СОВРЕМЕННАЯ ЛАБОРАТОРНАЯ ПРАКТИКА

СОВРЕМЕННАЯ ЛАБОРАТОРНАЯ ПРАКТИКА

№ 3 (15) 2011

Учредитель и издатель

OOO «ПРОФИЛЬ - 2С» 129226, Москва, ул. Сельскохозяйственная, д. 17, корп. 4, оф. 228 Тел./факс (499) 196-18-49, e-mail: profill@profill.ru http://www.profill.ru

Шеф-редактор *Е. В. Савельев* Технический редактор *С. В. Савельев* Компьютерная верстка *М. С. Матвеева*

Адрес редакции

123060, Москва, 1-й Волоколамский пр-д, д. 15/16 Тел./факс (499) 196-18-49

Шеф-редактор

e-mail: editor@mlpj.ru

По общим вопросам

e-mail: info@mlpj.ru http://www.mlpj.ru.ru

Свидетельство о регистрации СМИ

ПИ № ФС77 - 32247

Подписной индекс **88209** в объединенном каталоге «Пресса России», интернет-каталоге Агентства по распространению зарубежных изданий.

Перепечатка опубликованных в журнале материалов допускается только с разрешения редакции. При использовании материалов ссылка на журнал обязательна. Присланные материалы не рецензируются и не возвращаются. Точка зрения авторов может не совпадать с мнением редакции. Редакция не несет ответственности за достоверность рекламной информации

Подписано в печать 09.09.2011

Формат 60х90/_{1/8}

Тираж 2000 экз. Цена договорная март 2011 № **3** (15)

	• •		
К.В.ШАТАЛОВ			

	нефтепродуктов
К.	В. ШАТАЛОВ Оценка приемлемости результатов единичных испытаний нефтепродуктов
0.	Д. ВЕРНИДУБ, Н. Д. ЗАЮКОВА
	Покрытия металлические – новые нормативные документы аналитического контроля
	Официальные документы
	Федеральный закон от 21 июля 2011 г. № 255-ФЗ «О внесении изменений в Федеральный закон «О техническом регулировании»
	Таможенный союз
	СОГЛАШЕНИЕ
	о единых принципах и правилах технического регулирования в Республике Беларусь, Республике Казахстан и Российской Федерации, принятое на заседании Комиссии Таможенного союза 18 ноября 2010 г
	ПОЛОЖЕНИЕ
	о порядке включения органов по сертификации и испытательных лабораторий (центров) в Единый реестр органов по сертификации и испытательных лабораторий (центров) таможенного союза, а также его формирования и ведения 44
	ПОЛОЖЕНИЕ
	о порядке применения типовых схем оценки (подтверждения) соответствия в технических регламентах Таможенного союза
	Приложение А
	Приложение Б61
	Приложение В
	Приложение Г

сентябрь ■ 2011 1

Ä

ПРОБЛЕМЫ ЛАБОРАТОРНОЙ ОЦЕНКИ КАЧЕСТВА НЕФТЕПРОДУКТОВ

К. В. ШАТАЛОВ

канд. техн. наук, доцент, начальник отдела квалификационных испытаний топлив и масел ФАУ «25 ГосНИИ химмотологии Минобороны РОССИИ»

Основной задачей лаборатории горючесмазочных материалов организаций нефтепродуктообеспечения (далее – лаборатории горючего) является получение точной и своевременной информации об основных физико-химических и эксплуатационных свойствах нефтепродуктов.

Несоответствие данных лабораторного анализа по одному из этих требований превращает получаемую информацию в бесполезную или даже вредную. Так, например, очевидны негативные технико-экономические последствия от необоснованной браковки партии топлива вследствие допущенных ошибок при его анализе или, наоборот, применения на воздушных судах гражданской авиации некондиционного топлива, несоответствие которого требованиям нормативно-технической документации не было обнаружено из-за ошибок в получении или интерпретации результатов анализа.

Соответствие требованиям по полноте и своевременности получения информации о качестве нефтепродуктов достигается в основном за счет организационных мер и дисциплины исполнения. Обеспечение же необходимого уровня точности результатов анализа возможны только при соблюдении целого ряда условий, т.к. установление количественных значений показателей качества нефтепродуктов представляет весьма специфическую область измерений. Это связано с тем, что

анализ нефтепродуктов с метрологической точки зрения представляет собой сложное косвенное измерение, для выполнения которого применяется испытательное оборудование, моделирующее условия реального применения нефтепродуктов в агрегатах и узлах механизмов, а также различные измерительные приборы, осложненное к тому же непосредственным вмешательством человека в процесс измерения.

Несмотря на то, что конечной стадией процесса испытаний нефтепродуктов является прямое измерение физической величины (например, массы, при определении содержания фактических смол), это измерение не является определяющим с точки зрения общей точности результата измерения количественного значения показателя качества нефтепродукта. В наибольшей степени общая точность испытаний нефтепродуктов определяется другими стадиями анализа - процедурами отбора навески образца нефтепродукта для анализа, его подготовки к анализу, процедурами, моделирующими условия применения нефтепродукта (например, окисление в воздушной струе при определении содержания фактических смол, термостатирование при определении кинематической вязкости и т.д.), т.е. теми стадиями, которые и делают измерение собственно анализом.

Например, при определении кинематической вязкости нефтепродуктов с переходом от термо-

2 сентябрь ■ 2011

статов с точностью поддержания заданной температуры ± 0.1 °C (требования ГОСТ 33-82) к термостатам с точностью поддержания заданной температуры ± 0.02 °C (требования ГОСТ 33-2000) погрешность определения уменьшается в 4,6 раза – с 1,2 % до 0,26 %.

Методики анализа нефтепродуктов представляют собой сложные, многостадийные процедуры. Каждую методику анализа можно рассматривать как последовательность отдельных этапов (пробоподготовка, взятие навески, подготовка технических средств испытаний, нахождение пробы нефтепродуктов в регламентированных условиях испытаний, собственно измерение, обработка результатов), в которые входят несколько отдельных операций (перенос вещества из одной емкости в другую, дозирование или взвешивание и т.д.). Количество отдельных операций, выполняемых лаборантом в ходе анализа нефтепродуктов, составляет от 50 до 300, а в отдельных случаях и более. Каждая из выполняемых операций чревата и обычными случайными погрешностями, и грубыми промахами. Погрешности каждого из этапов вносят вклад в общую погрешность результатов анализа.

Существенной особенностью процесса испытаний нефтепродуктов как процесса измерения является большая роль человеческого фактора, поскольку результаты многих важных этапов анализа (отбора навески образца нефтепродукта для анализа, его подготовки к анализу, дозирование реактивов, отсчет показаний бюретки и т.д.) прямо зависят от квалификации, степени ответственности, внимательности, добросовестности и настроения выполняющего эти процедуры сотрудника.

Например, при определении кислотности дизельного топлива по ГОСТ 5985 момент конца титрования фиксируется по изменению окраски спиртового слоя смеси с желтой на зеленую. В силу личностных особенностей зрения каждый лаборант будет по своему оценивать окраску спиртового слоя и, соответственно, момент конца титрования у разных исполнителей может существенно отличаться, а, следовательно, будут различия как в количестве раствора гидроокиси калия, пошедшего на титрование, так и в итоговом значении кислотности.

В большинстве случаев процесс установления количественных значений показателей качества нефтепродуктов представляет собой косвенное измерение, т.к. результат испытания почти всегда рассчитывают по эмпирической зависимости, связывающей аналитический сигнал (результат прямого измерения той или иной физической величины) со значением показателя качества нефтепродуктов.

Например, значение кинематической вязкости получается при умножении значения времени (аналитический сигнал) истечения нефтепродукта через капилляр вискозиметра на значение постоянной вискозиметра.

Эмпирическая зависимость, по которой проводится расчет значения показателя качества, позволяет получать результат с некоторой погрешностью, так как при ее создании зачастую использовались упрощенные представления о механизмах процессов протекающих с нефтепродуктами в ходе испытаний.

При проведении испытаний нефтепродуктов не может быть реализована классическая схема передачи размера измеряемой величины от первичного эталона к рабочим средствам измерений через систему образцовых средств измерений. В случае испытаний нефтепродуктов эталоны измеряемых величин отсутствуют, а их роль выполняют стандартные образцы. Однако и в стандартных образцах значение показателя качества известно

сентябрь ■ 2011 3

Ä