НОРМАТИВНЫЕ ДОКУМЕНТЫ
ДЛЯ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ
И КОТЕЛЬНЫХ

ЭКСПРЕСС-МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АНТИОКИСЛИТЕЛЬНОЙ ПРИСАДКИ (ИОНОЛА) В СВЕЖИХ И ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ ТУРБИННЫХ МАСЛАХ

РД 34.43.209—97

Москва 1999

РАЗРАБОТАН Всероссийским теплотехническим научно-исследовательским институтом (ВТИ);
Фирмой по наладке, совершенствованию технологии и эксплуатации электростанций и сетей "ОРГРЭС" (ОРГРЭС)

ИСПОЛНИТЕЛИ *Д.В.Шуварин* (ОРГРЭС), *Т.Н.Куликовская (ВТИ)*

УТВЕРЖДЕН Департаментом стратегии развития и научно-технической политики РАО "ЕЭС России" 25 декабря 1997 г.
Первый заместитель начальника *А.П.Берсенев*

ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ. Периодичность проверки — 5 лет

К л ю ч е в ы е с л о в а: нефтяные турбинные масла, антиокислительная присадка, тонкослойная хроматография, термоокислительная стабильность

© ВТИ, 1999

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

ЭКСПРЕСС-МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АНТИОКИСЛИТЕЛЬНОЙ ПРИСАДКИ (ИОНОЛА) В СВЕЖИХ И ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ ТУРБИННЫХ МАСЛАХ

РД 34.43.209—97

Срок действия
с 1998—07—01
до 2008—07—01

В настоящем руководящем документе (РД) даны основные правила проведения анализа содержания антиокислительной присадки 2,6-дитретбутил-4-метилфенол методом тонкослойной хроматографии в нефтяных турбинных маслах.

Настоящий руководящий документ дополняет РД 34.43.102—96 "Инструкция по эксплуатации нефтяных турбинных масел" и предназначен для персонала химических лабораторий энергопредприятий.

Издание официальное

Настоящий нормативный документ не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения РАО "ЕЭС России" или ВТИ

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1 Настоящий РД распространяется на нефтяные турбинные масла, которые используются в основном и вспомогательном оборудовании (турбо- и гидроагрегатах, насосах и др.) промышленных предприятий.

1.2 Все отечественные турбинные масла, используемые для энергетического оборудования (Тп-22С, Тп-22Б, Тп-30), содержат антиокислительную присадку 2,6-дитретбутил-4-метилфенол (синонимы: ионол, АГИДОЛ-1, дибутилпаракрезол).

1.3 Товарные турбинные масла для паровых турбин типа Тп-22С и Тп-22Б содержат не менее 0,8 % масс. ионола.

1.4 Товарные турбинные масла для гидроагрегатов Тп-30 содержат не менее 0,5 % масс. ионола.

1.5 В процессе эксплуатации масла присадка расходуется на замедление процесса старения масла и при уменьшении ее содержания до уровня менее 0,15 % практически не защищает турбинные масла от термоокислительного старения, образования шлама и осадков.

1.6 Контроль за содержанием ионола в турбинных маслах позволяет оперативно следить за степенью старения масла, определять причины ухудшения стабильности против окисления, своевременно принимать меры для продления срока службы масел в оборудовании, т.е. способствует повышению надежности работы маслосистем энергетического оборудования.

1.7 Содержание ионола в маслах может быть определено при помощи методов инфракрасной спектроскопии (методика МЭК 666) и высокоэффективной жидкостной хроматографии, которые требуют применения дорогостоящего лабораторного оборудования, или при помощи тонкослойной хроматографии (ТСХ).

1.8 При использовании ТСХ другие присадки, имеющиеся в свежих турбинных маслах (Тп-22С, Тп-22Б, Тп-30), а также продукты старения, содержащиеся в эксплуатационных маслах, не мешают определению ионола.

2 СУЩНОСТЬ ЭКСПРЕСС-МЕТОДА

2.1 Содержание антиокислительной присадки 2,6-дитретбутил-4-метилфенола в турбинных маслах определяют ***полуколичественным*** методом тонкослойной хроматографии.

2.2 Сущность метода заключается в разделении на тонком слое сорбента в восходящем потоке растворителя компонентов масла с последующим определением наличия присадки.

2.3 Содержание присадки в масле определяют сравнением хроматограмм испытуемого масла и эталонных растворов.

2.4 Внесение изменений в методику проведения анализа и замена применяемых реактивов и материалов должны быть согласованы в фирме "ОРГРЭС" и ВТИ.

3 АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Камера для восходящей хроматографии по ГОСТ 28366.
Камера для проявления хроматограмм в парах иода по ГОСТ 28366.
Микропипетка по ГОСТ 28366.
Пластина для тонкослойной хроматографии марки "Силуфол" по ГОСТ 28366.

Примечание – Применение пластин других марок должно быть согласовано с фирмой "ОРГРЭС" и ВТИ, вертикальный размер пластин должен составлять не менее 150 мм, горизонтальный – не регламентируется.

Гексан нормальный чистый по ТУ 6-09-3375.
Иод кристаллический по ТУ 545.
Пипетка вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 29228.
Резиновая груша.

4 ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

4.1 Подготовка камеры для восходящей хроматографии

4.1.1 *В качестве* камер для проведения хроматографического анализа допускают использовать любые стеклянные сосуды с плоским дном и герметично закрывающейся крышкой, выложенные изнутри чистой и сухой фильтровальной бумагой или оборудованные специальными пористыми керамическими вставками (чертеж 1 ГОСТ 28366).

4.1.2 *Габариты* камеры должны обеспечивать свободное размещение внутри нее пластины для проведения тонкослойного хроматографического анализа. Боковые края пластин не должны соприкасаться с фильтровальной бумагой или керамическими вставками.

4.1.3 *В чистую* и сухую камеру пипеткой вносят порциями гексан. Количество внесенного гексана должно обеспечивать уровень растворителя на дне камеры 7 мм.

Камеру закрывают крышкой и выдерживают в течение 30 мин при комнатной температуре для насыщения парами растворителя, после чего она готова к работе.

4.1.4 *При снижении* уровня растворителя в камере (ниже 5 мм) после насыщения добавляют порцию гексана, как было указано выше в п. 4.1.3.

4.2 Подготовка камеры для проявления хроматограмм

4.2.1 *В качестве* проявительных камер допускается использовать любые стеклянные сосуды с герметично закрывающейся крышкой, обеспечивающие свободное размещение внутри них пластин, предназначенных для проведения тонкослойного хроматографического анализа.

4.2.2 *На дно* чистой проявительной камеры насыпают небольшое количество кристаллического йода (10—20 кристаллов).

4.2.3 *Камеру* закрывают крышкой и выдерживают при комнатной температуре до насыщения парами йода (равномерное заполнение фиолетовыми парами), но не менее 30 мин, после чего камера готова к работе.

4.3 Подготовка эталонных растворов

4.3.1 *Эталонные* растворы для тонкослойного хроматографического анализа готовят на базовых маслах, не содержащих никаких присадок, эталонные растворы поверяют на фактическое содержание 2,6-дитретбутил-4-метилфенола методом инфракрасной спектроскопии по методике МЭК 668.

При необходимости эталонные растворы можно заказать в фирме "ОРГРЭС" или ВТИ.

4.3.2 *Эталонные* растворы готовят путем введения в базовое масло определенного количества присадки 2,6-дитретбутил-4-метилфенола. Эталонные растворы должны иметь следующие концентрации присадки: 0,1; 0,2; 0,4; 0,8; 0,16 % масс.

При затруднении дозирования микропипеткой анализируемого масла класса вязкости 30 $мм^2/с$ при 50 °С и соответствующих эталонных растворов допускается их разбавление гексаном в равных пропорциях.

4.3.3 *При необходимости* возможно учащение ряда эталонных растворов, указанных в п. 4.3.2, с интервалом концентрации 0,05 или 0,10 %.

4.4 Подготовка микропипетки и нанесение пробы

4.4.1 *Микропипетку* промывают гексаном, затем для удаления гексана продувают воздухом при помощи груши.

Эту операцию проводят перед каждым отбором пробы испытуемого масла или эталонного раствора.

4.4.2 *Отбирают* пробу масла или эталонного раствора, погружая конец микропипетки в масло на 3—5 мм и визуально контролируя заполнение капилляра до специальной отметки. Метку на микропипетке устанавливают так, чтобы диаметр пятен, нанесенных на пластину проб, составил 2—3 мм, что подбирается опытным путем.

4.4.3 *После* достижения пробой масла метки на капилляре микропипетку вынимают из образца, удаляют излишки масла и при необходимости доводят уровень пробы строго до метки, удаляя излишки масла фильтровальной бумагой.

4.4.4 *Отобранную* пробу испытуемого масла или эталонного раствора наносят на пластинку марки "Силуфол" для тонкослойной хроматографии, касаясь концом микропипетки слоя сорбента на расстоянии 10—12 мм от нижнего края пластины (линия старта). Пробу вдоль линии старта наносят 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 эталонных растворов и испытуемого масла. Линия старта располагается перпендикулярно рискам (вертикальным полосам) на алюминиевой подложке пластин.

5 ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЙ

5.1 В камеру, предназначенную для хроматографического анализа и насыщенную парами гексана, помещают пластину для тонкослойной хроматографии с нанесенными на нее пробами. Пластину располагают в камере так, чтобы ее нижний край был погружен в растворитель не менее чем на 5 мм. Не допускается, чтобы поверхность растворителя касалась проб на линии старта.

5.2 Камеру с пластиной накрывают крышкой и выдерживают до тех пор, пока растворитель не поднимется по слою сорбента, не доходя примерно 5 мм до верхнего края пластины.

5.3 Пластину вынимают из камеры и выдерживают на воздухе до полного испарения гексана.

5.4 Для проявления хроматограммы пластину после испарения гексана помещают в проявительную камеру, насыщенную парами иода. Камеру с пластиной закрывают крышкой и выдерживают до тех пор, пока хроматограммы не приобретут четких границ и интенсивно окрасятся.

5.5 Пластину с проявленными хроматограммами извлекают из камеры и острозаточенным карандашом отмечают границы темно-коричневого пятна присадки, расположенного на расстоянии 10—15 мм от линии старта. Если масло не содержит присадки, то в данной зоне хроматограммы будет отсутствовать интенсивно окрашенное пятно.

5.6 При качественном анализе процедуру испытаний осуществляют без использования эталонных растворов.

6 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ

6.1 Содержание присадки определяют путем сравнения площади пятен присадки на хроматограммах эталонных растворов и проб анализи-

руемых масел, которые были получены на одной хроматографической пластине.

6.2 Расчет проводят методом математической экстраполяции.

6.2.1 *Условия расчета*

$S_{э1} \le S_x \le S_{э2}$ и $c_{э1} \le c_x \le c_{э2}$,

где $S_{э1}$, $S_{э2}$ – площадь пятна присадки эталонных растворов на хроматограмме, мм^2; $c_{э1}$, $c_{э2}$ – концентрации присадки в эталонных растворах, % масс.; S_x – площадь пятна присадки анализируемого масла на хроматограмме, мм^2; c_x – искомая концентрация присадки в анализируемом масле, % масс.

6.2.2 *Формулы расчета:*

$$c_x = c_{э1} + ((S_x - S_{э1})(c_{э2} - c_{э1}))/(S_{э2} - S_{э1}), \quad (1)$$

если $S_x - S_{э1} < S_{э2} - S_x$,

и $c_x = c_{э2} - ((S_{э2} - S_x)(c_{э2} - c_{э1}))/(S_{э2} - S_{э1})$, (2)

если $S_x - S_{э1} > S_{э2} - S_x$.

6.2.3 *Содержание* присадки в масле менее 0,1 % масс. оценивают как следы присадки.

6.3 При необходимости возможна оценка результатов испытаний путем визуального сравнения размеров и интенсивности окраски на хроматограммах пятен присадки испытуемого масла и эталонных растворов и принятия за искомое значение концентрации эталонного раствора, хроматограмма которого наиболее совпадает с хроматограммой испытуемого масла при учащении ряда эталонных растворов, указанных в п. 4.3.3.

7 ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

7.1 Нижний предел концентрации ионола в турбинных маслах, определяемый при помощи ТСХ, составляет 0,05 % масс.; содержание присадки менее 0,05 % оценивается как ее отсутствие.

7.2 Сходимость

Расхождения результатов двух анализов, выполненных в одной и той же лаборатории одним лаборантом, признаются достоверными (с довери-

тельной вероятностью P=0,95), если расхождение между ними ($Д_1$) в % масс., не превышает допустимого значения, рассчитанного по формуле

$$Д_1 = 0{,}12 \times \sqrt{c_{ср}}\,, \qquad (3)$$

где $c_{ср}$ – среднее арифметическое двух параллельных определений с учетом требований п. 6.1 настоящего РД.

7.3 Воспроизводимость

Результаты двух анализов одного и того же масла, выполненных в разных лабораториях, и полученные средние арифметические определений ($c_{ср1}$ и $c_{ср2}$) признаются достоверными (с доверительной вероятностью P=0,95), если разность между ними ($Д_2$) в % масс. не превышает допустимого значения. рассчитанного по формуле

$$Д_2 = 0{,}20 \times \sqrt{(c_{ср1} + c_{ср2})/2}. \qquad (4)$$

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Перечень нормативных документов, на которые имеются ссылки в РД 34.43.209—97

Обозначения и наименования НД	Пункт, подпункт, приложение, в которых дана ссылка
ГОСТ 28366—89 Реактивы. Метод тонкослойной хроматографии	3, 4.1.1
ГОСТ 29228—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания	3
ТУ 6-09-3375—78 Гексан чистый	3
ТУ 545—76 Иод кристаллический	3
РД 34.43.102—96 Инструкция по эксплуатации нефтяных турбинных масел	Вводная часть