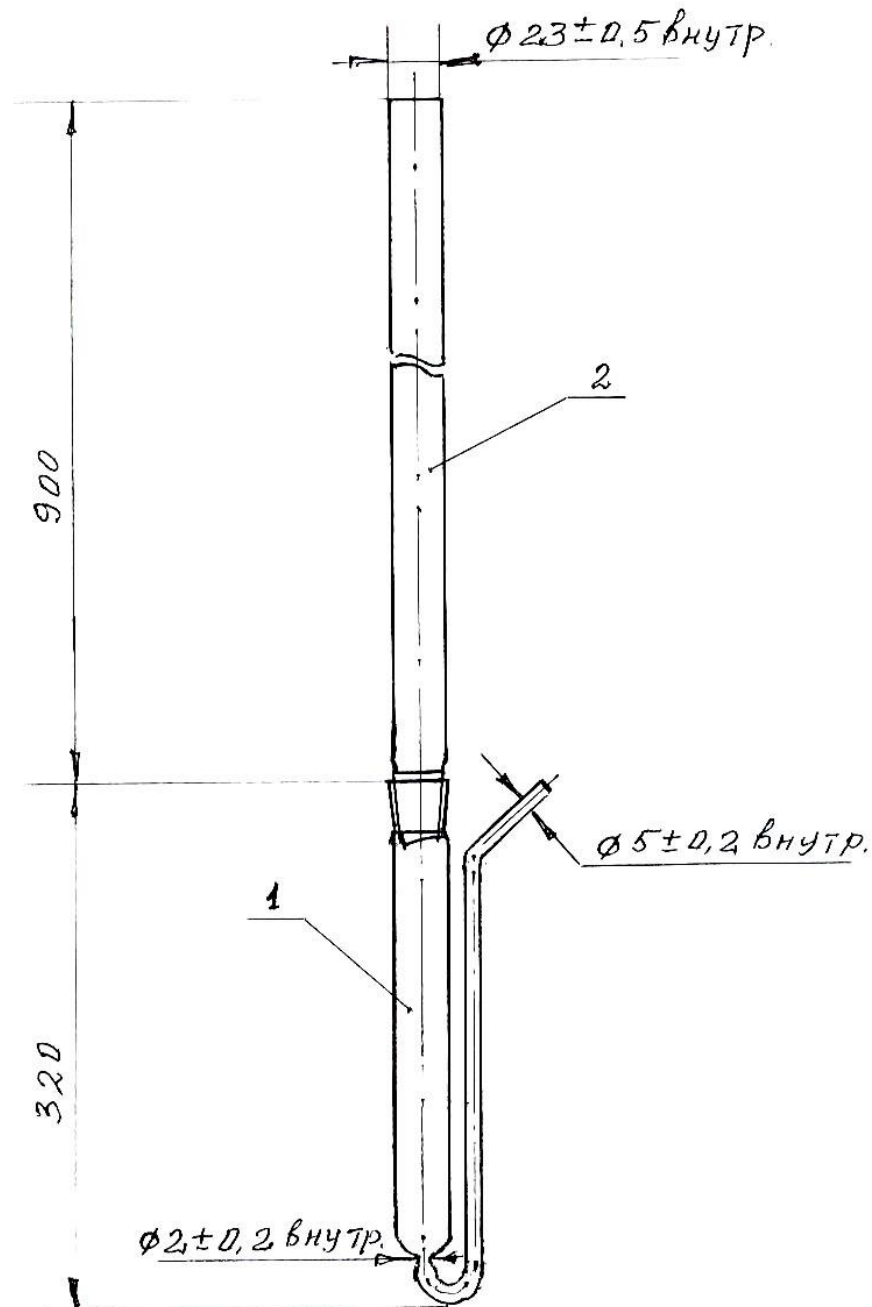


Рисунок Л.3.1 – Прибор для определения антикоррозионных свойств турбинных масел:

1 – реакционный сосуд; 2 – воздушный холодильник

Л.3.8.2 Подготовка средств измерений и вспомогательных устройств к анализу

Л.3.8.2.1 Подготовку к работе аналитических весов осуществляют в соответствии с Руководством по эксплуатации.

Л.3.8.2.2 Подготовку к работе технических весов осуществляют в соответствии с Руководством по эксплуатации.

Л.3.8.2.3 Термометр устанавливают в ванну термостата.

Л.3.8.2.4 Включение термостата и регулировку температуры осуществляют в соответствии с Руководством по эксплуатации. Устанавливают температуру в термостате на уровне $(95 \pm 0,5)$ °С.

Л.3.8.2.5 Открывают вентиль кислородного баллона, устанавливают редуктором давление от 0,2 до 0,4 кПа (в зависимости от давления в баллоне и от числа установленных для испытаний приборов) и с помощью винтовых зажимов, помещенных на трубках для подачи кислорода, устанавливают его расход через каждый реометр $1,8 \text{ дм}^3/\text{ч}$ ($30 \text{ см}^3/\text{мин}$).

Л.3.8.3 Подготовка стальных пластин

Стальные пластины обрабатывают шлифовальной бумагой со всех сторон (включая торцевые). После шлифовки пластин на их поверхности не должно быть язв, царапин или других видимых повреждений (очистка до зеркального блеска). Затем их последовательно промывают нефрасом, спиртом и сушат между листами фильтровальной бумаги.

Л.3.8.4 Подготовка проб

Л.3.8.4.1 Пробу перед выполнением измерений перемешивают в течение 5 минут путем взбалтывания сосуда с пробой.

Л.3.8.4.2 В чистый сухой реакционный сосуд на технических весах берут навеску испытуемого масла $(30,0 \pm 0,3)$ г.

Л.3.8.5 Для каждой пробы масла выполняют два параллельных определения

Л.3.9 Выполнение измерений

Л.3.9.1 С помощью штангенциркуля измеряют длину (l), ширину (d) и толщину (s) каждой пластины.

По полученным данным вычисляют суммарную площадь поверхности пластины S , см^2 (Л.3.1)

$$S = 2 \times (l \times d + l \times s + d \times s), \quad (\text{Л.3.1})$$

где l – длина пластины, см;

d – ширина пластины, см;

s – толщина пластины, см.

Результат вычислений фиксируют в таблице Л.3.2.

Л.3.9.2 После выполнения операций по Л.3.9.1 пластины повторно промывают спиртом и сушат между листами фильтровальной бумаги. После этого не допускается прикасаться руками к поверхности пластин. Для работы с подготовленными пластинами используют х/б перчатки, допускается использовать фильтровальную бумагу.

Примечание – После испытаний пластины могут быть повторно отшлифованы и использованы в опытах, пока толщина их не менее 1,5 мм.

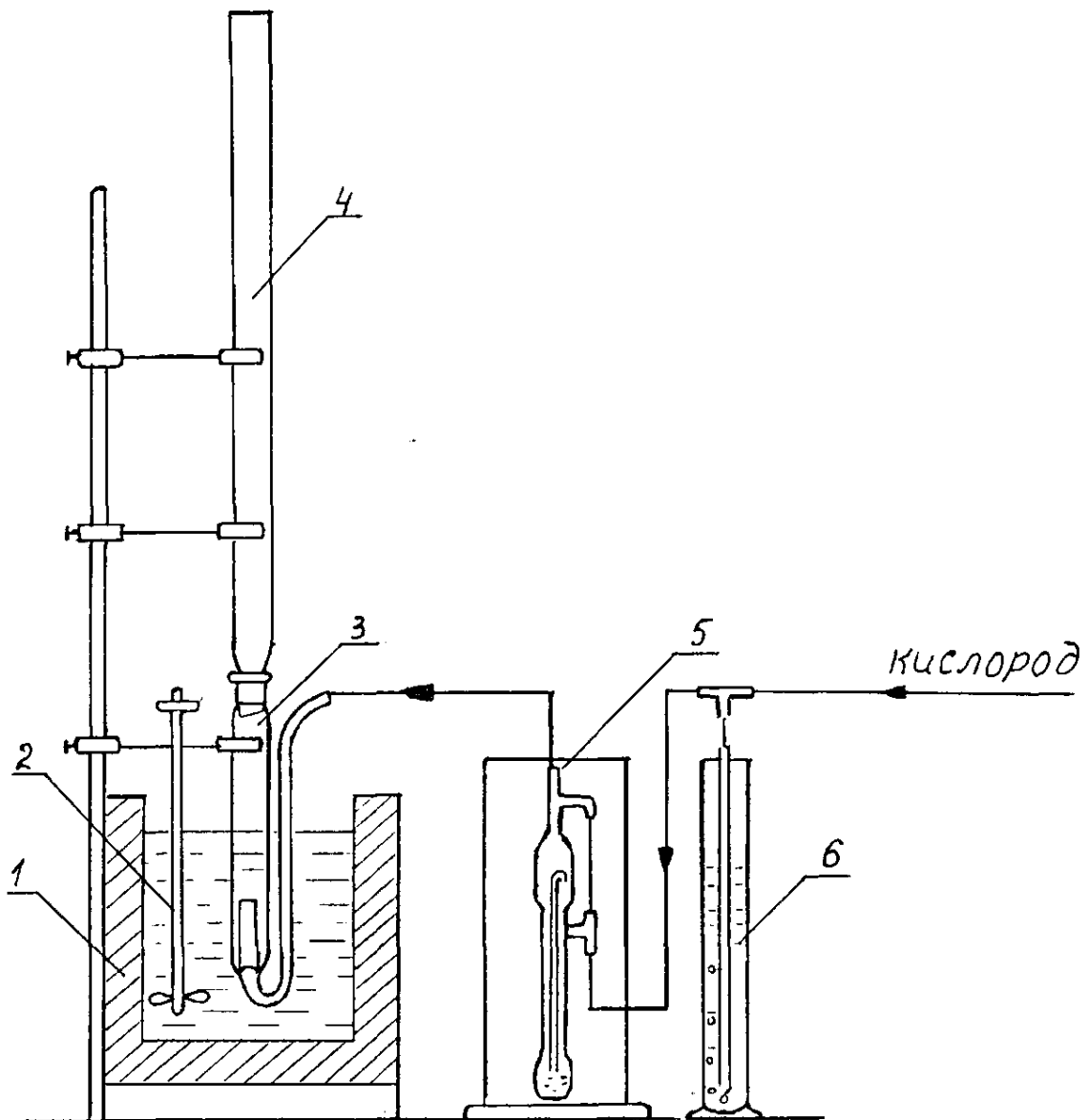


Рисунок Л.3.2 – Схема установки для проведения измерений

1 – термостат; 2 – механическая мешалка; 3 – прибор для измерений антикоррозионных свойств масел;
4 – холодильник, 5 – реометр; 6 – водяной регулятор давления

Л.3.9.3 Подготовленные пластины взвешивают на аналитических весах.

Результат взвешивания (исходную массу пластин m_1) регистрируют до четвертого десятичного знака и фиксируют в таблице Л.3.2.

Л.3.9.4 Стальную пластину, подготовленную по Л.3.9.1-Л.3.9.2, опускают в реакционный сосуд с навеской масла, сосуд помещают в термостат, нагретый до $(95 \pm 0,5)^\circ\text{C}$, присоединяют воздушный холодильник и трубку, подающую кислород. С этого момента отсчитывают время опыта. Общая схема установки приведена на рисунке Л.3.2.

Л.3.9.5 Через 30 мин после начала опыта в реакционный сосуд пипеткой добавляют дистиллированную воду объемом $(3,0 \pm 0,1) \text{ см}^3$, приподнимая для этого воздушный холодильник.

Л.3.9.6 Реакционные сосуды выдерживают в термостате при $(95,0 \pm 0,5)^\circ\text{C}$ при непрерывном пропускании кислорода в течение 30 часов, включая первые 30 мин до добавления воды.

Л.3.9.7 По окончании опыта приборы вынимают из термостата, холодильники отсоединяют. Стальные пластины вынимают из сосудов и удаляют с поверхности пластин остатки масла фильтровальной бумагой.

Л.3.9.8 Продукты коррозии счищают со всех поверхностей пластин, включая торцевые, с помощью мягкой канцелярской резинки (ластика). Очищенные пластины промывают нефрасом, спиртом и сушат между листами фильтровальной бумаги. На пластинах должны отсутствовать окислы железа, следы масла и растворителей. В случае их обнаружения пластины подвергают повторной обработке и промывке растворителями.

Л.3.9.9 Подготовленные пластины взвешивают, результат измерений (конечную массу пластин, m_2) регистрируют до четвертого десятичного знака и фиксируют в таблице Л.3.2.

Т а б л и ц а Л.3.2 – Результаты измерений антикоррозионной характеристики проб турбинных масел.

Анализируемое масло	Номер прибора	Номер пластины	Масса пластины до опыта m_1	Масса пластины после опыта m_2	Площадь пластины S	Удельное изменение массы стальной пластины C_K
			г	г	см ²	г/м ²

Л.3.10 Обработка результатов измерений

Л.3.10.1 Антикоррозионную характеристику пробы масла C_K , г/м² рассчитывают по формуле (Л.3.2)

$$C_K = \frac{(m_1 - m_2)}{S} \times 10000, \quad (\text{Л.3.2})$$

где m_1 – исходная масса пластины по Л.3.9.3, г;

m_2 – конечная масса пластины по Л.3.9.9, г;

S – площадь поверхности пластины по Л.3.9.1, см²;

10000 – коэффициент пересчета площади из см² в м².

Л.3.10.2 За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости (Л.3.3)

$$|C_1 - C_2| \leq r, \quad (\text{Л.3.3})$$

где C_1, C_2 – результаты параллельных определений антикоррозионной характеристики, г/м²,

r – значение предела повторяемости, г/м^2 (таблица Л.3.1).

Л.3.10.3 Если условие (Л.3.3) 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 (Л.3.3.4)

$$|C_{\max} - C_{\min}| \leq CR_{0,95}, \quad (\text{Л.3.4})$$

где C_{\max} , C_{\min} – максимальное и минимальное значения из полученных четырех параллельных определений антикоррозионной характеристики стальных пластин СК, г/м^2 ;

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

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

Для $n = 4$

$$CR_{0,95} = 3,6 \cdot \sigma_r. \quad (\text{Л.3.5})$$

Если условие (Л.3.4) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями МВИ.

Л.3.10.4. Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

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

где \bar{C} – среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по Л.3.10.2, Л.3.10.3, г/м^2 ;

$\pm \Delta$ – границы абсолютной погрешности ($P = 0,95$), г/м^2 (таблица Л.3.1).

В случае, если изменение антикоррозионной характеристики ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «значение антикоррозионной характеристики менее 2 г/м^2 (более 16 г/м^2).

Л.3.11 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 «Точность, (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений», используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения повторяемости по ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.2) и контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.3).

Примечание – Методика аттестована Федеральным Государственным Унитарным Предприятием «Всероссийский Научно-Исследовательский Институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»). Свидетельство об аттестации № 60-09 от 17.11.2009 г.

Л.4 Методика выполнения измерений времени деаэрации в пробах минеральных и огнестойких (типа ОМТИ) турбинных масел

Л.4.1 Назначение и область применения

Методика выполнения измерений времени деаэрации в пробах минеральных и огнестойких турбинных масел типа ОМТИ (представляющих собой смесь триарилфосфатов различного изомерного состава) устанавливает процедуру выполнения измерений времени деаэрации проб турбинных масел в диапазоне от 60 с до 500 с путем измерения времени, в течение которого турбинное масло выделит воздух из воздушно-масляной дисперсии, образовавшейся в результате интенсивного барботирования воздуха через его объем.

Наличие воздуха в масле определяют по плотности воздушно-масляной дисперсии методом гидростатического взвешивания, измеряя изменение веса погружного элемента в анализируемой жидкости.

Л.4.2 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 Л.4.1.

Т а б л и ц а Л.4.1

Диапазон измерений времени деаэрации, с	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) $\pm\Delta$, с при $P = 0,95$	Показатель повторяемости (абсолютное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r , с	Предел повторяемости, r , с при $P = 0,95$, $n = 2$
От 60 до 180 включ.	15	5,5	15
Св. 180 до 500 включ.	30	11	30

Л.4.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

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

Л.4.3.1 Средства измерений и оборудование

– весы лабораторные аналитические с наибольшим пределом взвешивания 200 г специального класса точности с погрешностью взвешивания не более ($\pm 0,0002$) г по ГОСТ Р 53228.

– секундомер с ценой деления 0,2 с, класс точности 2, по ТУ 25-1894.003 [54];

– термометр жидкостный с диапазоном измерений (0-100) °С с ценой деления 1°С, абс. погрешность ($\pm 0,5$) °С, по ГОСТ 28498;

– манометр технический показывающий со шкалой от (0-50) кПа (0-500) мБар), класс точности 4,0 по ГОСТ 2405;

– цилиндр 1-250 по ГОСТ 1770;

– установка для определения деаэрирующих свойств турбинных масел.

Схема, состав и характеристики представлены в приложении Л (Л.4.1)

- стеклянный погружной элемент цилиндрической формы длиной $(80 \pm 1,5)$ мм, вытесняющий при погружении 10 см^3 масла, с прикрепленной к нему металлической нитью и крючком. Длина нити должна быть отрегулирована таким образом, чтобы при испытании нижний край погружного элемента находился на расстоянии (10 ± 2) мм от дна сосуда;
- проволока диаметром 0,1 мм платиновая по ГОСТ 18389 или медная по ГОСТ 22666;
- компрессор мощностью 90 Вт, напряжением 220/240 В, с частотой вращения ротора 1400 мин^{-1} , создающий давление воздуха не ниже 25 кПа (250 мБар);
- пробирка П-2-19-180ХС по ГОСТ 25336;
- стакан В-1-400ТС по ГОСТ 25336;
- электрическая плитка по ГОСТ 14919;
- шкаф лабораторный сушильный, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима от $40 \text{ }^\circ\text{C}$ до $150 \text{ }^\circ\text{C}$ с погрешностью $(\pm 5)^\circ\text{C}$ по ТУ 16-531.639-78 [47];
- ступка 3 и пестик 3 по ГОСТ 9147;
- водяная баня.

Л.4.3.2 Реактивы и материалы

- спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;
- бензол, квалификации «ч.д.а.» по ГОСТ 5955;
- ацетон, квалификации «ч.д.а.» по ГОСТ 2603;
- калий двуххромовокислый, квалификации «ч» по ГОСТ 4220;
- кислота серная концентрированная, квалификации «ч.д.а.» по ГОСТ 4204;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

Л.4.4 Метод измерений

Метод основан на измерении времени, в течение которого плотность воздушно-масляной дисперсии (полученной из анализируемого масла в стандартных условиях) возвращается к исходному значению плотности масла. Плотность масла

контролируют методом гидростатического взвешивания, измеряя вес вытесненной жидкости (изменение веса погружного элемента в анализируемой жидкости). Изменение веса погружного элемента в масле (m) вследствие действия выталкивающей силы жидкости прямо пропорционально плотности жидкости (масла) ρ (Л.4.1)

$$m = \rho \times V, \quad (\text{Л.4.1})$$

где m – вес вытесненной жидкости (изменение веса погружного элемента), г;

ρ – плотность жидкости, г/см³;

V – объем погружного элемента, см³ ($V = 10 \text{ см}^3$).

Л.4.5 Требования безопасности

При выполнении измерений соблюдают правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на установку для определения времени деаэрации.

Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005. Организацию обучения работающих безопасности труда осуществляют по ГОСТ 12.0.004.

Л.4.6 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 устройством установки для определения времени деаэрации и операциями, проводимыми при выполнении измерений и обработке результатов.

Л.4.7 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории соблюдают следующие условия:

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

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

Л.4.8 Подготовка к выполнению измерений

Л.4.8.1 Подготовка посуды

Л.4.8.1.1 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 измельченного кристаллического калия двуххромовокислого (взвешенную на технических весах), и осторожно нагревают на водяной бане до полного растворения.

Л.4.8.1.2 Используемую при проведении измерений посуду тщательно моют хромовой смесью, водой, ополаскивают дистиллированной водой и высушивают в сушильном шкафу.

Л.4.8.1.3 Стекланный сосуд с форсункой (рисунок Л.4.2 в Л.4.1), пробирку, цилиндр и стакан промывают ацетоном или спиртобензольной смесью (1:4), отмывают водой от следов растворителя и обрабатывают хромовой смесью. Затем тщательно ополаскивают водопроводной и дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу. Погружной элемент многократно промывают растворителем и сушат в сушильном шкафу.

Л.4.8.2 Подготовка проб к анализу

Л.4.8.2.1 Для каждой пробы масла выполняют два параллельных определения.

Л.4.8.3 Подготовка оборудования

Л.4.8.3.1 Установку (АДМ-1) для определения деаэрирующих свойств масел в соответствии с инструкцией по ее эксплуатации. Присоединяют к панели управления регулятор температуры воздуха, подаваемого в прибор, и, при помощи резинового шланга, напорную линию компрессора. Включают все приборы в сеть.

Л.4.8.3.2 Включают компрессор, с помощью регулятора устанавливают давление по манометру, равное 20 кПа (200 мБар), и затем отключают компрессор.

Л.4.8.3.3 Пробирку устанавливают в отверстие в крышке термостата.

Л.4.8.3.4 Закрепляют сосуд для измерений в хомуте) на панели и соединяют шлангами входные и выходные отверстия рубашки сосуда с термостатом. Включают термостат и настраивают его температурное реле на поддержание температуры теплоносителя (воды) в пределах (50,3-50,5)°С.

Л.4.8.3.5 Помещают в стакан вместимостью 200 см³ 180 см³ пробы масла, нагревают на горячей водяной бане или в сушильном шкафу до 55°С, заливают в измерительный сосуд и термостатируют не менее 15 мин.

Л.4.8.3.6 Настраивают регулятор температуры таким образом, чтобы температура воздуха, подаваемого компрессором в измерительный сосуд поддерживалась в диапазоне (50±0,5)°С.

Л.4.9 Выполнение измерений

Л.4.9.1 При комнатной температуре определяют вес погружного элемента на воздухе, подвесивая его на денсиметрические весы. Затем выставляют на весах показатель «ноль».

Л.4.9.2 Погружной элемент после взвешивания опускают в пробирку, установленную в термостате, и выдерживают не менее 15 мин.

Л.4.9.3 Определяют исходное значение веса вытесненного масла (ρ_0): вынимают форсунку из сосуда, отсоединяют его от панели управления, помещают в сосуд погружной элемент, подвешенный на гидростатических весах, и выполняют измерения (т.е. записывают показания весов, г). Результат измерений регистрируют до третьего десятичного знака.

Л.4.9.4 Погружной элемент вынимают из сосуда и опускают в пробирку, установленную в термостате, измерительный сосуд вставляют в хомут на панели аппарата и закрывают форсункой.

Включают компрессор и нагреватель воздуха. Когда воздух прогреется до 50°С, на отвод форсунки, соединенный с капилляром, надевают шланг для подачи воздуха и немедленно включают секундомер. Постоянное давление 20 кПа (200 мБар) – поддерживают регулятором давления.

Л.4.9.5 Через 420 с прекращают подачу воздуха. Не выключая секундомер, отсоединяют шланг, вынимают форсунку из сосуда, а затем сосуд из хомута на панели аппарата.

Л.4.9.6 Погружной элемент опускают в анализируемое масло, измерительный сосуд с маслом помещают под гидростатические весы, подвешивая на них погружной элемент, и проводят измерения веса вытесненной жидкости (полученной воздушно-масляной дисперсии) (ρ_x) (аналогично Л.4.9.3), который непрерывно изменяется по мере выделения воздуха из масла. Промежуток времени между прекращением подачи воздуха и первым измерением не должен превышать 45 с.

Е.9.7 Изменения повторяют через каждые 15 с для свежих и через каждые 30 с для эксплуатационных масел до тех пор, пока вес вытесненной жидкости не достигнет значения (ρ), рассчитанного по формуле (Л.4.2)

$$m = m_0 - 0,002 \times m_0, \quad (\text{Л.4.2})$$

где m_0 – исходный вес вытесненного анализируемого масла;

0,002 – коэффициент для расчета (значение, принятое как точка окончания отсчета).

Время $t_{\text{общ.}}$, при котором достигнуто выполнение условия (Л.4.2) записывают в журнал.

Л.4.10 Обработка результатов измерений

Л.4.10.1 Рассчитывают время деаэрации пробы анализируемого масла по формуле (Л.4.3)

$$t_{\text{деаэр}} = t_{\text{общ}} - t_{\text{б}}, \quad (\text{Л.4.3})$$

где $t_{\text{деаэр}}$ – время деаэрации, с;

$t_{\text{общ}}$ – общее время от включения секундомера до окончания отсчета по Л.4.9.7, с;

$t_{\text{б}}$ – время, в течение которого пропускают воздух через пробу масла, с ($t_{\text{б}} = 420$ с).

Л.4.10.2 За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости (Е.4)

$$|t_1 - t_2| \leq r, \quad (\text{Л.4.4})$$

где t_1, t_2 – результаты параллельных определений времени деаэрации, с;

r – значение предела повторяемости, % (таблица Л.4.1).

Л.4.10.3 Если условие (Л.4.4) 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 (Л.4.5).

$$|t_{\text{max}} - t_{\text{min}}| \leq CR_{0,95}, \quad (\text{Л.4.5})$$

где $t_{\text{max}}, t_{\text{min}}$ – максимальное и минимальное значения из полученных четырех параллельных определений времени деаэрации, с,

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

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

Для $n = 4$

$$CR_{0,95} = 3,6 \cdot \sigma_r. \quad (\text{Л.4.6})$$

Если условие (Л.4.5) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями МВИ.

Л.4.10.4 Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$\bar{t} \pm \Delta \text{ при } P = 0,95,$$

где \bar{t} – среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по Л.4.10.2 и Л.4.10.3;

$\pm \Delta$ – границы относительной погрешности, % (таблица Л.4.1).

В случае, если время деаэрации ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «время деаэрации пробы испытуемого масла менее 60 с (более 500 с)».

Л.4.11 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, используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения повторяемости ГОСТ Р ИСО 5725-6 (по п. 6.2.2) и контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности по ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.3). 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.

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.

Примечание – Методика аттестована Федеральным Государственным Унитарным Предприятием «Всероссийский Научно-Исследовательский Институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»). Свидетельство об аттестации № 61-09 от 17.11.2009 г.

Л.5 Методика выполнения измерений кислотного числа в пробах огнестойких турбинных масел типа ОМТИ (ОМТИ)

Л.5.1 Назначение и область применения

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.

Л.5.2 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 Л.5.1.

Т а б л и ц а Л.5.1

Турбинное масло	Диапазон измерений кислотного числа, мг КОН/ г	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) $\pm\Delta$, мг КОН/г при $P = 0,95$	Показатель повторяемости (абсолютное среднеквадрати ческое отклонение повторяемости), σ_r , мг КОН/г	Предел повторяемости, r , мг КОН/г при $P = 0,95$, $n = 2$
Товарное и эксплуатационн ое (светлое)	От 0,030 до 0,30 включ.	0,012	0,003	0,007
Эксплуатационн ое (темное)	Св. 0,30 до 1,00 включ.	0,04	0,004	0,011

Л.5.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

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

Л.5.3.1 Средства измерений:

- весы лабораторные общего назначения первого класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1000 г по ГОСТ Р 53228;
- стандарт-титр соляной кислоты с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³, и относительной погрешностью аттестованного значения (± 1) % по ТУ 6-09-2540-87 [52];
- 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;
- пипетка с одной отметкой 2-2-10 по ГОСТ 29169;
- колба мерная, 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
- цилиндры 1-50-2, 1-100-2, 1-1000-2 по ГОСТ 1770;

Л.5.3.2 Вспомогательные устройства:

- колбы КН-1, 2-250ТС по ГОСТ 25336;
- капельница 2-50ХС по ГОСТ 25336;
- набор стеклянной посуды для перегонки по ГОСТ 25336;
- трубка хлоркальциевая по ГОСТ 25336;

– ступка 3 и пестик 3 по ГОСТ 9147;

Л.5.3.3 Реактивы и материалы:

– спирт этиловый ректифицированный высшего сорта по ГОСТ 18300;

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

– индикатор фенолфталеин по ТУ 6-09-5360-88 [55];

– индикатор щелочной голубой по ТУ 6-09-07-356-75 [39];

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

– калий марганцевоокислый, квалификации «х.ч.» по ГОСТ 20490;

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

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

– натронная известь по ГОСТ 6755 или аскарит по ТУ 6-09-4128 [38];

– вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

– бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

П р и м е ч а н и е – Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже приведенных выше.

Л.5.4 Метод измерений

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

Л.5.5 Требования безопасности

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

Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005. Организацию обучения работающих безопасности труда осуществляют по ГОСТ 12.0.004.

Л.5.6 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.

Л.5.7 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.

Л.5.8 Подготовка к выполнению измерений

Л.5.8.1 Подготовка посуды

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

Л.5.8.2 Подготовка спирта для приготовления растворов

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

Л.5.8.3 Приготовление растворов

Л.5.8.3.1 Приготовление спиртового раствора фенолфталеина с массовой долей 1% по ГОСТ 4919.1.

1 г фенолфталеина растворяют в 80 см³ этилового спирта и доводят объем раствора дистиллированной водой до 100 см³. Раствор пригоден в течение одного месяца.

Л.5.8.3.2 Приготовление спиртового раствора индикатора щелочного голубого с массовой долей 1%.

В стеклянную колбу вместимостью 250 см³ берут навеску (1,0±0,1) г щелочного голубого, добавляют мерным цилиндром 100 см³ 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.

Л.5.8.3.3 Приготовление спиртового раствора КОН с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³.

Для приготовления раствора в стеклянную склянку (бутылку) вместимостью 1,0 дм³ помещают навеску КОН (3,0±0,1) г, добавляют мерным цилиндром 0,950 дм³ дважды перегнанного этилового спирта и растворяют интенсивным перемешиванием. Раствор выдерживают в течение 10 сут в темноте, затем фильтруют через бумажный фильтр в другую емкость и устанавливают его титр.

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

Л.5.8.3.4 Приготовление раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³ с использованием стандарт-титра

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ количественно переносят содержимое ампулы, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – не более трех месяцев. Титр раствора проверяют не реже 2-х раз в месяц.

Л.5.8.3.5 Приготовление спирто-бензольной смеси.

В коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см³ мерным цилиндром помещают сначала 25 см³ спирта, затем 100 см³ бензола и перемешивают.

Л.5.8.3.6 Приготовление хромовой смеси.

В стакан вместимостью 150 см³ наливают с помощью мерного цилиндра 52 см³ концентрированной серной кислоты (95 г), затем в этот же стакан осторожно добавляют навеску 5 г измельченного кристаллического калия двуххромовокислого (взвешенную на технических весах), и осторожно нагревают на водяной бане до полного растворения.

Л.5.8.4 Определение точной массовой концентрации (титра) спиртового раствора КОН

В коническую колбу вместимостью 100 см³ помещают с помощью пипетки 10 см³ раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 0,1 моль /дм³, добавляют 5 капель раствора фенолфталеина, титруют спиртовым раствором КОН с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³ до появления розового окрашивания, используя бюретку вместимостью 25 см³, защищенную трубкой с натронной известью или аскаритом.

Массовую концентрацию калия гидроокиси в спиртовом растворе, T , мг/см³, вычисляют по формуле (Л.5.1)

$$T = \frac{V_{HCl} \times C_{HCl} \times M_{KOH}}{V_{KOH}} = \frac{56,104}{V_{KOH}}, \quad (\text{Л.5.1})$$

где V_{KOH} – объем раствора КОН, израсходованный на титрование, см³;

V_{HCl} – объем раствора соляной кислоты, взятой для титрования, см³ ($V_{HCl} = 10$ см³);

C_{HCl} – молярная концентрация раствора соляной кислоты, моль/дм³ ($C_{HCl} = 0,1$ моль/дм³);

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/ см³.

Л.5.8.5 Подготовка проб к анализу

Л.5.8.5.1 Для каждой пробы масла выполняют два параллельных определения.

Л.5.9 Выполнение измерений

Л.5.9.1 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 см³ берут навеску товарного (свежего) масла (10,0±0,5) г, результат взвешивания регистрируют до второго десятичного

знака. В другую коническую колбу наливают 25 см³ этилового спирта и, в присутствии 10 капель индикатора щелочного голубого, нейтрализуют раствором калия гидроокиси с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³ 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/дм³ до первого изменения окраски от голубой до розовой.

Л.5.9.2 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 Л.5.9.1), выполняют следующие операции. В коническую колбу вместимостью 250 см³ берут навеску эксплуатационного масла (1,0±0,1) г, результат взвешивания регистрируют до второго десятичного знака. В другую коническую колбу наливают 25 см³ спиртобензольной смеси, приготовленной по Л.5.8.3.5, и, в присутствии 15 капель индикатора щелочного голубого, нейтрализуют раствором калия гидроокиси с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³ 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/дм³ до первого изменения окраски раствора.

Л.5.10 Обработка результатов измерений

Л.5.10.1 Кислотное число (K) масла, мг КОН/г, вычисляют по формуле (Л.5.2)

$$K = \frac{V \times T}{m}, \quad (\text{Л.5.2})$$

где V – объем раствора КОН с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³, израсходованного на титрование, см³;

m – масса пробы масла, г;

T – массовая концентрация раствора КОН, мг/см³.

Л.5.10.2 За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости (Л.5.3)

$$|K_1 - K_2| \leq r, \quad (\text{Л.5.3})$$

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

r – значение предела повторяемости, мг КОН/г (таблица Л.5.1).

Л.5.10.3 Если условие (Л.5.3) 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 (Л.5.4)

$$|K_{\max} - K_{\min}| \leq CR_{0,95}, \quad (\text{Л.5.4})$$

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 $n = 4$

$$CR_{0,95}=3,6 \cdot \sigma_r. \quad (\text{Л.5.5})$$

Если условие (Л.5.4) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями МВИ.

Л.5.10.4 Результат измерений кислотного числа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

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

где \bar{K} – среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по Л.5.10.2.; Л.5.10.3, мг КОН/г;
 $\pm \Delta$ – границы абсолютной погрешности ($P = 0,95$), мг КОН/г (таблица Л.5.1).

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)».

Л.5.11 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, используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения повторяемости по ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.2) и контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности по ГОСТ Р ИСО 5725-6(пункт 6.2.3).

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.

Примечание – Методика аттестована Федеральным Государственным Унитарным Предприятием «Всероссийский Научно-Исследовательский Институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»). Свидетельство об аттестации № 63-09 от 17.11.2009 г.

Л.6 Методика выполнения измерений водородного показателя водной вытяжки из проб огнестойких турбинных масел типа ОМТИ (ОМТИ)

Л.6.1 Назначение и область применения

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 (рН) потенциометрическим методом в диапазоне от 5,8 до 8,0.

Л.6.2 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 Л.6.1.

Т а б л и ц а Л.6.1

Диапазон измерений водородного показателя водной вытяжки рН	Показатель точности (граница абсолютной погрешности) $\pm\Delta$, при $P = 0,95$	Показатель повторяемости (абсолютное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r	Предел повторяемости, г, при $P = 0,95$, $n = 2$
От 5,8 до 8,0 включ.	0,25	0,07	0,2

Л.6.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

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

Л.6.3.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

- рН-метр-милливольтметр рН-410 с абсолютной погрешностью измерений рН ($\pm 0,04$) по ГОСТ 27987;
 - электроды стеклянные лабораторные марки ЭСЛ-43-07СР по ТУ 25.05.2234-77 [19];
 - стандарт-титры буферных растворов – эталоны сравнения 3-го разряда с рН 6,86 и 7,43 (при 25°C) по ГОСТ 8.135;
 - весы лабораторные общего назначения I класса точности по ГОСТ Р 53228 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°C второго класса точности по ГОСТ 28498;
 - пипетка с одной отметкой 2-2-100 по ГОСТ 29169;
 - колбы мерные 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
 - колбы КН-1 2-100, 2-250, 29/32 ТС по ГОСТ 25336;
 - стакан В-1-50 ТС по ГОСТ 25336;
 - воронка делительная ВД-1-500Х по ГОСТ 25336;
 - воронка В-100-80ХС по ГОСТ 25336;
 - шкаф лабораторный сушильный, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима от 40°C до 150°C с погрешностью (± 5)°С по ТУ 16-531.639-78 [47];
 - ступка 3 и пестик 3 по ГОСТ 9147;
 - электроплитка по ГОСТ 14919;
- Л.6.3.2 Реактивы и материалы
- калий двуххромовокислый, квалификации «х.ч.» по ГОСТ 4220;
 - кислота серная концентрированная, квалификации «х.ч.» по ГОСТ 4204;
 - вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
 - бумага фильтровальная ФБ-III по ГОСТ 12026.

П р и м е ч а н и е – Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже приведенных выше.

Л.6.4 Метод измерений

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

Л.6.5 Требования безопасности

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

Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005. Организацию обучения работающих безопасности труда осуществляют по ГОСТ 12.0.004.

Л.6.6 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.

Л.6.7 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха (20±5) °С;
- атмосферное давление 84,0 до 106,7 кПа;
- влажность воздуха.....не более 80% при 25°С;
- напряжение переменного тока.....(220± $\begin{smallmatrix} 22 \\ 33 \end{smallmatrix}$) 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.

Л.6.8 Подготовка к выполнению измерений

Л.6.8.1 Используемую при выполнении измерений стеклянную посуду и средства измерения моют хромовой смесью, водой, ополаскивают дистиллированной водой и высушивают в сушильном шкафу.

Л.6.8.2 Подготовка средств измерений к анализу

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

Л.6.8.3 Подготовка к работе аналитических весов осуществляют в соответствии с Руководством по эксплуатации.

Л.6.8.4 Приготовление эталонов сравнения рН (буферных растворов) из стандарт-титров.

Содержимое ампулы стандарт-титра количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, 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 затемненном месте при температуре не выше 25°С. Срок хранения – 1 месяц с момента приготовления.

Л.6.8.5 Хромовая смесь – в стакан вместимостью 150 см³ наливают с помощью мерного цилиндра 52 см³ концентрированной серной кислоты (95 г), затем в этот же стакан осторожно добавляют навеску 5 г измельченного кристаллического калия двуххромовокислого (взвешенную на технических весах), и осторожно нагревают на водяной бане до полного растворения.

Л.6.8.6 Градуировка рН-метра

Градуировку рН-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 рН (рН 6,86 и 7,43 при 25°С), приготовленных по Л.6.8.4. Градуировочную характеристику

считают стабильной, если измеренное значение рН 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.

Л.6.9 Выполнение измерений

Л.6.9.1 Для каждой пробы выполняют два параллельных определения.

Л.6.9.2 В плоскодонной колбе вместимостью 500 см³ взвешивают на технических весах (100,0±0,1) пробы масла, результат взвешивания регистрируют до второго десятичного знака; добавляют пипеткой 100 см³ 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 мин. После разделения фаз, сливают нижний слой масла, а водный экстракт фильтруют через бумажный фильтр диаметром 90 мм в коническую колбу вместимостью 250 см³ и охлаждают до комнатной температуры.

Л.6.9.3 Измерение водородного показателя (рН).

Полученный экстракт наливают в стакан вместимостью 50 см³, и с помощью рН-метра измеряют в нем водородный показатель. Показания прибора записывают в журнал.

Л.6.10 Обработка результатов измерений

Л.6.10.1 За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости (Л.6.1).

$$|C_1 - C_2| \leq r, \quad (\text{Л.6.1})$$

где C_1, C_2 – результаты параллельных определений водородного показателя (рН); r – значение предела повторяемости (таблица Л.6.1).

Л.6.10.2 Если условие (Л.6.2) 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 (Л.6.3)

$$|C_{\max} - C_{\min}| \leq CR_{0,95}, \quad (\text{Л.6.2})$$

где C_{\max} , C_{\min} – максимальное и минимальное значения из полученных четырех параллельных определений водородного показателя рН;
 $CR_{0,95}$ – значение критического диапазона для уровня вероятности $P = 0,95$ и n результатов определений.

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

Для $n = 4$

$$CR_{0,95} = 3,6 \cdot \sigma_r. \quad (\text{Л.6.3})$$

Если условие (Л.6.2) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями МВИ.

Л.6.10.3. Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

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

где \bar{C} – среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по п. 10.1; 10.2, рН;

$\pm \Delta$ – границы относительной погрешности (рН) (таблица Л.6.1).

В случае, если значения водородного показателя (рН) ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в

журнале: «значения водородного показателя (рН) водной вытяжки в испытуемой массе ОМТИ ниже 5,8 рН (более 8,0 рН)».

Л.6.11 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 (Точность, (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений), используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения повторяемости ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.2) и контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.3). 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.

П р и м е ч а н и е – Методика аттестована Федеральным Государственным Унитарным Предприятием «Всероссийский Научно-Исследовательский Институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»). Свидетельство об аттестации № 65-09 от 17.11.2009 г.

Л.7 Методике выполнения измерений массовой доли (мг КОН/г) водорастворимых кислот в пробах огнестойких турбинных масел типа ОМТИ (ОМТИ).

Л.7.1 Назначение и область применения

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 нем водорастворимых кислот титриметрическим методом в диапазоне от 0,10 мг КОН/г до 0,50 мг КОН/г.

Л.7.2 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 Л.7.1.

Т а б л и ц а Л.7.1

Наименование	Диапазон измерений	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta, \%$ при $P = 0,95$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r, \%$	Предел повторяемости, $r, \%$ при $P = 0,95$, $n = 2$
Массовая доля водорастворимых кислот, мг КОН/г	От 0,10 до 0,50 включ.	10	2,5	7

Л.7.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

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

Л.7.3.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

- весы лабораторные общего назначения I класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1000 г по ГОСТ Р 53228;
- термометр ртутный стеклянный лабораторный ТЛ-4 с диапазоном измерений (0-100) °С с ценой деления 0,1°С II класса точности по ГОСТ 28498;
- стандарт-титр соляной кислоты с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³, и относительной погрешностью аттестованного значения (± 1)% по ТУ 6-09-2540-87 [52];
- бюретки 1-1-2-2-0,01 или 1-1-2-5-0,01; 1-1-2-25-0,1 по ГОСТ 29251;
- пипетки с одной отметкой 2-2-10, 2-2-100 по ГОСТ 29169;
- колбы мерные 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
- цилиндры мерные с носиком 1-50-2, 1-100-2, 1-500-2, 1-1000-2 по ГОСТ 1770;

- колбы КН-2-50-22 ТХС и КН-2-100-50 ТХС по ГОСТ 25336;
- колбы П-2-500 -40 ТХС по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1-50 ТС и В-1-150 ТХС по ГОСТ 25336;
- воронка делительная ВД-1-500Х по ГОСТ 25336;
- воронка В-100-80ХС по ГОСТ 25336;
- капельница 2-50ХС по ГОСТ 25336;
- бумага фильтровальная по ГОСТ 12026;
- шкаф лабораторный сушильный, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима от 40 °С до 150 °С с погрешностью (± 5) °С по ТУ 16-531.639-78 [47];
- электроплитка по ГОСТ 14919;
- ступка 3 и пестик 3 по ГОСТ 9147

Л.7.3.2 Реактивы и материалы

- Калия гидроокись, квалификации «х.ч.», по ГОСТ 24363;
- индикатор фенолфталеин, квалификации «х.ч.» по ТУ 6-09-5360-88 [55];
- калий двухромовокислый, квалификации «х.ч.» по ГОСТ 4220;
- кислота серная концентрированная, квалификации «х.ч.» по ГОСТ 4204;
- 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.

Л.7.4 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.

Л.7.5 Требования безопасности

При выполнении измерений соблюдают правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005. Организацию обучения работающих безопасности труда осуществляют по ГОСТ 12.0.004.

Л.7.6 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.

Л.7.7 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 ±²²₃₃) 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.

Л.7.8 Подготовка к выполнению измерений

Л.7.8.1 Используемую при выполнении измерений стеклянную посуду и средства измерения моют хромовой смесью, водой, ополаскивают дистиллированной водой и высушивают в сушильном шкафу.

Л.7.8.2 Приготовление растворов

Л.7.8.2.1 Приготовление спиртового раствора фенолфталеина с массовой долей 1% – навеску фенолфталеина 1 г, растворяют при интенсивном перемешивании в 80 см³ этилового спирта, доводят объем раствора дистиллированной водой до 100 см³ и снова перемешивают.

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

Л.7.8.2.2 Приготовление водного раствора КОН с молярной концентрацией 0,01 моль/дм³

Навеску калия гидроокиси (0,5610±0,0002) г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем раствора до метки и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора – один месяц.

Л.7.8.2.3 Приготовление водного раствора HCl с молярной концентрацией 0,1 моль/ дм³ из стандарт-титра.

В мерную колбу, вместимостью 1000 см³, 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 трех месяцев.

Л.7.8.2.4 Приготовление водного раствора HCl с молярной концентрацией 0,01 моль/ дм³.

В мерную колбу, вместимостью 100 см³, помещают пипеткой 10 см³ раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³ по Л.7.8.2.4, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Раствор готовят непосредственно перед применением.

Л.7.8.2.5 Установление титра раствора КОН.

В коническую колбу вместимостью 100 см³ пипеткой помещают 10 см³ раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 0,01 моль/ дм³ и титруют водным раствором КОН, приготовленным по Л.7.8.2.3, с помощью бюретки вместимостью 25 см³ в присутствии 5 капель раствора индикатора фенолфталеина по Л.7.8.2.1 до розового окрашивания. Титр водного раствора КОН (фактическую массовую концентрацию), мг/ см³, вычисляют по формуле (Л.7.1)

$$T = \frac{V_1 \times N_{HCl} \times M_{KOH}}{V}, \quad (\text{Л.7.1})$$

где V – объем водного раствора КОН, израсходованный на титрование, см³;

V_1 – объем раствора соляной кислоты, взятый для титрования, см³ ($V_1 = 10$ см³);

N_{HCl} – молярная концентрация раствора соляной кислоты, моль/дм³;

M_{KOH} – молярная масса калия гидроокиси, г/моль.

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

Л.7.8.2.6 Хромовая смесь – в стакан вместимостью 150 см³ наливают с помощью мерного цилиндра 52 см³ концентрированной серной кислоты (95 г), затем в этот же стакан осторожно добавляют навеску 5 г измельченного кристаллического калия двуххромовокислого (взвешенную на технических весах), и осторожно нагревают на водяной бане до полного растворения.

Л.7.8.3 Подготовка проб к анализу

Л.7.8.3.1 Для каждой пробы масла выполняют два параллельных определения.

Л.7.8.3.2 В плоскодонной колбе вместимостью 500 см³ взвешивают (100,00±0,01) г масла, добавляют пипеткой 100 см³ дистиллированной воды, вставляют в колбу термометр и при слабом помешивании нагревают смесь до (55±1)°С, контролируя температуру смеси по показаниям термометра, затем ее 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 см³.

Л.7.9 Выполнение измерений

При помощи пипетки отбирают аликвотную часть водной вытяжки (10 см³), приготовленной по Л.7.8.3.2, помещают ее в коническую колбу вместимостью 50 см³ и титруют ее с помощью бюретки с ценой деления 0,01 см³ водным раствором КОН с молярной концентрацией 0,01 моль/дм³ в присутствии 5 капель индикатора фенолфталеина до появления светло-розовой окраски.

Л.7.10 Обработка результатов измерений

Л.7.10.1 Массовую долю водорастворимых кислот (X) в мг КОН на 1 г масла вычисляют по формуле (Л.7.2)

$$X = \frac{V_1 \times T \times V_3}{m \times V_2}, \quad (\text{Л.7.2})$$

где V_1 – объем водного раствора КОН, израсходованного на титрование, см^3 ;
 V_2 – объем аликвоты водной вытяжки, отобранной для титрования, см^3 ($V_2 = 10 \text{ см}^3$);
 V_3 – объем водной вытяжки ($V_2 = 100 \text{ см}^3$);
 T – массовая концентрация водного раствора КОН по 8.2.6, $\text{мг}/\text{см}^3$;
 m – навеска масла, г.

Л.7.10.2 За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости (Л.7.3)

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq r, \quad (\text{Л.7.3})$$

где X_1, X_2 – результаты параллельных определений содержания водорастворимых кислот, $\text{мг КОН}/\text{г}$,
 r – значение предела повторяемости, % (таблица Л.7.1).

Л.7.10.3 Если условие (Л.7.3) 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 (Л.7.4)

$$\frac{4 \cdot |X_{\max} - X_{\min}| \cdot 100}{(X_1 + X_2 + X_3 + X_4)} \leq CR_{0,95}, \quad (\text{Л.7.4})$$

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

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

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

Для $n = 4$

$$CR_{0,95} = 3,6 \cdot \sigma_r. \quad (\text{Л.7.5})$$

Если условие (Л.7.4) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями МВИ.

Л.7.10.4 Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

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

где \bar{X} – среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по 10.2; 10.3, мг КОН/г;

$\pm \delta$ – границы относительной погрешности ($P = 0,95$), % (таблица Л.7.1).

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)».

Л.7.11 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 «Точность, (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений», используя контроль

стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения повторяемости ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.2) и контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.3). 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.

П р и м е ч а н и е – Методика аттестована Федеральным Государственным Унитарным Предприятием «Всероссийский Научно-Исследовательский Институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»). Свидетельство об аттестации № 64-09 от 17.11.2009 г.

Л.8 Методика выполнения измерений массовой доли растворенного шлама в пробах огнестойких турбинных масел типа ОМТИ (ОМТИ)

Л.8.1 Назначение и область применения

Методика выполнения измерений массовой доли растворенного шлама в пробах огнестойких турбинных масел типа ОМТИ (далее – ОМТИ), представляющих собой смесь триарилфосфатов различного изомерного состава, устанавливает процедуру выполнения измерений массовой доли растворимого шлама гравиметрическим методом в диапазоне измерений от 0,005% до 0,100%.

Л.8.2 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 Л.8.1.

Т а б л и ц а Л.8.1

Диапазон измерений массовой доли растворенного 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 0,005 до 0,100 включ.	0,003	0,0011	0,003

Л.8.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

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

Л.8.3.1 Средства измерений:

– весы лабораторные аналитические специального класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г, с абсолютной погрешностью взвешивания не более ($\pm 0,0002$) г по ГОСТ Р 53228;

– весы лабораторные общего назначения 2 класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ Р 53228;

– цилиндры мерные 1-10-2; 1-50-2 см³ по ГОСТ 1770;

– пипетки 2-2-5 по ГОСТ 29227.

Л.8.3.2 Вспомогательное оборудование:

– прибор для определения механических примесей в турбинных маслах, состоящий из втулки и гайки, выполненный из нержавеющей стали (рисунки Л.8.1 и Л.8.2);

– фильтры типа ФКП-20-ПОР ХС по ГОСТ 25336-82 вкладыш от фильтра Шотта № 2 или № 3 диаметром 23 мм;

– кольцо из фторопласта толщиной 5мм, шириной 5 мм и наружным диаметром 35 мм;

– колба с тубусом (склянка Бунзена) К 1-500 по ГОСТ 25336;

– колба КН-1, 1-100 по ГОСТ 25336;

– колбы конические Кн2-50-18-ТХС; Кн2-250-18-ТХС по ГОСТ 25336;

- склянка СВТ (склянка Дрекслея) по ГОСТ 25336;
- водоструйный насос по ГОСТ 25336;
- трехходовой кран по ГОСТ 7995;
- фарфоровая чашка вместимостью 50 см³ по ГОСТ 9147;
- ступка 3 и пестик 3 по ГОСТ 9147;

Л.8.3.3 Реактивы и материалы:

- гептан нормальный, квалификации «ч.д.а.» по ГОСТ 25828;
- толуол, квалификации «ч.д.а.» по ГОСТ 5789;
- калий двуххромовокислый, квалификации «ч.д.а.» по ГОСТ 4220;
- серная кислота концентрированная, квалификации «х.ч.» или «ч.д.а.» по ГОСТ 4204-77;
- фильтры бумажные («красная лента», «синяя лента») по ТУ 6-09-1678-95 [48].

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

Л.8.4 Метод измерений

Сущность метода заключается в вычислении массовой доли растворенного шлама, найденной по разности значения массовой доли нерастворенного осадка (состоящего из смеси растворенного шлама и механических примесей), после растворения навески пробы масла в н-гептане и значения массовой доли механических примесей, остающихся после растворения навески масла в толуоле.

Массовую долю нерастворенного осадка находят гравиметрическим методом, взвешивая фильтр до и после фильтрации через него растворенной в толуоле (гептане) навески пробы масла.

Л.8.5 Требования безопасности

При выполнении измерений соблюдают правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией и соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь

средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005. Организацию обучения работающих безопасности труда осуществляют по ГОСТ 12.0.004.

Л.8.6 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.

Л.8.7 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории соблюдают следующие условия:

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

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

Л.8.8 Подготовка к выполнению измерений

Л.8.8.1 Прибор для определения механических примесей в турбинных маслах ополаскивают гептаном, а используемую посуду тщательно моют хромовой смесью, водой и затем ополаскивают дистиллированной водой.

Л.8.8.2 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 измельченного кристаллического калия двухромовокислого (взвешенную на технических весах), и осторожно нагревают на водяной бане до полного растворения.

Л.8.8.3 Толуол пропускают через фильтр «синяя лента».

Л.8.8.4 Бумажные фильтры «красная лента» диаметром (40 ± 1) мм промывают толуолом. Для этого фильтр опускают в фарфоровую чашку, содержащую 30 см^3 растворителя, и выдерживают в течение 3 мин. Затем его извлекают из чашки, высушивают на воздухе до исчезновения запаха растворителя, взвешивая на аналитических весах. Разность между результатами двух последовательных измерений массы фильтра не должна превышать $0,0002 \text{ г}$. Результат измерений массы каждого фильтра (m_1, m_4) записывают в журнал.

Л.8.8.5 В нижнюю часть прибора, называемую «гайкой» (рисунок Л.8.1) вкладывают фильтр типа ФКП, а затем взвешенный бумажный фильтр «красная лента». Фильтр прижимают кольцом, изготовленным из фторопласта или другого материала, инертного к действию растворителя. Края бумажного фильтра должны равномерно обхватывать кольцо. Соединяют обе части прибора – «втулку» (рисунок Л.8.2) и «гайку» (рисунок Л.8.1), и на отвод «гайки» надевают резиновую пробку.

Л.8.8.6 Подготовка проб к анализу

Л.8.8.6.1 Для каждой пробы масла выполняют два параллельных определения.

Л.8.8.6.2 Пробу анализируемого огнестойкого масла хорошо перемешивают в течение 5 мин, путем встряхивания емкости, в которой она находится.

Л.8.9 Выполнение измерений

Л.8.9.1 Собирают прибор для фильтрования, как описано в Л.8.8.4-Л.8.8.5.

Прибор вставляют в склянку Бунзена, которую при помощи вакуумной каучуковой трубки соединяют через трехходовой кран и буферную емкость (склянка Дрекслея) с водоструйным насосом, затем открывают воду.

Л.8.9.2 В плоскодонной колбе или в стакане вместимостью 150 см^3 берут навеску пробы масла $(10,0 \pm 0,1) \text{ г}$ (m), результат взвешивания регистрируют до второго десятичного знака и определяют в нем суммарную массовую долю механических примесей и растворенного шлама следующим образом.

Л.8.9.2.1 100 см^3 н-гептана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и нагревают до $(50-55) \text{ }^\circ\text{C}$ на водяной бане.

Л.8.9.2.2 К навеске пробы масла приливают мерным цилиндром, вместимостью 50 см^3 , 25 см^3 подогретого н-гептана и перемешивают до полного растворения масла.

Л.8.9.2.3 Смочив бумажный фильтр, находящийся в приборе, $(3\pm 1) \text{ см}^3$ н-гептана с помощью пипетки вместимостью 5 см^3 , осторожно небольшими порциями по стеклянной палочке сливают полученный по Л.8.9.2.2 раствор на середину фильтра. Скорость фильтрации регулируют путем изменения положения трехходового крана. Она должна быть такой, чтобы можно было различить отдельные, быстро падающие капли. Не должно быть струи жидкости, вытекающей из нижнего отвода прибора.

После того, как весь раствор отфильтрован, ополаскивают колбу 25 см^3 растворителя, взятых мерным цилиндром вместимостью 50 см^3 , который затем также осторожно сливают на фильтр.

Промывают фильтр 50 см^3 растворителя, отвинчивают «втулку», промывают уплотнительное кольцо $(10-15) \text{ см}^3$ растворителя и, после выемки кольца, также промывают края фильтра. Затем, оставляя прибор, подключенным к водоструйному насосу, фильтр подсушивают в потоке воздуха в течение 20 мин. Необходимо следить за тем, чтобы на фильтре не осталось следов масла. Отключают насос, осторожно вынимают фильтр.

Л.8.9.2.4 Фильтр взвешивают на аналитических весах, результат измерений регистрируют до четвертого десятичного знака. Фильтр с осадком высушивают на воздухе, периодически взвешивая, до постоянной массы по Л.8.8.4. Результат измерений (m_2) записывают в журнал.

Л.8.9.3 Определение массовой доли механических примесей.

Л.8.9.3.1 Навеску m_3 предварительно тщательно перемешанной пробы испытуемого масла $(25,0\pm 0,1) \text{ г}$ взвешивают в плоскодонной колбе (результат измерений регистрируют до четвертого десятичного знака), приливают к ней 25 см^3 толуола, взятых мерным цилиндром вместимостью 50 см^3 , и растворяют масло, перемешивая смесь. Полученный раствор выдерживают в колбе с закрытой пробкой в течение одного часа.

Л.8.9.3.2 Смочив бумажный фильтр, находящийся в приборе, (3 ± 1) см³ толуола с помощью пипетки вместимостью 5 см³, осторожно, небольшими порциями по стеклянной палочке сливают полученный по Л.8.9.3.1 раствор на середину фильтра. Скорость фильтрации регулируют путем изменения положения трехходового крана. Она должна быть такой, чтобы можно было различить отдельные, быстро падающие капли. Не должно быть струи жидкости, вытекающей из нижнего отвода прибора.

После того, как весь раствор отфильтрован, ополаскивают колбу 25 см³ растворителя, взятых мерным цилиндром вместимостью 50 см³, который затем также осторожно сливают на фильтр.

Промывают фильтр 50 см³ растворителя, отвинчивают «втулку», промывают уплотнительное кольцо (10-15) см³ растворителя и, после выемки кольца, также промывают края фильтра. Затем, оставляя прибор, подключенным к водоструйному насосу, фильтр подсушивают в потоке воздуха в течение 20 мин. Необходимо следить за тем, чтобы на фильтре не осталось следов масла. Отключают насос, осторожно вынимают фильтр.

Л.8.9.3.3 Фильтр взвешивают на аналитических весах, результат взвешивания регистрируют до четвертого десятичного знака. Фильтр с осадком высушивают на воздухе, периодически взвешивая, до постоянной массы по Л.8.8.4. Результат измерений (m_5) записывают в журнал.

Л.8.10 Обработка результатов измерений

Л.8.10.1 Суммарную массовую долю растворенного шлама и механических примесей X_c , %, вычисляют по формуле (Л.8.1)

$$X_c = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100, \quad (\text{Л.1})$$

где m – навеска пробы масла по Л.8.9.4.1, г;

m_1 – масса фильтра до фильтрации по Л.8.8.3, г;

m_2 – масса фильтра после фильтрации по Л.8.9.4.5, г.

Л.8.10.2 Массовую долю механических примесей X_m , %, вычисляют по формуле (Л.8.2)

$$X_m = \frac{m_5 - m_6}{m_3} \times 100, \quad (\text{Л.8.2})$$

где m_3 – навеска пробы масла по Л.8.9.5.1, г;

m_4 – масса фильтра до фильтрации по Л.8.8.3, г;

m_5 – масса фильтра после фильтрации по Л.8.9.5.3, г.

Л.8.10.3 Массовую долю растворенного шлама X , %, вычисляют по формуле (Л.8.3)

$$X = X_c - X_m, \quad (\text{Л.8.3})$$

где X_c – суммарная массовая доля растворенного шлама и механических примесей, %;

X_m – массовая доля механических примесей, %.

Л.8.10.4 За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений массовой доли растворенного шлама X по Л.8.10.3, если выполняется условие приемлемости (Л.8.4)

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq r, \quad (\text{Л.8.4})$$

где X_1, X_2 – результаты параллельных определений массовой доли растворенного шлама, %;

r – значение предела повторяемости, % (таблица Л.8.1).

Л.8.10.5 Если условие (Л.8.4) 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 (Л.8.5)

$$\frac{4 \cdot |X_{\max} - X_{\min}| \cdot 100}{(X_1 + X_2 + X_3 + X_4)} \leq CR_{0,95}, \quad (\text{Л.8.5})$$

где X_{\max} , X_{\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 $n = 4$

$$CR_{0,95} = 3,6 \cdot \sigma_r \quad (\text{Л.8.6})$$

Если условие (Л.8.5) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями МВИ.

Л.8.10.6. Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$\bar{X} \pm \Delta, \text{ при } P = 0,95,$$

где \bar{X} – среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по Л.8.10.4; Л.8.10.5, %;

$\pm \Delta$ – границы абсолютной погрешности, % (таблица Л.8.1).

В случае, если массовая доля растворенного шлама ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «массовая доля растворенного шлама менее 0,005% (более 0,10%)».

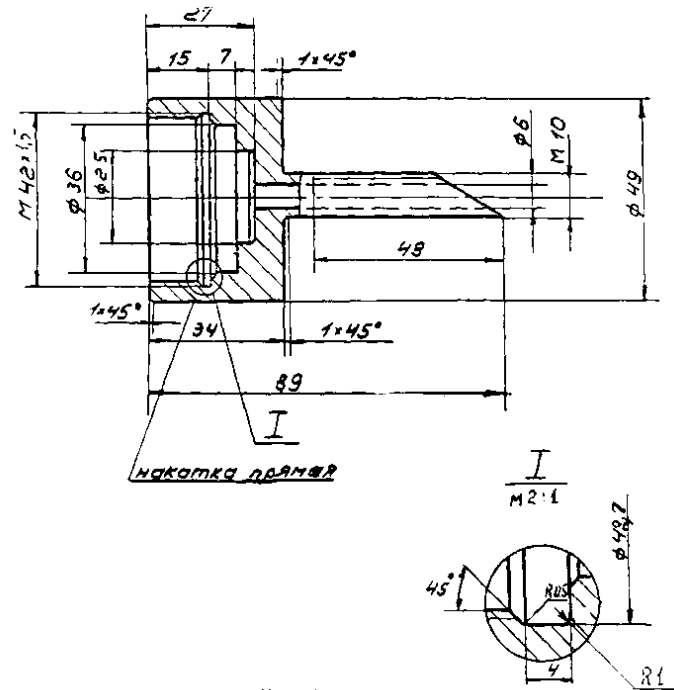
Л.8.11 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль качества результатов измерений в лаборатории при реализации методики осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6 «Точность, (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений», используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения повторяемости ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.2) и контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.3).

Периодичность контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

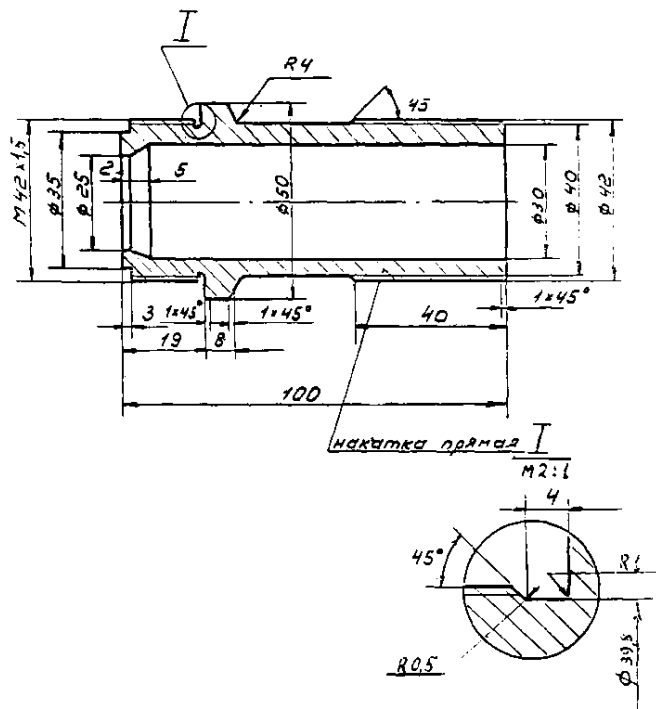
Рекомендуется устанавливать контролируемый период так, чтобы количество результатов контрольных измерений было от 10 до 20.

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.



Черт. 1

Рисунок Л.8.1 Прибор для определения механических примесей в турбинных маслах



Черт. 2

Рисунок Л.8.2 Прибор для определения механических примесей в турбинных маслах

Примечание – Методика аттестована Федеральным Государственным Унитарным Предприятием «Всероссийский Научно-Исследовательский Институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»). Свидетельство об аттестации № 77-09 от 26.11.2009 г.

Л.9 Методика выполнения измерений массовой доли фосфора в пробах огнестойких турбинных масел типа ОМТИ (ОМТИ)

Л.9.1 Назначение и область применения

Методика выполнения измерений массовой доли фосфора в пробах огнестойких турбинных масел типа ОМТИ (далее – ОМТИ), представляющих собой смесь триарилфосфатов различного изомерного состава, устанавливает процедуру выполнения измерений массовой доли фосфора в пробах свежих (товарных) и в эксплуатационных огнестойких масел колориметрическим методом по синему фосфорно-молибденовому комплексу в диапазоне от 6,0% до 15%.

Л.9.2 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 Л.9.1.

Т а б л и ц а Л.9.1

Диапазон измерений массовой доли фосфора, %	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta, \%$ при $P = 0,95$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r, \%$	Предел повторяемости, $r, \%$ при $P = 0,95$, $n = 2$
От 6,0 до 15 включ.	12	4,5	12,5

Л.9.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

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

Л.9.3.1 Средства измерений и вспомогательные устройства:

– колориметр-нефелометр фотоэлектрический ФЭК-56 с набором кювет и светофильтрами, имеющими длину пропускания волны, соответствующую максимуму (490 ± 10) нм;

– весы лабораторные аналитические с наибольшим пределом взвешивания 200 г, специального класса точности с погрешностью взвешивания не более ($\pm 0,0002$) г по ГОСТ Р 53228.

– весы лабораторные общего назначения высокого класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1000 г по ГОСТ Р 53228;

– колбы мерные 2-100-2, 2-500-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770;

– пипетки градуированные 1-2-2-5, 1-2-2-10, 1-2-2-20 см³ по ГОСТ 29227;

– пипетки с одной отметкой, 2-2-20, 2-2-50 по ГОСТ 29169;

– цилиндры мерные 1-10-2, 1-25-2, 1-50-2, 1-250-2, 1-500-2, 1-1000-2 см³ по ГОСТ 1770;

– бюретки 1-1-2-50-0,1 см³ по ГОСТ 29251;

– колбы конические КН-2-250-18 ТС по ГОСТ 25336;

– эксикатор по ГОСТ 25336;

– ступка 3 и пестик 3 по ГОСТ 9147;

– электроплитка по ГОСТ 14919;

Л.9.3.2 Реактивы и материалы:

– кислота серная концентрированная, квалификации «х.ч.», плотность 1,84 г/см³ по ГОСТ 4204;

– калий фосфорнокислый однозамещенный, квалификации «ч.д.а.» по ГОСТ 4198;

– аммоний азотнокислый кристаллический, квалификации «х.ч.», по ГОСТ 22867;

– метол (4-метиламинофенол сульфат) квалификации «х.ч.», по ГОСТ 25664;

– натрий сернистоокислый, квалификации «ч.д.а.», по ГОСТ 195;

– натрия бисульфит технический (водный раствор), марки Б по ГОСТ 902 или натрий сернистоокислый пиро, квалификации «ч.д.а.», по ТУ 6-09-4327 [56];

– аммоний молибденовокислый, квалификации «х.ч.», по ГОСТ 3765;

– натрий уксуснокислый 3-водный, квалификации «х.ч.», по ГОСТ 199;

– калий фосфорнокислый однозамещенный, квалификации «х.ч.», по ГОСТ 4198;

- спирт этиловый ректифицированный, высший сорт по ГОСТ 18300;
- калий двуххромовокислый, квалификации «х.ч.», по ГОСТ 4220;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

Л.9.4 Метод измерений

Сущность метода заключается в разрушении навески образца масла типа ОМТИ (представляющего собой смесь триарилфосфатов различного изомерного состава) смесью концентрированной серной кислоты и азотнокислого аммония с последующим определением массы фосфора в форме восстановленного синего фосфорно-молибденового комплекса колориметрическим методом и вычислением его массовой доли в масле типа ОМТИ.

Л.9.5 Требования безопасности

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

Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005. Организацию обучения работающих безопасности труда осуществляют по ГОСТ 12.0.004.

Л.9.6 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.

Л.9.7 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха $(20 \pm 5) \text{ } ^\circ\text{C}$;

- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа;
- влажность воздуха не более 80% при 25°C;
- напряжение переменного тока $(220 \pm_{33}^{22})$ 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.

Л.9.8 Подготовка к выполнению измерений

Л.9.8.1 Посуду, используемую для проведения измерений, ополаскивают хромовой смесью, тщательно моют водой и затем ополаскивают дистиллированной водой.

Л.9.8.2 Приготовление растворов

М.8.2.1 Приготовление раствора серной кислоты с объемной долей 10%

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ мерным цилиндром вносят 500 см³ дистиллированной воды, затем мерным цилиндром вместимостью 100 см³ вносят осторожно 100 см³ концентрированной серной кислоты (плотность 1,84 г/см³), доводят до метки дистиллированной водой и осторожно перемешивают.

Л.9.8.2.2 Восстанавливающий раствор

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ цилиндром вместимостью 250 см³ наливают 150 см³ дистиллированной воды, вносят навески $(4,0 \pm 0,1)$ г метола и $(10,0 \pm 0,1)$ г сульфита натрия, растворяют, прибавляют мерным цилиндром вместимостью 1000 см³, 600 см³ бисульфита натрия (водного раствора) тщательно перемешивают, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки, снова перемешивают и фильтруют.

При отсутствии бисульфита натрия его можно заменить пиросернисто-кислым натрием. В этом случае навески $(2,0 \pm 0,1)$ г метола и $(10,0 \pm 0,1)$ г сульфита натрия растворяют в 350 см³ дистиллированной воды, добавляют навеску 300 г пиросернистокислого натрия, приливают еще 300 см³ дистиллированной воды, растворяют, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют.

Срок хранения раствора – один месяц.

Л.9.8.2.3 Раствор молибдата аммония

В мерной колбе вместимостью 1000 см³ мерным цилиндром вместимостью 500 см³ вносят 500 см³ дистиллированной воды и навеску (50,00±0,01) г молибденовокислого аммония, растворяют и доводят объем раствора до метки раствором серной кислоты с объемной долей 10%, перемешивают и фильтруют.

Срок хранения раствора – один месяц.

Л.9.8.2.4 Раствор ацетата натрия (буферный раствор)

Навеску 340 г уксуснокислого натрия помещают в коническую колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в 1000 см³ дистиллированной воды, взятой мерным цилиндром на 1000 см³, и фильтруют.

Срок хранения раствора – один месяц.

Примечания

1 При эпизодическом определении фосфора допускается приготовление восстанавливающего раствора и раствора молибдата аммония в объеме 100 см³, уменьшая при этом количество соответствующих реактивов в 10 раз, раствора ацетата натрия в объеме 200 см³, уменьшая количество соответствующего реактива в 5 раз.

2 Пригодность реактивов, приготовленных по Л.9.8.2.2 – Л.9.8.2.4 проверяют следующим образом: смешивают 5 см³ раствора Л.9.8.2.2, 10 см³ раствора Л.9.8.2.3 и 20 см³ раствора Л.9.8.2.4. При этом не должна появиться синяя окраска.

Л.9.8.2.5 Раствор калия фосфорнокислого однозамещенного с массовой концентрацией 1 г/дм³ (1 мг/см³) в пересчете на оксид фосфора (V) P₂O₅.

Навеску (1,9160±0,0002) г калия фосфорнокислого однозамещенного, предварительно перекристаллизованного из воды, промытого спиртом и высушенного в эксикаторе над концентрированной серной кислотой до постоянной массы, растворяют в 200 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1 дм³, прибавляют пипеткой 10 см³ концентрированной серной кислоты и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки. Полученный раствор тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора – один месяц.

Л.9.8.2.6 Раствор калия фосфорнокислого однозамещенного с массовой концентрацией 0,05 г/дм³ (0,05 мг/см³) в пересчете на оксид фосфора (V) P₂O₅.

Пипеткой отбирают 50 см³ раствора, приготовленного по Л.9.8.2.5, переносят в мерную колбу на 1 дм³ и доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают.

Л.9.8.2.7 Хромовая смесь – в стакан вместимостью 150 см³ наливают с помощью мерного цилиндра 52 см³ концентрированной серной кислоты (95 г), затем в этот же стакан осторожно добавляют навеску 5 г измельченного кристаллического калия двуххромовокислого и осторожно нагревают на водяной бане до полного растворения.

Л.9.8.2.7 Приготовление градуировочных растворов

Т а б л и ц а Л.9.2

№ раствора	Масса Р ₂ О ₅ в градуировочном растворе, мг	Объём раствора по Л.9.8.2.6	Объём дистиллированной воды
0	0	0	50
1	0,25	5	45
2	0,5	10	40
3	0,75	15	35
4	1,0	20	30
5	1,5	30	20
6	2,0	40	10

В соответствии с таблицей Л.9.2 в мерные колбы вместимостью 100 см³ бюреткой дозируют раствор, приготовленный по Л.9.8.2.6, и дистиллированную воду. Затем в колбы добавляют по 5 см³ восстанавливающего раствора, по 10 см³ раствора молибдата аммония и, после 10-минутной выдержки, к полученным растворам прибавляют по 20 см³ раствора ацетата натрия, доводят объём раствора дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Растворы готовят непосредственно перед применением.

Л.9.8.3 Построение графика градуированной зависимости

Проводят ежедневно перед началом измерений.

Измерения оптической плотности градуировочных растворов №№ 0-6 (в порядке возрастания концентрации) проводят на фотоколориметре, используя светофильтр с длиной волны $\lambda = (490 \pm 10)$ нм), в соответствии с руководством по эксплуатации прибора. Рабочая длина кюветы – 10 мм. Измерения проводят относительно раствора № 0.

По результатам измерений строят график градуировочной зависимости, для чего на оси абсцисс откладывают содержание оксида фосфора (V) в растворах №№ 0-6 по Л.9.8.2.7, а на оси ординат откладывают оптическую плотность, A_{λ} , е.о.п. (единицы оптической плотности). Полученную зависимость обрабатывают методом наименьших квадратов (функция вида $y = a \cdot x + b$, коэффициент корреляции r не ниже 0,99) и проводят прямую, используя полученные в результате обработки параметры a и b .

Л.9.9 Выполнение измерений

Для каждой пробы масла выполняют два параллельных определения.

Л.9.9.1 В конической колбе вместимостью 250 см³ берут навеску пробы масла от 0,1 г до 0,12 г, результат взвешивания регистрируют до четвертого десятичного знака.

Л.9.9.2 Мерным цилиндром приливают 20 см³ концентрированной серной кислоты, растворяют навеску, затем добавляют 3,00 г азотнокислого аммония. Колбу помещают на электрическую плитку и нагревают полученную смесь до появления густых белых паров серного ангидрида. После этого колбу охлаждают, и содержимое ее количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ (V_1), куда предварительно наливают 250 см³ дистиллированной воды. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Л.9.9.3 Аликвотную часть раствора 20 см³ (V_2), пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают мерным цилиндром 30 см³ дистиллированной воды, пипетками добавляют 5 см³ восстанавливающего раствора и 10 см³ молибдата аммония, перемешивают и оставляют стоять 10 мин, после чего

пипеткой прибавляют 20 см³ раствора ацетата натрия, доводят раствор в мерной колбе дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Л.9.9.4 Измеряемым раствором (Л.9.9.3) ополаскивают кювету не менее 2-х раз, затем заполняют кювету тем же раствором и проводят измерения таким же образом, как в Л.9.8.3. Измерения проводят относительно раствора № 0.

Л.9.9.5 Результат измерений оптической плотности A_x записывают в журнал.

Л.9.10 Обработка результатов измерений

Л.9.10.1 По результатам измерений оптической плотности исследуемого раствора A_x , на градуировочном графике находят массу оксида фосфора (V) m_1 , соответствующую A_x , рассчитывают массовую долю фосфора (P), %, по формуле (Л.9.1)

$$P = \frac{m_1 \times 0,4366 \times V_1}{m_2 \times V_2 \times 1000} \times 100, \quad (\text{Л.9.1})$$

где m_1 – масса оксида фосфора (V), найденная по градуировочной кривой, мг;

0,4366 – коэффициент пересчета массы оксида фосфора (V) на массу фосфора;

V_1 – общий объем раствора по Л.9.2, см³ ($V_1 = 500$ см³);

V_2 – объем аликвотной части раствора, взятой для определения, см³ ($V_2 = 20$ см³);

m_2 – навеска масла по Л.9.9.1, г;

1000 – коэффициент пересчета единиц измерений из мг в г;

100 – коэффициент пересчета в %.

Л.9.10.2 За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости (Л.9.2)

$$\frac{2 \cdot |P_1 - P_2| \cdot 100}{(P_1 + P_2)} \leq r, \quad (\text{Л.9.2})$$

где P_1, P_2 – результаты параллельных определений массовой доли фосфора, %;
 r – значение предела повторяемости ($P = 0,95$), % (таблица Л.9.1).

Л.9.10.3 Если условие (Л.9.2) не выполняется, получают еще два результата определений в полном соответствии с данной МВИ. За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов четырех определений, если выполняется условие (Л.9.3)

$$\frac{4 \cdot |P_{\max} - P_{\min}| \cdot 100}{(P_1 + P_2 + P_3 + P_4)} \leq CR_{0,95}, \quad (\text{Л.9.3})$$

где P_{\max}, P_{\min} – максимальное и минимальное значения из полученных четырех параллельных определений массовой доли фосфора, %;
 $CR_{0,95}$ – значение критического диапазона для уровня вероятности $P = 0,95$ и n результатов определений.

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

Для $n = 4$

$$CR_{0,95} = 3,6 \cdot \sigma_r. \quad (\text{Л.9.4})$$

Если условие (Л.9.3) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями МВИ.

Л.9.10.4 Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

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

где \bar{P} – среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по Л.9.10.2.1; Л.9.10.2.2, %;

$\pm\delta$ – границы относительной погрешности, % (таблица Л.9.1).

В случае, если массовая доля фосфора в пробе масла ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «массовая доля фосфора менее 6,0% (более 15,0%)».

Л.9.11 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 «Точность, (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений», используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения повторяемости ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.2) и контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.3).

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 поверку колориметра, смену реактивов, проверяют работу оператора.

П р и м е ч а н и е – Методика аттестована Федеральным Государственным Унитарным Предприятием «Всероссийский Научно-Исследовательский Институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»). Свидетельство об аттестации № 78-09 от 26.11.2009 г.

Л.10 Методика выполнения измерений массовой концентрации огнестойких турбинных масел типа ОМТИ (ОМТИ), в воздухе рабочей зоны

Л.10.1 Назначение и область применения

Методика выполнения измерений массовой концентрации огнестойких турбинных масел типа ОМТИ, (далее – ОМТИ), в воздухе рабочей зоны –

устанавливает процедуру выполнения измерений массовой концентрации ОМТИ в воздушной среде рабочих помещений колориметрическим методом (в форме синего фосфорно-молибденового комплекса) в диапазоне (2,5-10) мг/м³.

ОМТИ представляют собой смесь триарилфосфатов различного изомерного состава.

Л.10.2 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 Л.10.1.

Т а б л и ц а Л.10.1

Диапазон измерений массовой концентрации ОМТИ в воздухе рабочей зоны, мг/м ³	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta$, % при $P = 0,95$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r , %	Предел повторяемости, r , % при $P = 0,95$, $n = 2$
От 2,5 до 10,0 включ.	25	6	17

Л.10.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

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

Л.10.3.1 Средства измерений и вспомогательные устройства:

– колориметр-нефелометр фотоэлектрический ФЭК-56-М с набором кювет и светофильтрами, имеющими длину пропускания волны, соответствующую максимуму (610±10) нм;

– весы лабораторные аналитические с наибольшим пределом взвешивания 200 г, специального класса точности с погрешностью взвешивания не более ($\pm 0,0002$) г по ГОСТ Р 53228.

- весы лабораторные общего назначения высокого класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1000 г по ГОСТ Р 53228;
- пробоотборное устройство электрическое (аспирационного типа) ПУ-4Э с 4-мя параллельными каналами с диапазоном заданного объема отбираемой пробы воздуха (2-20) дм³/мин, и относительной погрешностью (± 5) % по ТУ 4215-000-11696625-2003 [57];
- термометр – ТЛ-6М исп. 2 1 класса точности, диапазон измерений (0-55) °С, цена деления 0,5°С, по ТУ 25-2021.003-88 [46];
- барометр типа БАММ-1 с пределом основной погрешности + 0,2 кПа и пределом допускаемой дополнительной погрешности 0,5 кПа;
- колбы мерные 2-25-2 по ГОСТ 1770;
- цилиндры мерные 1-10-2, 1-250-2 ГОСТ 1770;
- бюретки 1-1-2-25-0,05 ГОСТ 29251;
- пипетки градуированные 1-1-2-1; 1-1-2-5; 1-2-2-10; 1-2-2-20 по ГОСТ 29227;
- стаканы химические вместимостью 500 см³ диаметром 100 мм по ГОСТ 25336;
- стаканчики для взвешивания СН-45/13 по ГОСТ 25336;
- колбы конические Кн-1 2-50 по ГОСТ 25336;
- пробирки из термостойкого стекла типа ПЗ-25 ТС по ГОСТ 25336;
- пробирки колориметрические из бесцветного стекла типа П4-15-14/23 ХС по ГОСТ 25336;
- электроплитка по ГОСТ 14919;
- водяная баня;
- медная проволока диаметром от 1 до 2 мм;
- стальная проволока диаметром от 1 до 2 мм и длиной, равной диаметру стакана (100 мм);
- склянка из темного стекла вместимостью 250 см³;
- ступка 3 и пестик 3 по ГОСТ 9147-80;
- стеклянная палочка длиной 150 мм и толщиной 4-5 мм.

Л.10.3.2 Реактивы и материалы:

- калий фосфорнокислый однозамещенный, квалификации «ч.д.а.», по ГОСТ 4198;

- кислота серная концентрированная плотностью $1,84 \text{ г/см}^3$, квалификации «х.ч.», по ГОСТ 4204;
- кислота азотная плотностью $1,37 \text{ г/см}^3$, квалификации «х.ч.», по ГОСТ 4461;
- аммоний молибденовокислый, квалификации «х.ч.» по ГОСТ 3765,
- гидразин сернокислый, квалификации «ч.д.а.», по ГОСТ 5841
- эфир диэтиловый медицинский (для наркоза) по ТУ 7506804 [58];
- калий двухромовокислый, квалификации «х.ч.», по ГОСТ 4220;
- фильтр беззольный «синяя лента» по ТУ 6-09-1678-77 [59].

П р и м е ч а н и е – Допускается применение других видов средств измерений, вспомогательного оборудования, реактивов и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже приведенных выше.

Л.10.4 Метод измерений

Пробу воздуха рабочей зоны отбирают, пропуская определенный объем воздуха через аспирационное устройство, собирая аэрозоль определяемого масла на бумажном фильтре. После концентрации пробу разрушают смесью концентрированной серной кислоты и азотнокислого аммония с последующим определением массы фосфора в форме восстановленного синего фосфорно-молибденового комплекса колориметрическим методом и вычислением его массовой концентрации в воздухе рабочей зоны.

Л.10.5 Требования безопасности

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

Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005. Организацию обучения работающих безопасности труда осуществляют по ГОСТ 12.0.004.

Л.10.6 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.

Л.10.7 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории соблюдают следующие условия:

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

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

Л.10.8 Подготовка к выполнению измерений

Л.10.8.1 Подготовка посуды

Посуду, используемую для проведения измерений ополаскивают хромовой смесью, тщательно моют водой и затем ополаскивают дистиллированной водой.

Л.10.8.2 Подготовка средств измерений

Л.10.8.2.1 Подготовку к работе пробоотборного устройства осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации.

Л.10.8.2.2 Подготовку к работе аналитических весов осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации.

Л.10.8.3 Приготовление растворов

Л.10.8.3.1 Раствор серной кислоты с молярной концентрацией 5 моль/дм³ (10 н) – в мерную колбу вместимостью 500 см³, заполненную на 1/3 дистиллированной водой мерным цилиндром вместимостью 250 см³ осторожно наливают 144,0 см³ концентрированной серной кислоты, осторожно перемешивают; после охлаждения колбы доводят объем раствора дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и, после полного остывания раствора, при необходимости, еще доливают воду до метки и еще раз тщательно перемешивают.

Л.10.8.3.2 Раствор аммония молибденовокислого с массовой долей 2,5% – в коническую колбу, вместимостью 100 см³, берут навеску (1,25±0,01) г аммония молибденовокислого, добавляют цилиндром 48 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией 5 моль/дм³, приготовленного по Л.10.8.3.1, нагревают колбу на водяной бане до полного растворения соли, перемешивают. После охлаждения раствор переливают в темную склянку. Раствор годен в течение 4-5 суток.

Л.10.8.3.3 Раствор гидразина сернокислого с массовой концентрацией 0,1% – в стаканчике для взвешивания берут навеску (0,0250±0,0002) г гидразина сернокислого, количественно переносят, (неоднократно омывая дистиллированной водой стаканчик и воронку небольшими порциями дистиллированной воды) в мерную колбу вместимостью 25 см³, осторожно перемешивают до растворения, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Раствор устойчив в течение 5 сут.

Л.10.8.3.4 В стаканчик или коническую колбу разными пипетками наливают сначала 5 см³ концентрированной серной кислоты, затем добавляют 5 см³ концентрированной азотной кислоты и осторожно перемешивают стеклянной палочкой. Раствор готовят непосредственно перед употреблением.

Л.10.8.3.5 Хромовая смесь – в стакан вместимостью 150 см³ наливают с помощью мерного цилиндра 52 см³ концентрированной серной кислоты (95 г), затем в этот же стакан осторожно добавляют навеску 5 г измельченного кристаллического калия двуххромовокислого (взвешенную на технических весах), и осторожно нагревают на водяной бане до полного растворения.

Л.10.8.3.6 Основной раствор с массовой концентрацией фосфора 0,01 мг/см³, – однозамещенный фосфорнокислый калий предварительно перекристаллизовывают из воды, промывают спиртом и высушивают в эксикаторе над серной кислотой до постоянной массы. В стаканчике для взвешивания берут навеску (0,0109±0,0002) г перекристаллизованного однозамещенного фосфорнокислого калия, растворяют в небольшом количестве (10 см³) дистиллированной воды и количественно переносят раствор в мерную колбу вместимостью 250 см³, неоднократно омывая стаканчик и

воронку дистиллированной водой, тщательно перемешивают, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор готовят непосредственно перед применением.

Л.10.8.3.7 Приготовление градуировочных растворов

Т а б л и ц а Л.10.2

№ раствора	Масса P в градуировочном растворе, мкг	Объем раствора по 8.3.6	Объем дистиллированной воды
0	0	0	8
1	1,0	0,1	7,9
2	2,0	0,2	7,8
3	3,0	0,3	7,7
4	4,0	0,4	7,6
5	5,0	0,5	7,5

В соответствии с таблицей Л.10.2 в колориметрические пробирки № 0-5 помещают градуированной пипеткой вместимостью 1 см³ по 1,0 см³ раствора молибдата аммония и по 0,6 см³ раствора гидразина сернокислого, а затем пробирки помещают на 5 мин в кипящую водяную баню. Охлаждают до комнатной температуры и измеряют оптическую плотность растворов в порядке возрастания содержания фосфора.

Срок годности градуировочных растворов 7 сут.

Л.10.8.4 Построение графика градуировочной зависимости

Проводят ежедневно перед началом измерений.

Измерения оптической плотности градуировочных растворов проводят на фотоколориметре (относительно раствора № 0 таблица Л.10.2), при длине волны $\lambda = (610 \pm 10)$ нм, в соответствии с руководством по эксплуатации прибора.

Рабочая длина кюветы – 10 мм.

По результатам измерений строят график градуировочной зависимости, для чего на оси абсцисс откладывают содержание оксида фосфора (V) в растворах №№ 0-5 по Л.10.8.3.7, а на оси ординат откладывают оптическую плотность, A_{λ} , е.о.п. (единицы оптической плотности). Полученную зависимость обрабатывают методом наименьших квадратов (функция вида $y = ax + b$, коэффициент корреляции r не ниже

0,99) и проводят прямую, используя полученные в результате обработки параметры a и b .

Л.10.9 Выполнение измерений

Л.10.9.1 Перед отбором проб воздуха измеряют и записывают температуру воздуха $t_{\text{раб}}$, °С, и атмосферное давление $P_{\text{раб}}$, кПа.

Л.10.9.2 Отбор проб воздуха.

Отбирают четыре параллельные пробы воздуха.

Воздух в обследуемом помещении пропускают через бумажные фильтры, установленные в патронах 4-х каналов пробоотборного устройства ПУ-4Э со скоростью от 10 до 15 дм³/мин. Для обнаружения содержания ОМТИ в воздухе на уровне 1/2 предельно допустимой концентрации необходимо отобрать не менее 10 дм³ исследуемого воздуха (V_2). Фильтры с отобранными пробами, помещают в бьюксы, в которых они могут сохраняться длительное время.

Измерения проводят для двух из них.

Л.10.9.3 После отбора пробы проводят концентрирование ОМТИ (триарилфосфата) на небольшом участке фильтра, для чего его вынимают из патрона и вырезают по заранее заготовленному трафарету (рисунок Л.10.1).

Трафарет для фильтра

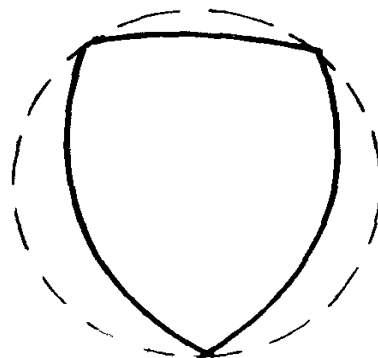


Рисунок Л.10.1

Фильтр подвешивают на крючке за острый кончик и опускают в широкий стакан, на дно которого наливают слой эфира с таким расчетом, чтобы нижний (широкий) край трафарета был погружен в эфир на глубину от 2 до 3 мм (от 20 до 30

см³). После того, как фронт эфира достигнет противоположного края фильтра и соберет адсорбированное масло ОМТИ на его заостренный участок, бумажный фильтр вынимают из растворителя и подсушивают на воздухе.

Л.10.9.4 Окрашенный (желтоватый) участок фильтра вырезают с запасом (2-3) мм, помещают в пробирку, приливают 0,25 см³ смеси серной и азотной кислот и сжигают, нагревая пробирку на электроплитке до прекращения выделения белых паров.

Л.10.9.5 После охлаждения в пробирку вносят пипеткой в три приема 12 см³ воды (V_1) и перемешивают до полного растворения. Раствор переливают в коническую колбу вместимостью 50 см³.

Л.10.9.6 Пипеткой отбирают пробу раствора объемом 8 см³ (V) в колориметрическую пробирку, приливают 1 см³ раствора молибдата аммония, 0,6 см³ сульфата гидразина и помещают пробирку на 5 мин в кипящую водяную баню.

Л.10.9.7 После охлаждения раствора до комнатной температуры, его вносят в сухую чистую кювету и измеряют его оптическую плотность на колориметре при длине волны (610±10) нм и толщине слоя 10 мм относительно раствора № 0 таблицы Л.10.2.

Л.10.9.8 Результат измерений оптической плотности A_x записывают в журнал.

Л.10.10 Обработка результатов измерений

Л.10.10.1 Массу фосфора m (мкг), соответствующую измеренной оптической плотности A_x , определяют по предварительно построенному градуировочному графику (Л.10.8.4). Рассчитывают массовую концентрацию огнестойкого масла ОМТИ X , мг/м³ в воздухе, по формуле (Л.10.1)

$$X = \frac{m \times V_1}{V \times F \times V_2} \times K, \quad (\text{Л.10.1})$$

где m – масса фосфора, соответствующая измеренной оптической плотности A_x , мкг;

V – объем пробы, взятый для анализа по Л.10.9.2, см³;

V_1 – общий объем пробы по Л.10.9.1, см³;

V_2 – объем воздуха ($t_{\text{раб}}, P_{\text{раб}}$), отобранный для анализа по Л.10.8.5.1, дм³;

1000 – коэффициент пересчета единиц измерения из дм³ в м³;

K – коэффициент пересчета массы фосфора в массу ОМТИ ($K = 13,22$)

F – коэффициент пересчета объема пробы воздуха к н. у. ($t = 20^\circ\text{C}$,

$P = 101,3$ кПа), определяемый по формуле (Л.10.2).

$$F = \frac{(273+t) \times P_{\text{раб}}}{(273+t_{\text{раб}}) \times P} = \frac{293 \times P_{\text{раб}}}{(273+t_{\text{раб}}) \times 101,3}, \quad (\text{Л.10.2})$$

где $P_{\text{раб}}$ – атмосферное давление при отборе пробы, кПа;

$t_{\text{раб}}$ – температура воздуха при отборе пробы, °С.

Л.10.10.2 За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости (Л.10.3)

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq r, \quad (\text{Л.10.3})$$

где X_1, X_2 – результаты параллельных определений массовой концентрации ОМТИ (X) в воздухе рабочей зоны, мг/м³;

r – значение предела повторяемости, % (таблица Л.10.1).

Л.10.10.3 Если условие (Л.10.3) 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 (Л.10.4)

$$\frac{4 \cdot |X_{\text{max}} - X_{\text{min}}| \cdot 100}{(X_1 + X_2 + X_3 + X_4)} \leq CR_{0,95}, \quad (\text{Л.10.4})$$

где X_{\max} , X_{\min} – максимальное и минимальное значения из полученных четырех параллельных определений массовой концентрации ОМТИ в воздухе, в мг/м³;
 $CR_{0,95}$ – значение критического диапазона для уровня вероятности $P = 0,95$ и n результатов определений.

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

Для $n = 4$

$$CR_{0,95} = 3,6 \cdot \sigma_r. \quad (\text{Л.10.5})$$

Если условие (Л.10.3) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями МВИ.

Л.10.10.4. Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

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

где \bar{X} – среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по п. Л.10.10.2; Л.10.10.3, мг/м³;

$\pm \delta$ – границы относительной погрешности, % (таблица Л.10.1).

В случае, если массовая концентрация ОМТИ в воздухе ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «массовая концентрация масла ОМТИ в воздухе рабочего помещения менее 2,5 мг/м³ (более 10 мг/м³).

Л.10.11 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 «Точность, (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений», используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения повторяемости Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.2) и контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.3).

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 15.

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

П р и м е ч а н и е – Методика аттестована Федеральным Государственным Унитарным Предприятием «Всероссийский Научно-Исследовательский Институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»). Свидетельство об аттестации № 79-09 от 26.11.2009

Л.11 Методика выполнения измерений массовой концентрации огнестойких турбинных масел типа ОМТИ (ОМТИ) в пробах сточных вод

Л.11.1 Назначение и область применения

Методика выполнения измерений массовой концентрации огнестойких турбинных масел типа ОМТИ, представляющих собой смесь триарилфосфатов различного изомерного состава, в пробах сточных вод – устанавливает процедуру выполнения измерений содержания фосфора в сточных водах колориметрическим методом (в форме синего фосфорно-молибденового комплекса) в диапазоне массовой концентрации (5-40) мг/дм³. Метод не специфичен в присутствии фосфорорганических соединений другого класса.

Л.11.2 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 Л.11.1.

Т а б л и ц а Л.11.1

Диапазон измерений массовой концентрации ОМТИ в пробах сточных вод, мг/дм ³	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta$, % при $P = 0,95$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r , %	Предел повторяемости, r , % при $P = 0,95$, $n = 2$
От 5,0 до 40,0 включ.	15	4	11

Л.11.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

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

Л.11.3.1 Средства измерений и вспомогательное оборудование:

– колориметр-нефелометр фотоэлектрический ФЭК-56М с набором кювет и светофильтрами, имеющими длину пропускания волны, соответствующую максимуму (597 ± 10) нм;

– весы лабораторные общего назначения I класса точности по ГОСТ Р 53228 с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

– колбы мерные 2-25-2; 2-100-2; 2-200-2; 2-250-2; 2-500-2; 2-1000-2 по ГОСТ 1770;

– цилиндры мерные 1-10-2; 1-100-2; 1-250-2; 1-500-2 см³ по ГОСТ 1770;

– пипетки градуированные 1-1-2-1; 1-1-2-2, 1-1-2-5; 1-2-2-10; 1-2-2-20, 1-2-2-25 по ГОСТ 29227;

– бюретки 1-1-2-25-0,05 по ГОСТ 29251;

– пипетка с одной отметкой, 2-2-50 по ГОСТ 29169;

– колбы конические Кн-1 2-50; 2-250 по ГОСТ 25336;

- воронки делительные ВД-2-500ХС; ВД-2-1000ХС по ГОСТ 25336;
- электроплитка по ГОСТ 14919;
- баня водяная;
- ступка 3 и пестик 3 по ГОСТ 9147.

Л.11.3.2 Реактивы и материалы:

- кислота серная, плотностью 1,84 г/см³, квалификации «х.ч.» по ГОСТ 4204;
- аммоний азотнокислый кристаллический, квалификации «х.ч.» по ГОСТ 22867;
- аммоний молибденовокислый, квалификации «х.ч.» по ГОСТ 3765;
- кислота аскорбиновая, не менее 99,0%, CAS № 50-81-7;
- β-динитрофенол, квалификации «ч.д.а.» по ТУ 6-09-1883-86 [60];
- спирт этиловый ректификованный, квалификации «ч.д.а.» по ГОСТ 18300;
- калия гидроокись квалификации «х.ч.» по ГОСТ 24363;
- калий фосфорнокислый однозамещенный, квалификации «ч.д.а.» по ГОСТ 4198;
- калий двуххромовокислый, квалификации «ч.» по ГОСТ 4220;
- серная кислота концентрированная, квалификации «ч.» по ГОСТ 4204;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечание – Допускается применение других средств измерения, вспомогательных устройств, реактивов и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных в настоящем документе.

Л.11.4 Метод измерений

Сущность метода заключается в разрушении масел типа ОМТИ (представляющих собой смесь триарилфосфатов различного изомерного состава), находящихся в пробах сточных вод, смесью концентрированной серной кислоты и азотнокислого аммония с последующим определением образовавшийся фосфор в форме восстановленного синего фосфорно-молибденового комплекса колориметрическим методом и вычислением его массовой концентрации с последующим пересчетом ее на массовую концентрацию масел типа ОМТИ. Метод разработан применительно к определению огнестойких масел типа ОМТИ в воде.

Л.11.5 Требования безопасности

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

Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005. Организацию обучения работающих безопасности труда осуществляют по ГОСТ 12.0.004.

Л.11.6 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.

Л.11.7 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории соблюдают следующие условия:

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

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

Л.11.8 Подготовка к выполнению измерений

Л.11.8.1 Посуду, используемую для проведения измерений, ополаскивают хромовой смесью, тщательно моют водой и затем ополаскивают дистиллированной водой.

Л.11.8.2 Приготовление растворов.

Л.11.8.2.1 Приготовление раствора КОН с массовой долей 25%.

В стакане вместимостью 150 см³ взвешивают (25,0±0,1) г калия едкого, приливают мерным цилиндром 75 см³ дистиллированной воды, затем стеклянной палочкой тщательно перемешивают до полного растворения, охлаждают и осторожно переливают раствор в емкость для хранения. Раствор хранят в плотно закрытой полиэтиленовой емкости не более 1 мес.

Л.11.8.2.2 Раствор серной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм³ – в мерную колбу вместимостью 500 см³ наливают 250 см³ дистиллированной воды, а затем осторожно приливают цилиндром 28 см³ концентрированной серной кислоты, осторожно перемешивают, после охлаждения доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой. Срок хранения – один месяц.

Л.11.8.2.3 Раствор серной кислоты с молярной концентрацией 5 моль/дм³ – в мерную колбу вместимостью 500 см³ наливают 250 см³ дистиллированной воды, а затем осторожно приливают цилиндром 144 см³ концентрированной серной кислоты, осторожно перемешивают, после охлаждения доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и вновь тщательно перемешивают.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой. Срок хранения – один месяц.

Л.11.8.2.4 Раствор молибдата аммония с молярной концентрацией 0,02 моль/дм³ – навеску молибдата аммония 6,18 г, взвешенную на аналитических весах, помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, растворяют в растворе серной кислоты с молярной концентрацией 5 моль/дм³ при нагревании на водяной бане. После охлаждения до комнатной температуры осторожно доводят объем раствора до метки той же кислотой. Приготовленный раствор хранят в темной склянке от 4 до 5 сут.

Л.11.8.2.5 Раствор аскорбиновой кислоты с молярной концентрацией 0,25 моль/дм³ – навеску аскорбиновой кислоты 0,176 г, взвешенную на аналитических весах, растворяют в мерной колбе вместимостью 50 см³ в дистиллированной воде, после чего доводят объем раствора до метки также дистиллированной водой. Раствор аскорбиновой кислоты сохраняют в склянке из темного стекла в холодильнике не более одного месяца.

Л.11.8.2.6 Хромовая смесь – в стакан вместимостью 150 см³ наливают с помощью мерного цилиндра 52 см³ концентрированной серной кислоты (95 г), затем в этот же стакан осторожно добавляют навеску 5 г измельченного кристаллического калия двуххромовокислого и осторожно нагревают на водяной бане до полного растворения.

Л.11.8.2.7 Основной раствор с массовой концентрацией фосфора 0,01 мг/см³, – однозамещенный фосфорнокислый калий предварительно перекристаллизовывают из воды, промывают спиртом и высушивают в эксикаторе над серной кислотой до постоянной массы. В стаканчике для взвешивания берут навеску (0,0109±0,0002) г перекристаллизованного однозамещенного фосфорнокислого калия, растворяют в небольшом количестве (10 см³) дистиллированной воды и количественно переносят раствор в мерную колбу вместимостью 250 см³, неоднократно омывая стаканчик и воронку дистиллированной водой, тщательно перемешивают, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор готовят непосредственно перед применением.

Л.11.8.2.8 Раствор индикатора β-динитрофенола с массовой долей 0,1% – навеску индикатора β-динитрофенола, 0,1 г, взвешенную на аналитических весах, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 20 см³ этилового спирта, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Хранение индикатора – до одного месяца.

Л.11.8.2.9 Приготовление градуировочных растворов

В соответствии с таблицей Л.11.2 в мерные колбы вместимостью 100 см³ бюреткой дозируют раствор, приготовленный по Л.11.8.2.7, и добавляют дистиллированную воду до объема равного 40,0 см³, а в колбу № 11 – 40,0 см³ дистиллированной воды. Затем растворы в колбах подкисляют 20 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм³, добавляют 2,5 см³ раствора молибдата аммония с молярной концентрацией 0,02 моль/дм³, перемешивают и добавляют 1 см³ раствора аскорбиновой кислоты с молярной концентрацией 0,25 моль/дм³ для восстановления фосфорно-молибденового комплекса.

Содержимое колб хорошо перемешивают, доливают (80-85) см³ дистиллированной воды и ставят на 15 мин в кипящую водяную баню. Затем растворы охлаждают при комнатной температуре в течение одного часа, доводят их объемы до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Т а б л и ц а Л.11.2

№ раствора	Масса P в градуировочном растворе, мг	Объем основного раствора № 2 по 8.2.9	Объем дистиллированной воды
1	0,005	0,5	39,5
2	0,007	0,7	39,3
3	0,01	1,0	39,0
4	0,02	2,0	38,0
5	0,03	3,0	37,0

Окончание таблицы Л.11.2

6	0,04	4,0	36,0
7	0,05	5,0	35,0
8	0,06	6,0	34,0
9	0,07	7,0	33,0
10	0,08	8,0	32,0
11	0,0	0,0	40,0

Л.11.8.3 Построение графика градуировочной зависимости

Проводят ежедневно перед началом измерений.

Измерения оптической плотности градуировочных растворов (в порядке возрастания содержания фосфора) проводят на фотоколориметре, используя светофильтр с $\lambda = (597 \pm 10)$ нм, в соответствии с руководством по эксплуатации прибора. Рабочая длина кюветы – 20 мм. Измерения проводят относительно раствора № 11. Растворы перед измерением выдерживают в кювете при комнатной температуре в течении 15 мин.

По результатам измерений строят график градуировочной зависимости, для чего на оси абсцисс откладывают содержание оксида фосфора (V) в растворах №№ 0-10 по Л.11.8.2.9, а на оси ординат откладывают оптическую плотность, A_2 , е.о.п. (единицы оптической плотности). Полученную зависимость обрабатывают методом

наименьших квадратов (функция вида $y = ax + b$, коэффициент корреляции r не ниже 0,99) и проводят прямую, используя полученные в результате обработки параметры a и b .

Проверку стабильности градуировки – проводят каждый раз перед началом измерений.

Л.11.8.5 Подготовка проб к анализу

Л.11.8.5.1 Перед выполнением измерений пробу тщательно перемешивают

Л.11.8.5.2 Для каждой пробы воды выполняют два параллельных определения.

Л.11.9 Выполнение измерений

Л.11.9.1 Массовую концентрацию ОМТИ в пробе сточной воды находят, определяя разность содержания общего фосфора и содержания неорганического фосфора.

Л.11.9.2 Определение содержания общего фосфора

В случае, если ожидаемая массовая концентрация ОМТИ выше 5 мг/дм³, из емкости с пробой сточной воды с помощью пипетки отбирают 50 см³ испытуемой воды (V) и помещают в коническую колбу на 250 см³. Колбу с пробой ставят на электрическую плитку и проводят выпаривание воды. После выпаривания основной массы воды (40-45 см³) колбу снимают с плитки, охлаждают до комнатной температуры, затем добавляют 10 см³ концентрированной серной кислоты и навеску 1,50 г азотнокислого аммония, взвешенную на аналитических весах, и полученный раствор нагревают на электрической плитке до появления густых белых паров серного ангидрида. После охлаждения раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³ (V_1), содержащую 1/3 объема дистиллированной воды. Колбу охлаждают, затем объем смеси доводят дистиллированной водой до метки. В мерную колбу на 100 см³ отбирают мерной пипеткой 40 см³ (V_2) полученного раствора и нейтрализуют его раствором гидроокиси калия с массовой долей 25% в присутствии 2 см³ раствора индикатора β-динитрофенола до появления желтой окраски (нейтрализацию проводят в присутствии раствора – «свидетеля»). Далее раствор подкисляют, добавляя пипеткой 20 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм³. Затем добавляют 2,5 см³ раствора молибдата аммония с

молярной концентрацией $0,02$ моль/дм³, перемешивают и добавляют 1 см³ раствора аскорбиновой кислоты для восстановления фосфорно-молибденового комплекса. Содержимое колбы хорошо перемешивают, доливают дистиллированной водой с температурой $(80-85)$ °С и ставят на 15 мин в кипящую водяную баню. Затем охлаждают при комнатной температуре в течение одного часа, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, наливают в кювету с толщиной 20 мм, выдерживают при комнатной температуре в течение 15 мин и измеряют оптическую плотность A_x на фотоколориметре с использованием светофильтра с $\lambda = (597 \pm 10)$ нм. Измерения проводят относительно раствора № 11 (по Л.11.8.2.9 таблицы Л.11.2), прошедшим предварительную обработку аналогичную той которую проходит аликвотная проба (40 см³) пробы сточной воды.

Массу общего фосфора m находят по градуировочному графику.

Л.11.9.3 Определение содержания неорганического фосфора.

Измерение содержания в воде неорганического фосфора m_1 проводят прямым колориметрированием (без предварительного кипячения исследуемой воды с серной кислотой и азотнокислым аммонием).

Из емкости с пробой сточной воды с помощью пипетки отбирают 50 см³ пробы воды (V_3) и помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³. Колбу с водой ставят на электрическую плитку и проводят выпаривание воды. После выпаривания основной массы воды ($40-45$ см³), колбу снимают с плитки, охлаждают до комнатной температуры, после охлаждения раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³ (V_4), содержащую $1/3$ объема дистиллированной воды. Колбу охлаждают, затем объем смеси доводят дистиллированной водой до метки. Далее анализ ведут по Л.11.9.2.

Л.11.10 Обработка результатов измерений

Л.11.10.1 Вычисление массовой концентрации общего фосфора в сточной воде

На градуировочном графике находят массу фосфора m , мг, соответствующую измеренной по Л.11.9.2 оптической плотности раствора A_x , рассчитывают массовую концентрацию общего фосфора (P_2), мг/см³, по формуле (Л.11.1)

$$P_2 = \frac{m \times V_1 \times 1000}{V_2 \times V}, \quad (\text{Л.11.1})$$

где m – масса фосфора, соответствующая измеренной оптической плотности, мг;
 V – объем пробы сточной воды по Л.11.8.5.1, взятой для анализа, см³ ($V = 50$ см³);
 V_1 – общий объем исследуемого раствора по Л.11.9.2., см³ ($V_1 = 200$ см³);
 V_2 – объем аликвотной части исследуемого раствора, взятого для колориметрирования, по Л.11.9.2, см³ ($V_2 = 40$ см³);
 1000 – коэффициент пересчета единиц измерений из см³ в дм³.

10.2 Массовую концентрацию неорганического фосфора (P_1), мг/дм³, вычисляют по формуле (Л.11.2)

$$P_1 = \frac{m_1 \times V_3}{V_4 \times V_5} \times 1000, \quad (\text{Л.11.2})$$

где V_3 – объем пробы сточной воды, взятый для анализа, по Л.11.9.3, см³ ($V_3 = 50$ см³);
 V_4 – общий объем испытуемого раствора, по Л.11.9.3., см³ ($V_4 = 200$ см³);
 V_5 – объем аликвотной части исследуемого раствора, взятый для колориметрирования, по Л.11.9.3, см³ ($V_5 = 40$ см³);
 m_1 – масса фосфора в исследуемом объеме раствора (по Л.11.9.2), мг;
 1000 – коэффициент для пересчета единиц измерений из см³ в дм³.

Л.11.10.3 Массовую концентрацию определяемого вещества – огнестойкого масла ОМТИ X, мг/дм³, находят по формуле (Л.11.3):

$$X = (P_2 - P_1) \times 13,22, \quad (\text{Л.11.3})$$

где P_1 – массовая концентрация неорганического фосфора в сточной воде, найденная по Л.11.9.3, мг/дм³;

P_2 – массовая концентрация общего фосфора в сточной воде по Л.11.9.2, мг/дм³;

13,22 – коэффициент пересчета массовой концентрации фосфора в массовую концентрацию ОМТИ.

Л.11.10.5 За результат измерений массовой концентрации ОМТИ принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости (Л.11.5)

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq r, \quad (\text{Л.11.4})$$

где X_1, X_2 – результаты параллельных определений массовой концентрации ОМТИ в пробе сточной воды, мг/дм³;

r – значение предела повторяемости, % (таблица Л.11.1).

Л.11.10.6 Если условие (Л.11.5) 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 (Л.11.5)

$$\frac{4 \cdot |X_{\max} - X_{\min}| \cdot 100}{(X_1 + X_2 + X_3 + X_4)} \leq CR_{0,95}, \quad (\text{Л.11.5})$$

где X_{\max}, X_{\min} – максимальное и минимальное значения из полученных четырех параллельных определений массовой концентрации ОМТИ в сточной воде, мг/дм³;

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

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

Для $n = 4$

$$CR_{0,95} = 3,6 \cdot \sigma_r. \quad (\text{Л.11.6})$$

Если условие (Л.11.6) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями МВИ.

Л.11.10.7 Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

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

где \bar{X} – среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по Л.11.10.4; Л.11.10.5, мг/дм³;

$\pm \delta$ – границы относительной погрешности, % (таблица Л.11.1).

В случае, если массовая концентрация МТИ в сточной воде ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «массовая концентрация ОМТИ в сточной воде менее 5,0 мг/дм³ (более 40 мг/дм³)».

Л.11.11 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 «Точность, (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений», используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения повторяемости ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.2) и контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.3).

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 15.

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

П р и м е ч а н и е – Методика аттестована Федеральным Государственным Унитарным Предприятием «Всероссийский Научно-Исследовательский Институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»). Свидетельство об аттестации № 80-09 от 26.11.2009 г.

Л.12 Методика выполнения измерений массовой доли присадки «АГИДОЛ-1» (2,6-дитретбутилпаракрезола) в образцах минеральных энергетических масел

Л.12.1 Назначение и область применения

Настоящий документ – Методика выполнения измерений массовой доли присадки «АГИДОЛ-1» (2,6-дитретбутил-паракрезола) в образцах минеральных энергетических масел – устанавливает процедуру выполнения измерений массовой доли присадки (ингибитора окисления) «АГИДОЛ-1» (2,6-дитретбутилпара-крезол, ионол) в образцах минеральных энергетических масел (Приложение Л.1) методом тонкослойной жидкостной хроматографии в диапазоне массовой доли 0,08-0,80 включ. %.

Л.12.2 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 Л.12.1.

Т а б л и ц а Л.12.1

Диапазон измерений массовой доли, %	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) $\pm \Delta, \%$ при $P = 0,95$	Показатель повторяемости и (абсолютное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r, \%$	Показатель воспроизводимости (абсолютное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_r, \%$	Предел повторяемости, $r, \%$ при $P = 0,95, n = 2$
От 0,08 до 0,80% включ.	0,05	0,02	0,03	0,055

Л.12.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

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

Л.12.3.1 Средства измерений:

– весы лабораторные аналитические специального класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г, с абсолютной погрешностью взвешивания не более ($\pm 0,0002$) г по ГОСТ Р 53228.

– штангенциркуль с диапазоном измерений (0-250) мм и абс. погрешностью измерений ($\pm 0,05$) мм по ГОСТ 166;

– пипетки градуированные 1-2-2-25 по ГОСТ 29227.

Л.12.3.2 Вспомогательные устройства:

– камера для восходящей хроматографии по ГОСТ 28366;

– камера для проявления хроматограмм по ГОСТ 28366;

– пластины для тонкослойной хроматографии СОРБФИЛ марок ПТСХ-АФ-А 10×15 или ПТСХ-П-А 10×15 по ТУ 26-11-17-89 [61] или пластины «Silufol»;

– стаканчик для взвешивания (бюкс) вместимостью не менее 20 см³ по ГОСТ 25336;

– резиновая груша;

– микропипетка.

Л.12.3.3 Реактивы и материалы:

- иод кристаллический, квалификации «х.ч.» по ТУ 545-76 [62];
- гексан нормальный, квалификации «х.ч.» по ТУ 6-09-3375-78 [63];
- 2,6-дитретбутилпаракрезол, CAS № 128-37-0, фирмы Merck, содержание основного вещества не менее 99,8% (или «АГИДОЛ 1» кристаллический, содержание основного вещества не менее 99,8%, по ТУ 2425-415-05742686-2000 [64]);
- базовое масло (масло соответствующей марки, не содержащее присадку);
- бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

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

Л.12.4 Метод измерений

Метод основан на разделении компонентов масла с помощью восходящей тонкослойной хроматографии с последующим определением массовой доли присадки АГИДОЛ-1 в масле по площади соответствующего пятна на хроматограмме анализируемого образца масла. Значение градуировочной характеристики устанавливают с помощью градуировочных растворов. Идентификацию компонента на хроматограмме проводят по положению пятна присадки на хроматограмме образца и градуировочных растворов (R_f или R_x , см. Л.2 к настоящей методике). Схема хроматограмм присадок «АГИДОЛ-1» представлена на рисунке Л.12.1

Л.12.5 Требования безопасности

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

Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005. Организацию обучения работающих безопасности труда осуществляют по ГОСТ 12.0.004.

Л.12.6 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают лиц не моложе 18 лет, имеющих среднее техническое образование и опыт работы в химической лаборатории, прошедших инструктаж по технике безопасности. Операторы должны быть знакомы с устройством применяемого оборудования и операциями, проводимыми при выполнении измерений и обработке результатов.

Л.12.7 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории соблюдают следующие условия:

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

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

Л.12.8 Подготовка к выполнению измерений

Л.12.8.1 Подготовка камеры для восходящей хроматографии

Л.12.8.1.1 Чистую и сухую хроматографическую камеру пипеткой вместимостью 25 см^3 вносят порциями гексан. Количество внесенного гексана должно обеспечивать уровень растворителя на дне камеры (7-8) мм.

Камеру закрывают крышкой и выдерживают в течение 30 мин при комнатной температуре для насыщения парами растворителя, после чего она готова к работе.

Л.12.8.1.2 При снижении уровня растворителя в камере ниже 5 мм после насыщения или хроматографии добавляют порцию гексана, как было указано выше (Л.12.8.1.1).

Примечание – В качестве камер для проведения восходящей хроматографии допускается использовать любые стеклянные сосуды с герметично закрывающейся крышкой, выложенные изнутри чистой и сухой фильтровальной бумагой или оборудованные специальными пористыми керамическими вставками соответствующие чертежу 1 ГОСТ 28366. Габариты камеры для восходящей хроматографии должны обеспечивать свободное размещение внутри нее пластины для тонкослойной хроматографии высотой 150 мм. Боковые края пластин не должны соприкасаться с фильтровальной бумагой или керамическими вставками.

Л.12.8.2 Подготовка камеры для проявления хроматограмм

Л.12.8.2.1 На дно чистой камеры для проявления хроматограмм насыпают небольшое количество кристаллического иода (10-20 кристаллов).

Л.12.8.2.2 Камеру закрывают крышкой и выдерживают при комнатной температуре до насыщения парами иода (равномерное заполнение фиолетовыми парами), но не менее 30 мин, после чего камера готова к работе.

Примечание – В качестве камер для проявления хроматограмм (проявительных камер) допускается использовать любые стеклянные сосуды с герметично закрывающейся крышкой, обеспечивающие свободное размещение внутри них пластин, предназначенных для проведения тонкослойного хроматографического анализа, возможно применение для этих целей камер или сосудов по примечанию к Л.12.8.1 настоящей методики, но без использования бумаги или керамических вставок.

Л.12.8.3 Подготовка средств измерений

Подготовку к работе аналитических весов и штангенциркуля осуществляют в соответствии с Руководством по эксплуатации СИ.

Л.12.8.4 Приготовление градуировочных растворов

Л.12.8.4.1 Градуировочные растворы готовят с применением базовых масел, не содержащих присадок, соответствующих марке масла, в котором предполагается определять массовую долю присадки «АГИДОЛ-1».

Градуировочные растворы для трансформаторных масел готовят со следующими заданными значениями массовой доли присадки: 0,08%; 0,16 %; 0,32 % и 0,64%.

Градуировочные растворы для турбинных масел готовят со следующими заданными значениями массовой доли присадки: 0,08%; 0,16%; 0,20%; 0,40%; 0,80%.

Л.12.8.4.2 Градуировочные растворы готовят путем растворения в базовом масле соответствующей марки рассчитанного по 8.4.4 настоящей методики количества 2,6-дитретбутилпаракрезола.

Примечание – Допускается применение готовых градуировочных растворов, приготовленных в соответствии с Л.12.8.4 настоящей методики, и имеющих свидетельство ВТИ или ОАО «Фирма ОРГРЭС» о соответствии требованиям настоящей методики.

Л.12.8.4.3 На аналитических весах взвешивают подготовленный (чистый и высушенный) бюкс. Затем вносят градуированной пипеткой (емкостью 25 см³) 12 см³ базового масла, взвешивают бюкс с маслом. Результаты взвешивания

регистрируют до четвертого десятичного знака. По разнице полученных значений определяют массу масла $M_{\text{масла}}$. Результаты взвешивания фиксируют в журнале.

Л.12.8.4.4 Массу присадки, необходимую для приготовления градуировочного раствора соответствующей концентрации, вычисляют по формуле Л.12.1

$$M_i = \frac{C'_i \times M_{\text{масла}}}{(100 - C'_i)}, \quad (\text{Л.12.1})$$

где M_i – масса присадки, необходимая для приготовления градуировочного раствора с массовой долей присадки C_i , г;

C'_i – расчетное значение массовой доли присадки в градуировочном растворе, %;

$M_{\text{масла}}$ – масса базового масла в бюксе по Л.12.8.4.3, г.

Л.12.8.4.5 В чистом бюксе берут навеску присадки аналогично Л.12.8.4.3.

Л.12.8.4.6 После определения массы присадки ее пересыпают в бюкс с базовым маслом. Взвешивают бюкс с маслом и присадкой, результат регистрируют до четвертого десятичного знака и определяют массу масла с присадкой (раствора) $M_{\text{раствора}}$.

Л.12.8.4.7 Фактически полученную концентрацию (массовую долю) присадки в i -том градуировочном растворе C_i рассчитывают по формуле (Л.12.2)

$$C_i = \frac{M_{\text{раствора}} - M_{\text{масла}}}{M_{\text{раствора}}} \times 100, \quad (\text{Л.12.2})$$

где $M_{\text{раствора}}$ – масса масла и присадки по Л.12.8.4.6, г.;

C_i – фактическое значение массовой доли присадки в i -том градуировочном растворе, %;

$M_{\text{масла}}$ – масса базового масла в бюксе, г.

Результат вычислений регистрируют до второго десятичного знака.

Л.12.8.4.8 Бюкс прикрывают крышкой и нагревают в сушильном шкафу до температуры (55-65)°С, затем чистой стеклянной палочкой аккуратно вручную перемешивают нагретый градуировочный раствор в бюксе в течение (1-5) мин до полного растворения присадки (контролируется визуально).

Л.12.8.4.9 На бюкс крепят этикетку с указанием наименования градуировочного раствора, марки масла, фактической концентрации (массовой доли) присадки в градуировочном растворе, даты приготовления градуировочного раствора. При необходимости длительного (более одного месяца) хранения свежеприготовленный градуировочный раствор переливают в подготовленные пузырьки из темного стекла с герметично закрывающейся крышкой и крепят на них соответствующие этикетки.

Л.12.8.4.10 Градуировочные растворы хранят в темном и прохладном месте (например, в холодильнике) при температуре (+4 – +10) °С в пузырьках из темного стекла с герметично закрывающейся крышкой. Рекомендуемый срок хранения градуировочных растворов – не более 1 года с момента изготовления.

Л.12.8.4.11 При определении массовой доли присадки «АГИДОЛ-1» в смеси масел различных марок, применяют градуировочный раствор на основе той марки масла, которая содержится в смеси масел в наибольшем количестве.

Л.12.8.5. Подготовка микропипетки

Л.12.8.5.1 В качестве микропипеток используют стеклянные капилляры, диаметр и высота которых позволяют наносить на пластину для тонкослойной хроматографии пробы масла или градуировочных растворов, так чтобы диаметр пятна пробы составил 2-3 мм.

Микропипетку промывают гексаном (2-3 раза), вытесняя гексан из микропипетки на фильтровальную бумагу, затем для удаления гексана продувают микропипетку воздухом при помощи груши. Эту операцию проводят перед каждым отбором пробы анализируемого масла или градуировочного раствора. Гексан для промывки заменяют через 25-30 промывок (отборов проб).

Л.12.8.5.2. Градуировка микропипетки.

Экспериментальным путем определяют уровень отбираемого масла (градуировочного раствора) в микропипетке таким образом, чтобы диаметр пятна, наносимого с ее помощью на пластину для тонкослойной хроматографии, составил 2-3 мм. Для этого выполняют серию отбора проб микропипеткой разного количества масла или градуировочного раствора и наносят эти пробы на пластину для тонкослойной хроматографии. Установленный уровень фиксируют меткой на капилляре микропипетки. Для оптимизации дозирования проб масел с различной вязкостью рекомендуется подбирать капилляр для микропипетки таким образом, чтобы высота заполнения капилляра пробой была не менее 10 мм, но не более 30 мм.

Л.12.8.6 Нанесение пробы масла и градуировочного раствора

Л.12.8.6.1 На боковых краях пластины для тонкослойной хроматографии простым карандашом отмечают точки по которым будет определена линия старта. Она должна располагаться на расстоянии (10-12) мм от нижнего края пластины, перпендикулярно рискам (вертикальным полосам) на алюминиевой или полимерной подложке пластин.

Л.12.8.6.2 Отбирают пробу градуировочного раствора или анализируемого масла, погружая конец микропипетки в масло на 3-5 мм и визуально контролируя заполнение капилляра до метки. Микропипетку вынимают из образца, удаляют излишки масла и при необходимости доводят уровень пробы строго до метки, удаляя излишки масла с капилляра микропипетки с помощью фильтровальной бумагой или бумажной салфетки. Пробу анализируемого масла или градуировочного раствора, отобранную микропипеткой, наносят, касаясь концом капилляра микропипетки слоя сорбента на линии старта, на расстоянии не менее 10 мм от боковых краев пластины при соблюдении расстояния между пробами (7-10) мм. На одну пластину наносят пробы двух или трех градуировочных растворов и анализируемого масла. Не допускается проведение расчета массовой доли присадки АГИДОЛ-1 при нанесении проб масла и градуировочных растворов на разные пластины.

Л.12.8.6.3 Для каждого образца масла выполняют два параллельных определения. При проведении параллельных измерений допускается применение нескольких пластин для тонкослойной хроматографии при условии полной идентичности нанесенных на них проб масла и градуировочных растворов.

Л.12.9 Выполнение измерений

Л.12.9.1 Проведение восходящей тонкослойной хроматографии

Л.12.9.1.1 В камеру, предназначенную для восходящей тонкослойной хроматографии, подготовленную к работе в соответствии с Л.12.8.1, помещают пластину для тонкослойной хроматографии с нанесенными на нее пробами масла и градуировочных растворов. Пластины располагают в камере так, чтобы ее нижний край был погружен в растворитель не менее чем на 5 мм.

Внимание! Не допускается, чтобы поверхность растворителя касалась проб на линии старта и/или боковые края пластины соприкасались с бумагой или пористой керамической вставкой.

Л.12.9.1.2 Камеру с пластиной накрывают крышкой и выдерживают до тех пор, пока растворитель не поднимется по слою сорбента на высоту (145-147) мм (не доходя примерно (3-5) мм до верхнего края пластины, контролируют визуально).

Внимание! Не допускается открывать камеру до завершения хроматографии.

Л.12.9.1.3 Пластины вынимают из камеры и выдерживают на воздухе до полного испарения гексана (контролируют визуально).

Л.12.9.2 Проявление хроматограмм

Л.12.9.2.1 Пластины после испарения гексана помещают в камеру для проявления хроматограмм, подготовленную в соответствии с Л.12.8.2.

Л.12.9.2.2 Камеру с пластиной закрывают крышкой и выдерживают до тех пор, пока хроматограммы не приобретут четких границ и интенсивную окраску.

Л.12.9.2.3 Пластины с проявленными хроматограммами извлекают из камеры и остро заточенным карандашом отмечают границы (по длине и ширине) интенсивно окрашенного (коричневого) пятна присадки, имеющего более интенсивную окраску, чем сама хроматограмма масла, расположенного на расстоянии (10-14) мм от линии старта ($R_f = 0,10-0,15$ и $R_x = 0,9-1,1$ в зависимости от эффективности пластины для

ТСХ). Если масло не содержит присадки, то в данной зоне хроматограммы будет отсутствовать интенсивно окрашенное пятно.

П р и м е ч а н и е – Расчет R_f и R_x проводят по п. 8.1 ГОСТ 28366-89, см. также приложение Л.12.2.

Л.12.9.2.4 С помощью штангенциркуля измеряют длину (l_i) и ширину (b_i) каждого из пятен присадки на хроматограмме (приложение Л.12.2 к настоящей методике), соответствующих образцам масла и градуировочным растворам. Результаты измерений (мм) фиксируют в журнале до первого десятичного знака.

Л.12.10 Обработка результатов измерений

Содержание присадки определяют путем сравнения площади пятен присадки на хроматограммах градуировочных растворов и образцов анализируемых масел, которые были получены на одной хроматографической пластине.

Л.12.10.1 Вычисляют площадь пятна S_i , мм², по формуле (Л.12.3)

$$S_i = l_i \times b_i, \quad (\text{Л.12.3})$$

где l_i – длина пятна, мм;

b_i – ширина пятна, мм.

П р и м е ч а н и е – площадь пятна присадки рассчитывают как площадь прямоугольника, в который вписывается пятно присадки, имеющее форму круга или эллипса, расчет площади пятна присадки как площади круга или эллипса допускается не проводить, т.к. коэффициенты при последующих вычислениях сокращаются.

Л.12.10.2 Вычисляют массовую долю присадки следующим образом.

Л.12.10.2.1 Вычисляют градуировочную характеристику K по формуле (Л.12.4)

$$K = \frac{c_2 - c_1}{S_2 - S_1}, \quad (\text{Л.12.4})$$

где S_1 и S_2 – площади пятен присадки на хроматограмме, соответствующих градуировочным растворам, отвечающих условию $S_1 \leq S_x \leq S_2$, и наиболее близкие по значению к площади к площади пятна присадки S_x в анализируемом масле, мм²;
 c_1 и c_2 – массовая доля присадки в указанных градуировочных растворах, %.

Л.12.10.2.2 Вычисляют массовую долю присадки c_x , %, в анализируемом масле по формуле (Л.12.5)

$$c_x = c_1 + K \times (S_x - S_1), \quad (\text{Л.12.5})$$

где K – градуировочная характеристика по Л.12.10.2.1, %/мм²;

S_x – площадь пятна присадки на хроматограмме, соответствующего анализируемому маслу, мм²;

S_1 – площадь пятна присадки на хроматограмме, соответствующего градуировочному раствору по Л.12.10.2.1, мм²;

c_1 – массовая доля присадки в градуировочном растворе, %.

Л.12.10.3 За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости (Л.12.6)

$$|c_1 - c_2| \leq r, \quad (\text{Л.12.6})$$

где c_1, c_2 – результаты параллельных определений массовой доли присадки «АГИДОЛ-1», %;

r – значение предела повторяемости, % (таблица Л.12.1).

Л.12.10.4 Если условие (Л.12.6) 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 (Л.12.7)

$$|c_{\max} - c_{\min}| \leq CR_{0,95}, \quad (\text{Л.12.7})$$

где c_{\max} , c_{\min} – максимальное и минимальное значения из полученных четырех результатов параллельных определений массовой доли присадки, %;

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

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

Для $n = 4$

$$CR_{0,95} = 3,6 \cdot \sigma_r. \quad (\text{Л.12.8})$$

Если условие (Л.12.7) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями МВИ.

Л.12.10.5 Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$\bar{c} \pm \Delta \text{ при } P = 0,95,$$

где \bar{c} – среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по Л.12.10.3, Л.12.10.4, %;

$\pm \Delta$ – границы абсолютной погрешности, % (таблица Л.12.1).

В случае, если массовая доля присадки «АГИДОЛ-1» превышает границы диапазона измерений (ниже нижней или выше верхней), то производят следующую запись в журнале: «менее 0,08% (следы присадки)» или «более 0,80%».

Л.12.11 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 (Точность (правильность и

прецизионность) методов и результатов измерений), используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения повторяемости ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.2) и контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 6.2.3).

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.

П р и м е ч а н и е – Методика аттестована Федеральным Государственным Унитарным Предприятием «Всероссийский Научно-Исследовательский Институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»). Свидетельство об аттестации № 76-09 от 26.11.2009 г.

Схема хроматограмм присадки АГИДОЛ-1

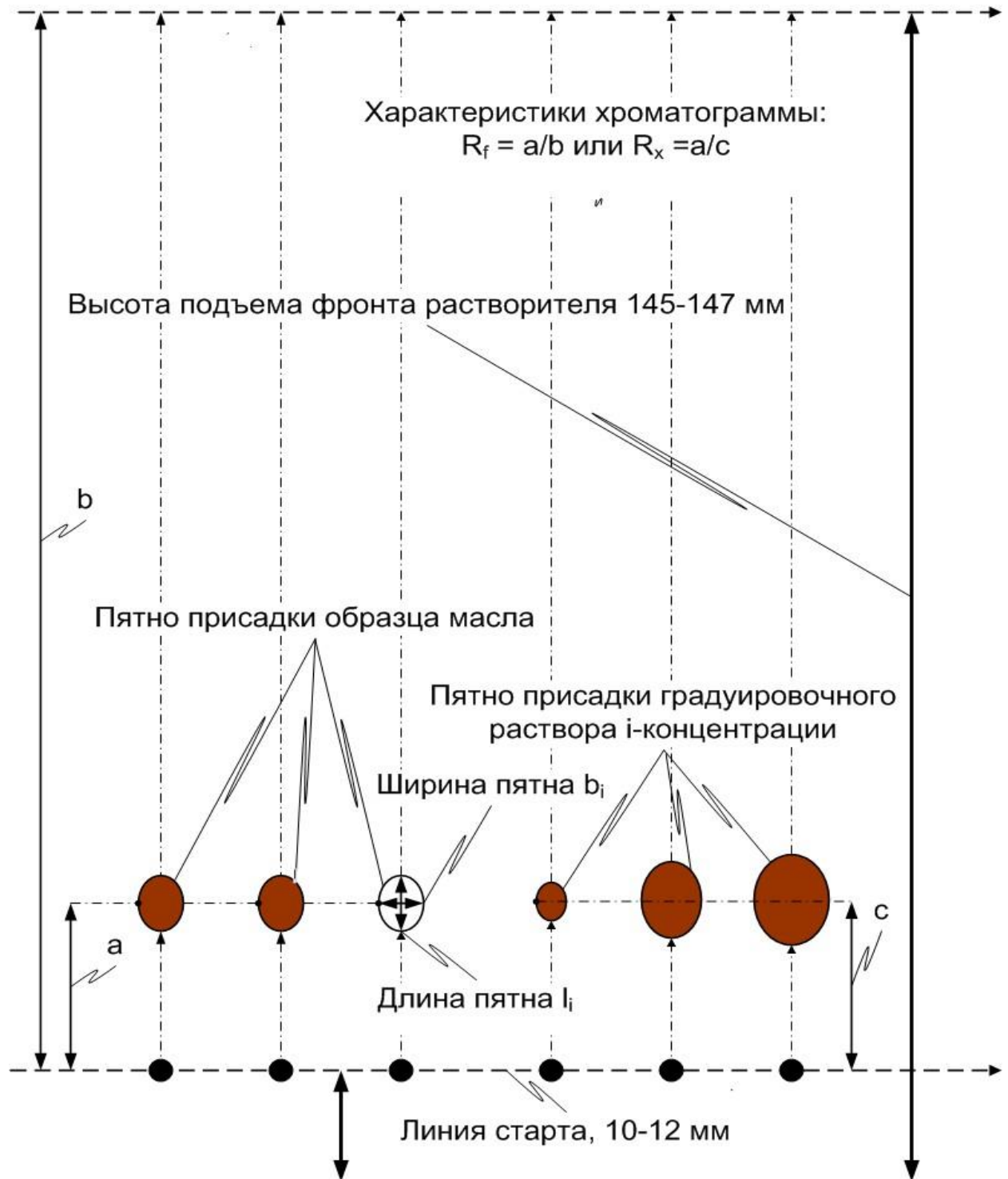


Рисунок Л.12.1 Схема хроматограмм присадки АГИДОЛ-1

Примечание – методики приложения Л приведены как справочные в редакции РД ЭО 1.1.2.05.0444-2009, для проверки актуальности требований методик и соответствующих ссылок необходимо использовать методики разработчика, ссылки на которые приведены в разделе «Библиография».

Библиография

- [1] ТУ 38.101-1025-85 Масло трансформаторное гидрокрекинга ГК. Технические условия
- [2] ТУ 38.401-58177-96 Масло трансформаторное ВГ. Технические условия
- [3] ТУ 38.401-58107-94 Масло трансформаторное Т-1500У. Технические условия
- [4] ТУ 38.401-5849-92 Масло трансформаторное ТКп. Технические условия
- [5] ISO 9120-2015 Масла нефтяные. Определение способности к выделению воздуха. Метод с применением импинджера
- [6] ASTM D3427 Стандартный метод испытаний для определения свойств воздухоотделения нефтяных масел (Standard Test Method for Air Release Properties of Petroleum Oils)
- [7] ASTM D892 Стандартный метод определения характеристик вспенивания смазочных масел (Standard Test Method for Foaming Characteristics of Lubricating Oils)
- [8] IEC 60296:2012 Жидкости электротехнического назначения. Новые изолирующие минеральные масла для трансформаторов и коммутационной аппаратуры (Fluids for electrotechnical applications – Unused mineral insulating oils for transformers and switchgear)
- [9] Инструкция по контролю и обеспечению сохранения качества нефтепродуктов в организациях нефтепродуктообеспечения, утвержденная приказом Минэнерго РФ от 19.06.2003 №231
- [10] ASTM D943 Стандартный метод определения характеристик окисления ингибированных минеральных масел (Standard Test Method for Oxidation Characteristics of Inhibited Mineral Oils)
- [11] ASTM D2266 Стандартный метод определения противоизносных характеристик консистентных смазок (метод четырех шариков) (Standard Test Method for Wear Preventive Characteristics of Lubricating Grease (Four-Ball Method))

[12] Методика выполнения измерений массовой доли ингибитора окисления 2,6-дибутил-4-метилфенола (Агидол-1) в турбинных маслах АЭС. Свидетельство об аттестации № 01.00225/205-35-13 от 11.11.2013

[13] Методика выполнения измерений массовой доли присадки «АГИДОЛ-1» (2,6-дибутилпаракрезол) в образцах минеральных энергетических масел. Свидетельство об аттестации № 76-09 от 17.11.2009, код регистрации в Федеральном реестре методик измерений – ФР.1.31.2010.08903

[14] ASTM D5182 Стандартный метод испытаний для оценки истирания Грузоподъемность масла (FZG Визуальный метод) (Standard Test Method for Evaluating the Scuffing Load Capacity of Oils (FZG Visual Method))

[15] ТУ 14-4-1561-89 Сетки тканые саржевые с квадратными ячейками

[16] ТУ 6-02-1237-83 Клей-герметик кремнийорганический "Эластосил 137-83"

[17] ТУ 38.1143 Паронит с фторопластовой пропиткой марки ВП-1

[18] Методика выполнения измерений массовой доли деактивирующих присадок на основе производных бензотриазола (Бетол-1 и Иргамет-39) в турбинных маслах АЭС. Свидетельство об аттестации № 01.00225/205-36-13 от 11.11.2013

[19] ТУ 25.05.2234-77 Электроды стеклянные лабораторные ЭСЛ-43-07 и ЭСЛ-63-07

[20] СТО.РАО.МУ Приказ РАО ЕЭС России № 497 от 07.08.2007 Методические указания по определению оптической мутности трансформаторного масла герметичных вводов 110 кВ и выше силовых трансформаторов и шунтирующих реакторов

[21] ИЕС 60422:2013 Масла минеральные изоляционные для электрооборудования. Руководство по контролю и сохранению (Mineral insulating oils in electrical equipment– Supervision and maintenance guidance)

[22] Методика выполнения измерений массовой доли шлама в пробах минеральных турбинных масел. Свидетельство об аттестации № 62-09 от 17.11.2009, код регистрации в Федеральном реестре методик измерений – ФР.1.31.2010.08902

[23] ТУ 38.401-58-409-2013 Адсорбент синтетический алюмосиликатный АС-230Ш. Технические условия

[24] ТУ 38.101-821-2013 Масла турбинные Тп-22С марки 1 и Тп-22СУ. Технические условия (с изм. 1)

[25] ТУ 38.401-58-48-2013 Масла турбинные Тп-22Б. Технические условия

[26] Методика выполнения измерений антикоррозионной характеристик проб минеральных и огнестойких (типа ОМТИ) турбинных масел Свидетельство об аттестации № 60-09 от 17.11.2009, код регистрации в Федеральном реестре методик измерений – ФР.1.31.2010.08899

[27] Методика выполнения измерений времени деаэрации в пробах минеральных и огнестойких (типа ОМТИ) турбинных масел Свидетельство об аттестации № 61-09 от 17.11.2009, код регистрации в Федеральном реестре методик измерений – ФР.1.31.2010.08897

[28] СО 34.37.601 Инструкция по очистке маслосистем турбоагрегатов гидродинамическим способом

[29] Технический отчет ОАО «ЭНИЦ». Анализ технико-экономических показателей маслоочистительного оборудования, предлагаемого производителями. Разработка рекомендаций и мероприятий по индивидуальному применению маслоочистительного оборудования в маслосистемах энергоблоков всех АЭС. № Б2013/22/2013-КА от 13.05.2013

[30] Методика выполнения измерений кислотного числа в пробах огнестойких турбинных масел типа ОМТИ (ОМТИ). Свидетельство об аттестации № 63-09 от 17.11.2009 код регистрации в Федеральном реестре методик измерений – ФР.1.31.2010.08898

[31] Методика выполнения измерений водородного показателя водной вытяжки из проб огнестойких турбинных масел типа ОМТИ (ОМТИ). Свидетельство об аттестации № 65-09 от 17.11.2009 код регистрации в Федеральном реестре методик измерений – ФР.1.31.2010.08896

[32] Методика выполнения измерений массовой концентрации огнестойких турбинных масел типа ОМТИ в пробах сточных вод. Свидетельство об аттестации

№ 80-09 от 17.11.2009 код регистрации в Федеральном реестре методик измерений – ФР.1.31.2010.08894

[33] СО 34.49.101-2003 Инструкция по проектированию противопожарной защиты энергетических предприятий

[34] Методика выполнения измерений массовой концентрации огнестойких турбинных масел типа ОМТИ (далее – ОМТИ), в воздухе рабочей зоны. Свидетельство об аттестации № 79-09 от 17.11.2009 код регистрации в Федеральном реестре методик измерений – ФР.1.31.2010.08893

[35] Методика выполнения измерений массовой доли (мг КОН/г) водорастворимых кислот в пробах огнестойких турбинных масел типа ОМТИ (ОМТИ). Свидетельство об аттестации № 64-09 от 17.11.2009 код регистрации в Федеральном реестре методик измерений – ФР.1.31.2010.08895

[36] Методика выполнения измерений массовой доли растворенного шлама в пробах огнестойких турбинных масел типа ОМТИ (ОМТИ). Свидетельство об аттестации № 77-09 от 17.11.2009 код регистрации в Федеральном реестре методик измерений – ФР.1.31.2010.08901

[37] Методика выполнения измерений массовой доли фосфора в пробах огнестойких турбинных масел типа ОМТИ (ОМТИ). Свидетельство об аттестации № 78-09 от 17.11.2009 код регистрации в Федеральном реестре методик измерений – ФР.1.31.2010.08900

[38] ТУ 6-09-4128-88 Аскарит чистый

[39] ТУ 6-09-07-356-75 Индикатор щелочной голубой

[40] Правила технической эксплуатации нефтебаз

[41] Р.А. Липштейн, М.И. Шахнович Трансформаторное масло.– М., Энергоатомиздат, 1983

[42] Протокол № 1003-72 от 23.12.72, утвержден Минздравом СССР Предельно допустимые концентрации вредных веществ в воде в водоемов санитарно-бытового водопользования

[43] Протокол № 12-04-11 от 18.12.90, утвержден научно-техническим советом Главрыбвод Минрыбхоза СССР. Предельно допустимые концентрации

вредных веществ в воде рыбохозяйственных водоемов

[44] ТУ 0253-066-44918199-2012 Масла турбинные Тп-22С. Технические условия

[45] ТУ 0253-031-44918199-2008 Масла турбинные «ТНК ТУРБО». Технические условия

[46] ТУ 25-2021.003-88 Термометры ртутные стеклянные лабораторные. Технические условия

[47] ТУ 16-531.639-78 Электрошкаф СНОЛ-3,5.3,5. 3,5/3-Из

[48] ТУ 6-09-1678-95 Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты)

[49] ТУ 38.401-67-108-92 Бензин-растворитель для резиновой промышленности. Технические условия

[50] ТУ 3645-032-00220531-97 Редуктор баллонный кислородный, типа БКО-50МГ. Технические условия

[51] ТУ 6-09-5171-84 Метилловый оранжевый, индикатор (парадиметиламиноазобензолсульфоокислый натрий) чистый для анализа

[52] ТУ 6-09-2540-87 Стандарт-титры. Фиксаналы, Нормадозы

[53] ТУ 6-09-14-2167 Ацетонитрил (особой чистоты для жидкостной хроматографии)

[54] ТУ 25-1894.003 Секундомеры механические

[55] ТУ 6-09-5360-88 Фенолфталеин "чда"

[56] ТУ 6-09-4327 Натрий сернистоокислый пиро, квалификации «ч.д.а.»

[57] ТУ 4215-000-11696625-2003 Пробоотборное устройство электрическое (аспирационного типа) ПУ-4Э

[58] ТУ 7506804 Эфир диэтиловый медицинский (для наркоза)

[59] ТУ 6-09-1678-77 Фильтр беззольный «синяя лента»

[60] ТУ 6-09-1883-86 2,4-динитрофенол, индикатор квалификации «ч.д.а.»

[61] ТУ 26-11-17-89 Пластины для тонкослойной хроматографии СОРБФИЛ

[62] ТУ 545-76 Иод технический. Технические условия

[63] ТУ 6-09-3375-78 Гексан нормальный, квалификации «х.ч.»

[64] ТУ 2425-415-05742686-2008 Агидол-1 кристаллический. Технические

условия

[65] ASTM D1209 Стандартный метод определения цвета прозрачных жидкостей (платино-кобальтовая шкала) (Standard Test Method for Color of Clear Liquids (Platinum-Cobalt Scale))

[66] ASTM D445 Стандартный метод определения кинематической вязкости прозрачных и непрозрачных жидкостей (и расчет динамической вязкости) (Standard Test Method for Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (and Calculation of Dynamic Viscosity))

[67] ASTM D1298 Стандартный метод определения плотности, относительной плотности или плотности в градусах API сырой нефти и жидких нефтепродуктов ареометром (Standard Test Method for Density, Relative Density, or API Gravity of Crude Petroleum and Liquid Petroleum Products by Hydrometer Method)

[68] ASTM D92 Стандартный метод испытаний для вспышки и огневых точек с помощью открытого тигля (Standard Test Method for Flash and Fire Points by Cleveland Open Cup Tester)

[69] ASTM D974 Стандартный метод определения кислотного и щелочного числа с помощью титрования с цветным индикатором (Standard Test Method for Acid and Base Number by Color-Indicator Titration)

[70] ASTM D3472 Стандартный метод определения сжимающего усилия и момента кручения для испытаний упаковки на защиту от открывания детьми (Standard Test Method for Reverse-Ratchet Torque of Type IA Child-Resistant Closures)

[71] ASTM D95 Стандартный метод определения содержания воды в нефтепродуктах и битуминых материалах с помощью перегонки (Standard Test Method for Water in Petroleum Products and Bituminous Materials by Distillation)

[72] ASTM E203 Стандартный метод испытаний для измерения характеристик воды с помощью волюметрического титрования по Карлу Фишеру (Standard Test Method for Water Using Volumetric Karl Fischer Titration)

[73] ASTM E284 Стандартная терминология внешний вид (Standard Terminology of Appearance)

[74] ТР ТС 030/2012 Технический регламент Таможенного союза. О

требованиях к смазочным материалам, маслам и специальным жидкостям

[75] ППР РФ 2012 Правила противопожарного режима в Российской Федерации

Примечание – При пользовании настоящим руководящим документом целесообразно проверить действие ссылочных документов. По решению технического руководителя АС для определения показателей качества масел и смазок допускается применение собственных МИ или МИ сторонних организаций, если им официально присвоен код регистрации в Федеральном реестре методик измерений, показатели точности не хуже, чем у методов, указанных в таблицах, и МИ имеют актуальный срок действия.

Лист визирования
РД ЭО 1.1.2.05.0444-2016 «Требования к эксплуатации, организации и
проведению испытаний трансформаторных и турбинных масел на
атомных станциях»

ОАО «Фирма ОРГРЭС»

Заместитель

генерального директора –

Технический директор

Ответственный исполнитель,

старший бригадный инженер



В.А. Кузьмичев



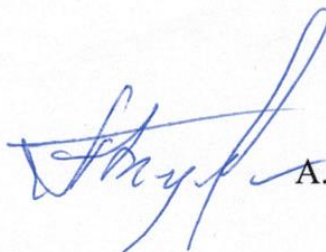
Д.В. Шуварин

ОАО «ВТИ»

Научный руководитель,

первый заместитель

генерального директора, д.т.н.



А.Г. Тумановский

Лист согласования
РД ЭО 1.1.2.05.0444-2016 «Требования к эксплуатации, организации и проведению испытаний трансформаторных и турбинных масел на атомных станциях»

Первый заместитель директора
по производству и
эксплуатации АЭС



О.Г.Черников

Заместитель директора по
производству
и эксплуатации АЭС – директор
Департамента инженерной
поддержки



Ю.П.Тетерин

Нормоконтролер



Т.П. Ануфриева



Лист согласования
РД ЭО 1.1.2.05.0444-2016 «Требования к эксплуатации, организации и проведению испытаний трансформаторных и турбинных масел на атомных станциях»

И.о. главного инженера филиала АО «Концерн Росэнергоатом» «Балаковская атомная станция»	А.М. Сиротин	№ 9/Ф01/ГИС/1480 от 09.08.2016
Главный инженер филиала АО «Концерн Росэнергоатом» «Белоярская атомная станция»	Ю.В. Носов	№ 13-5Б/334 от 10.08.2016
Заместитель Генерального директора - директор филиала АО «Концерн Росэнергоатом» «Билибинская атомная станция»	К.Г. Холопов	№ 01/5654 от 09.08.2016
Главный инженер филиала АО «Концерн Росэнергоатом» «Калининская атомная станция»	В.А. Сушко	№ 9/Ф04-ГИС/470-ВН от 15.08.2016
Главный инженер филиала АО «Концерн Росэнергоатом» «Кольская атомная станция»	В.А. Матвеев	№ 9/Ф05/1030-ВН от 08.04.2016
И.о. главного инженера филиала АО «Концерн Росэнергоатом» «Курская атомная станция»	Н.В. Компаниец	№ 9/Ф06/1341-ВН от 05.04.2016
И.о. главного инженера филиала АО «Концерн Росэнергоатом» «Ленинградская атомная станция»	Б.М. Покутний	№ 9/Ф09/01/18358-ВН от 17.08.2016
Заместитель главного инженера филиала АО «Концерн Росэнергоатом» «Нововоронежская атомная станция»	С.О. Смирнов	№ 9/Ф07/6963-ВН от 23.08.2016
Главный инженер филиала АО «Концерн Росэнергоатом» «Ростовская атомная станция»	А.Б. Горбунов	№ 9/Ф10/02/2288-ВН от 08.08.2016
Главный инженер филиала АО «Концерн Росэнергоатом» «Смоленская атомная станция»	А.Ю. Лещенко	№ 9/Ф08/01/481-ВН от 04.08.2016

Лист согласования
РД ЭО 1.1.2.05.0444-2016 «Требования к эксплуатации, организации и
проведению испытаний трансформаторных и турбинных масел на
атомных станциях»

Главный конструктор паровых турбин
ПАО «Турбоатом»

В.Л. Швецов

№ 02/02-557
от 12.08.2016

Главный конструктор паровых турбин
ПАО «Силовые машины»

А.С. Лисянский

№ 510-19/443ф
от 03.08.2016

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ
РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ

119361 Москва, Озёрная ул., д. 46

E-mail: analyt-vm@vniimc.ru

Тел. (495) 437 9419

Факс: (495) 437 5666

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 01.00225/205-35-13

ОБ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИКИ ИЗМЕРЕНИЙ

Методика измерений массовой доли ингибитора окисления

2,6-дитретбутил-4-метилфенола (Агидол-1)

в турбинных маслах АЭС

Методика измерений массовой доли ингибитора окисления 2,6-дитретбутил-4-метилфенола (Агидол-1) в турбинных маслах АЭС (количество страниц – 15, 2013 г.), разработанная ОАО «ЭНИЦ» (142530, Московская область, г. Электрогорск, ул. Святого Константина, д. 6), аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563–2009, ГОСТ Р ИСО 5725-2002.

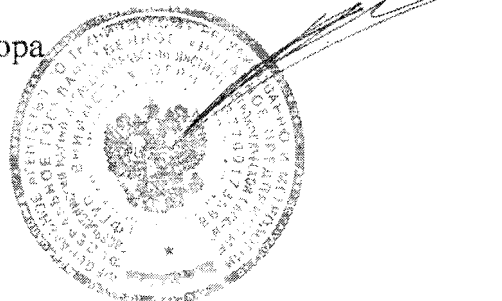
Аттестация осуществлена по результатам теоретических и экспериментальных исследований методики измерений.

В результате аттестации установлено, что методика измерений 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 11 ноября 2013 года

Заместитель директора



В.Н. Яншин

РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Диапазон измерений массовой доли присадки Агидол-1 млн ⁻¹ (мг/кг)	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta$, % при $P = 0,95$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %	Предел повторяемости, r, %, при $P = 0,95$, n = 2
От 10,0 до 200 включ.	7	2	3	5,5

Примечание - Если массовая доля присадки Агидол-1 в пробе превышает 200 млн⁻¹, то пробу разбавляют, но не более чем в 50 раз.

Начальник сектора



О.Л. Рутенберг

Научный сотрудник



С.В. Вихрова



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

119361 Москва, Озёрная ул., д. 46

E-mail: analyt-vm@vniims.ru

Тел. (495) 437 9419

Факс: (495) 437 5666

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 60-09

ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ АНТИКОРРОЗИОННОЙ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРОБ МИНЕРАЛЬНЫХ И ОГНЕСТОЙКИХ (ТИПА ОМТИ) ТУРБИННЫХ МАСЕЛ

Методика выполнения измерений антикоррозионной характеристики проб минеральных и огнестойких (типа ОМТИ) турбинных 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 17 ноября 2009 года

Заместитель директора



В.Н. Яншин

РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Диапазон измерений антикоррозионной характеристики г/м ²	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) $\pm\Delta$, г/м ² при P=0,95	Показатель повторяемости (абсолютное среднее квадратическое отклонение повторяемости), σ_r г/м ²	Предел повторяемости, г, г/м ² при P=0,95, n=2
От 2 до 16 вкл.	1	0,4	1

Научный сотрудник



Е.Г. Оленина



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ
РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ

119361 Москва, Озёрная ул., д. 46

E-mail: analyt-vm@vniims.ru

Тел. (495) 437 9419

Факс: (495) 437 5666

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 61-09

ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ВРЕМЕНИ ДЕАЭРАЦИИ В
ПРОБАХ МИНЕРАЛЬНЫХ И ОГНЕСТОЙКИХ (ТИПА ОМТИ) ТУРБИН-
НЫХ МАСЕЛ

Методика выполнения измерений времени деаэрации в пробах минеральных и огнестойких (типа ОМТИ) турбинных 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

РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Диапазон измерений времени деаэрации, с	Показатель точно- сти (границы аб- солютной по- грешности) $\pm\Delta$, с при $P=0,95$	Показатель по- вторяемости (аб- солютное средне- квадратическое отклонение по- вторяемости), σ_r , с	Предел повторяе- мости, г, с при $P=0,95$, $n=2$
От 60 до 180 вкл.	15	5,5	15
св. 180 до 500 вкл.	30	11	30

Научный сотрудник



Е.Г. Оленина



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

119361 Москва, Озёрная ул., д. 46

E-mail: analyt-vm@vniims.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

РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Диапазон измерений массовой доли шлама, %	Показатель точно- сти (границы аб- солютной погреш- ности) $\pm\Delta$, % при $P=0,95$	Показатель повто- ряемости (абсо- лютное средне- квадратическое отклонение повто- ряемости), σ_r %	Предел повторяе- мости, r, % при $P=0,95$, $n=2$
от 0,0040 до 0,0100 вкл	0,0017	0,0003	0,0008

Научный сотрудник



Е.Г. Оленина



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ
РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ

119361 Москва, Озёрная ул., д. 46

E-mail: analyt-vm@vniims.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

РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Турбинное масло	Диапазон измерений кислотного числа, мг КОН/ г	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) $\pm\Delta$, мг КОН/г при $P=0,95$	Показатель повторяемости (абсолютное среднее квадратическое отклонение повторяемости), σ_r , мг КОН/г	Предел повторяемости, г, мг КОН/г при $P=0,95$, $n=2$
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

Научный сотрудник



Е.Г. Оленина



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ

РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ

ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ

МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ

119361 Москва, Озёрная ул., д. 46

E-mail: analyt-vm@vniims.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 ТУРБИН-
НЫХ 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

РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Наименование	Диапазон измерений	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta$, % 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

Научный сотрудник



Е.Г. Оленина



ВНИИМС

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

119361 Москва, Озёрная ул., д. 46

E-mail: analyt-vm@vniims.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 ТУРБИНЫХ 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

РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Диапазон измерений водородного показателя водной вытяжки рН	Показатель точности (граница 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 5,8 до 8,0 вкл.	0,25	0,07	0,2

Научный сотрудник



Е.Г. Оленина



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ
РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ

119361 Москва, Озёрная ул., д. 46

E-mail: analyt-vm@vniims.ru

Тел. (495) 437 9419

Факс: (495) 437 5666

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 76-09

ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ
ПРИСАДКИ «АГИДОЛ-1» (2,6-ДИТРЕТБУТИЛ-ПАРАКРЕЗОЛ)
В ОБРАЗЦАХ МИНЕРАЛЬНЫХ ЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ МАСЕЛ

Методика выполнения измерений массовой доли присадки «АГИДОЛ-1» (2,6-дитретбутил-паракрезол) в образцах минеральных энергетических масел, разработанная ОАО «Всероссийский теплотехнический научно-исследовательский институт» и Филиалом ОАО «Инженерный центр ЕЭС» - «Фирма ОРГРЭС», 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 26 ноября 2009 года

Заместитель директора



В.Н. Яншин

РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Диапазон измерений массовой доли, %	Показатель точности (границы аб- солютной погрешно- сти) $\pm \Delta$, % при $P=0,95$	Показатель повторяемо- сти (абсо- лютное сред- неквадрати- ческое от- клонение по- вторяемо- сти), σ_r , %	Показатель воспроизво- димости (аб- солютное среднеквад- ратическое отклонение воспроизво- димости), σ_R , %	Предел по- вторяемости, г, % при $P=0,95$, $n=2$
от 0,08 до 0,80 % вкл.	0,05	0,02	0,03	0,055

Научный сотрудник



Е.Г. Оленина



ВНИИМС

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

119361 Москва, Озёрная ул., д. 46

E-mail: analyt-vm@vniims.ru

Тел. (495) 437 9419

Факс: (495) 437 5666

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 77-09

ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ РАСТВОРЕННОГО ШЛАМА В ПРОБАХ ОГНЕСТОЙКИХ ТУРБИННЫХ МАСЕЛ ТИПА ОМТИ (ОМТИ)

Методика выполнения измерений массовой доли растворённого шлама 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 26 ноября 2009 года

Заместитель директора



В.Н. Яншин

РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Диапазон измерений массовой доли растворённого шлама, %	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) $\pm\Delta$, % при $P=0,95$	Показатель повторяемости (абсолютное среднее квадратическое отклонение повторяемости), σ_r %	Предел повторяемости, r , % при $P=0,95$, $n=2$
от 0,005 до 0,100 вкл	0,003	0,0011	0,003

Научный сотрудник



Е.Г. Оленина



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ

РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ

ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ

МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ

119361 Москва, Озёрная ул., д. 46

E-mail: analyt-vm@vniims.ru

Тел. (495) 437 9419

Факс: (495) 437 5666

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 78-09

ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ ФОСФОРА В ПРОБАХ ОГНЕСТОЙКИХ ТУРБИННЫХ МАСЕЛ ТИПА ОМТИ (ОМТИ)

Методика выполнения измерений массовой доли фосфора в пробах огнестойких турбинных масел типа ОМТИ (ОМТИ), в воздухе рабочей зоны, 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 26 ноября 2009 года

Заместитель директора



В.Н. Яншин

РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Диапазон измерений массовой доли фосфора, %	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta$, % при $P=0,95$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r %	Предел повторяемости, r , % при $P=0,95$, $n=2$
От 6,0 до 15 вкл.	12	4,5	12,5

Научный сотрудник



Е.Г. Оленина



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ

РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ

ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ

МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ

119361 Москва, Озёрная ул., д. 46

E-mail: analyt-vm@vniims.ru

Тел. (495) 437 9419

Факс: (495) 437 5666

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 79-09

ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ОГНЕСТОЙКИХ ТУРБИННЫХ МАСЕЛ ТИПА ОМТИ (ОМТИ) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Методика выполнения измерений массовой концентрации огнестойких турбинных масел типа ОМТИ, (ОМТИ), в воздухе рабочей зоны, 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 26 ноября 2009 года

Заместитель директора



В.Н. Яншин

РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Диапазон измерений массовой концентрации ОМТИ в воздухе рабочей зоны мг/м ³	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta$, % при P=0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r , %	Предел повторяемости, r, % при P=0,95, n=2
от 2,5 до 10,0 вкл.	25	6	17

Научный сотрудник



Е.Г. Оленина



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ

РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ

ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ

МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ

119361 Москва, Озёрная ул., д. 46

E-mail: analyt-vm@vniims.ru

Тел. (495) 437 9419

Факс: (495) 437 5666

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 80-09

ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ОГНЕСТОЙКИХ ТУРБИННЫХ МАСЕЛ ТИПА ОМТИ (ОМТИ) В ПРОБАХ СТОЧНЫХ ВОД

Методика выполнения измерений массовой концентрации огнестойких турбинных масел типа ОМТИ (ОМТИ) в пробах сточных вод, 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 26 ноября 2009 года

Заместитель директора



В.Н. Яншин

РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Диапазон измерений массовой концентра- ции ОМТИ в пробах сточных вод, мг/дм ³	Показатель точно- сти (границы от- носительной по- грешности) $\pm\delta, \%$ при $P=0,95$	Показатель по- вторяемости (от- носительное сред- неквадратическое отклонение по- вторяемости), $\sigma_r, \%$	Предел повторяе- мости, $r, \%$ при $P=0,95,$ $n=2$
от 5,0 до 40,0 вкл.	15	4	11

Научный сотрудник



Е.Г. Оленина

