

Изобретение относится к области аналитической химии и может быть использовано для определения примесей масла в газах в виде аэрозоля и паров, в том числе в сжатых газах и окисляемых газовых смесях.

Известен способ определения смеси масла в газах с помощью индикаторных трубок, в котором анализируемую пробу пропускают через сорбент и его анализ, при этом сорбцию масла осуществляют непосредственно на сорбенте трубки, анализ также осуществляют на этом же сорбенте, путем проведения реакции с серной кислотой с последующим определением соответствия интенсивности окраски, появившейся на сорбенте, одному из четырех эталонов, и рассчитывают концентрацию масла как отношение количества масла, найденное по эталону к объему просасываемого воздуха [Инструкция по применению индикаторной трубки 10/а-Р фирмы "Дрегер" Gebrauchen Welsung 234-28371 Aussebe Desember 1980-прототип].

Описанный способ используют для определения примесей масла в газах при температуре 20°C и давлении 760 мм рт.ст. (0,1 Мпа) в диапазоне концентраций от 0,1 мг/м³ до 10 мг/м³. Длительность определения при малых концентрациях не позволяет использовать его для экспресс-анализа (так для определения концентрации масла 0,1 мг/м³ время отбора пробы составляет 2 часа), а просасывание анализируемой пробы через сорбент с сильными окислительными свойствами не позволяет использовать его для определения примесей масла в окисляемых газах, например в монооксиде углерода, водороде и других газах. Кроме того, этот способ не может быть использован для количественного определения и служит для полукваликативной оценки (определяет четыре дискретных уровня концентраций масла).

В основу изобретения поставлена задача создать способ определения примесей масла в газах, в котором осуществление сорбции масла в отдельном сорбционном патроне (СП) и последующее вымывание его органическим растворителем в индикаторную трубку (ИТ), с оценкой содержания масла по длине окрашенного слоя индикаторной трубки позволяет определить содержание масла в газах в диапазоне концентраций от 0,025 мг/м³ до 100 мг/м³, как в инертных, так и в окисляемых газах, при давлении от 0,02 до 40 Мпа, обеспечивает полную сорбцию масла на сорбенте, низкое аэродинамическое сопротивление сорбционного патрона, отсутствие взаимодействия агрессивной газовой среды с индикаторным наполнителем трубки, а также сможет применяться при проведении количественного экспресс-анализа определения масла в газах, в том числе в сжатых газах и окисляемых газовых смесях.

Поставленная задача решается тем, что в способе определения примесей масла в газах с использованием индикаторной трубки, включающем пропускание анализируемой пробы через сорбент и его анализ, согласно изобретению сорбцию масла осуществляют в отдельном сорбционном патроне, после чего вымывают органическим растворителем в индикаторную трубку, а оценку содержания масла в газах осуществляют по длине окрашенного слоя индикаторной трубки, а в качестве сорбента используют активный оксид алюминия, и за счет этого расширить область использования способа.

Сорбция масла в отдельном сорбционном патроне исключает взаимодействие газа, содержащего примесь, с индикаторной трубкой, что позволяет использовать способ для определения примесей масла в окисляемых газовых смесях, а слой сорбента гранулометрической фракции от 0,5 до 0,9 мм, имеет аэродинамическое сопротивление ниже, чем индикаторная трубка, что позволяет использовать способ при давлении газов от 0,02 до 40,0 МПа, а также сокращает время проведения анализа и позволяет использовать способ для экспресс-анализа газовых смесей.

Вымывание масел из сорбционного патрона органическим растворителем, например, четыреххлористым углеродом, в индикаторную трубку, обеспечивает полноту десорбции масла и соответственно полноту переноса масла в индикаторную трубку, чем обеспечивается использование способа для аэрозолей масла.

Оценка содержания масла по длине окрашенного слоя индикаторной трубки, позволяет количественно определить концентрацию масла в газах, что позволяет использовать способ для определения концентраций масла в газах от 0,025 мг/м³ до 100 мг/м³ с дискретностью 0,0125 мг/м³ в диапазоне от 0,0 мг/м³ до 0,25 мг/м³; 0,05 мг/м³ в диапазоне от 0,0 мг/м³ до 1,0 мг/м³; 0,5 мг/м³ в диапазоне от 0,0 мг/м³ до 10,0 мг/м³; и 5,0 мг/м³ в диапазоне от 0,0 мг/м³ до 100 мг/м³.

Использование в качестве сорбента активного оксида алюминия позволяет использовать способ для определения примесей масла в газах содержащегося в них в виде паров и аэрозоля, что расширяет область использования способа.

На фиг. 1 представлена линейная зависимость длины окрашенного слоя наполнителя индикаторной трубки от содержания масел в пробе в пределах от 15 мкг до 150 мкг; на фиг. 2 - измерительные шкалы для различных диапазонов концентрации масел в пробе в зависимости от расхода анализируемого газа (θ , л/мин) и времени процесса (t , мин).

Способ осуществляют следующим образом.

Индикаторные трубки предварительно калибруют по стандартным газовым смесям компрессорного масла КС-19 с воздухом. Для этого на газодинамической установке (ГДУ) создают поверочные воздушно-масляные смеси (ВМС) с требуемой концентрацией масла. Концентрацию масла определяют по "Методике выполнения измерений массовых концентраций масла в смесях с воздухом", аттестованной УкрЦСМ 07.11.93 г.

Для обеспечения полноты сорбции масел из анализируемой пробы газа в зависимости от его концентрации подбирают соответствующие параметры отбора проб (θ и t), например, при расходе анализируемого воздуха 5 л/мин, и времени процесса 30 мин, диапазон измерения составляет (0,1-1,0) мг/м³, а при $\theta = 1$ л/мин и $t = 15$ мин измеряемый диапазон составляет (1-10) мг/м³ (фиг.2).

Подбирая соответствующие параметры отбора проб [θ и t] осуществляют анализ в интервале концентраций от 0,025 мг/м³ до 100 мг/м³.

Вскрывают СП и пропускают через него ВМС с заданными скоростью (θ , л/мин) и временем (t , мин). Затем СП одним концом соединяют с ИТ и вводят в СП 0,3 мл четыреххлористого углерода и после смачивания им наполнителя ИТ измеряют длину окрашенного слоя.

На основании линейной зависимости длины окрашенного слоя наполнителя индикаторной трубки от содержания масла в анализируемой пробе в пределах от 15 мкг до 150 мкг (фиг.1) и полученным данным зависимости длины окрашенного слоя индикаторного наполнителя данной партии трубок от концентрации

масла в поверочных воздушно-маслянных смесях строят измерительные шкалы для различных диапазонов концентрации масел в пробе в зависимости от расхода анализируемого газа и времени процесса (фиг.2).

Пример 1. Определение примесей масла при низком давлении.

Испытания проводили на газовых смесях, находящимся под избыточным давлением (0-0,02) МПа. Для этого на ГДУ создавали ВМС с различным содержанием масла, концентрацию которого контролировали аналитической методикой. ВМС пропускали через СП с заданными скоростями и временем. Затем к СП присоединяли ИТ, вводили в СП 0,3 мл четыреххлористого углерода для вымывания масла и после смачивания им индикаторного наполнителя ИТ сопоставляли длину окрашенного слоя с соответствующими измерительными шкалами (фиг.2), находили концентрацию масла в ВМС. Результаты измерений представлены в таблице.

Пример 2. Определение примесей при высоком давлении паров.

Сорбционный патрон устанавливают а индикатор масла типа 10392-01, позволяющий проводить измерения в газовых смесях, находящихся под давлением.

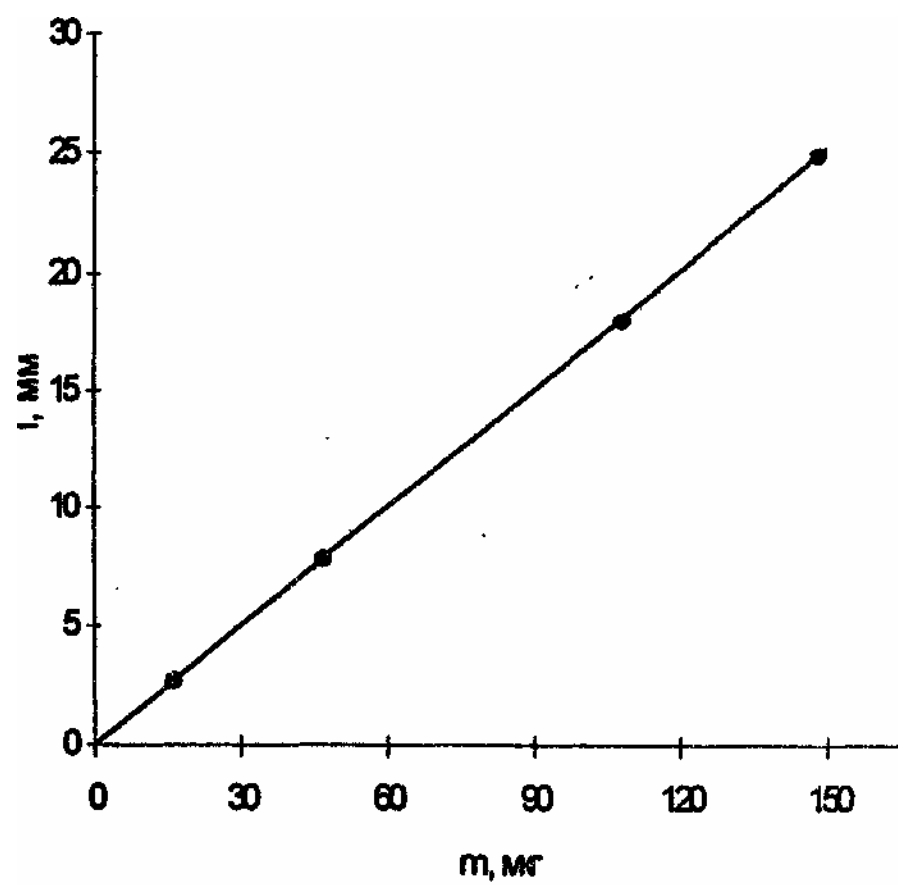
На индикатор подают ВМС, находящуюся под давлением 40,0 МПа, пропускают через СП анализируемый газ со скоростью 5 л/мин в течение 30 мин, а затем к СП присоединяли ИТ, вводили в СП 0,3 мл четыреххлористого углерода для вымывания масла и после смачивания им индикаторного наполнителя ИТ определяли концентрацию масла сопоставлением длины окрашенного слоя трубки со шкалой II (фиг.2). Найденное значение концентрации масла составляет 0,21 мг/м³. Концентрация масла в исследуемой смеси при определении по аналитической методике составляет 0,2 мг/м³. Погрешность определения по предлагаемому способу составляет 19%.

Пример 3. Определение примесей масла в окисляемых газах.

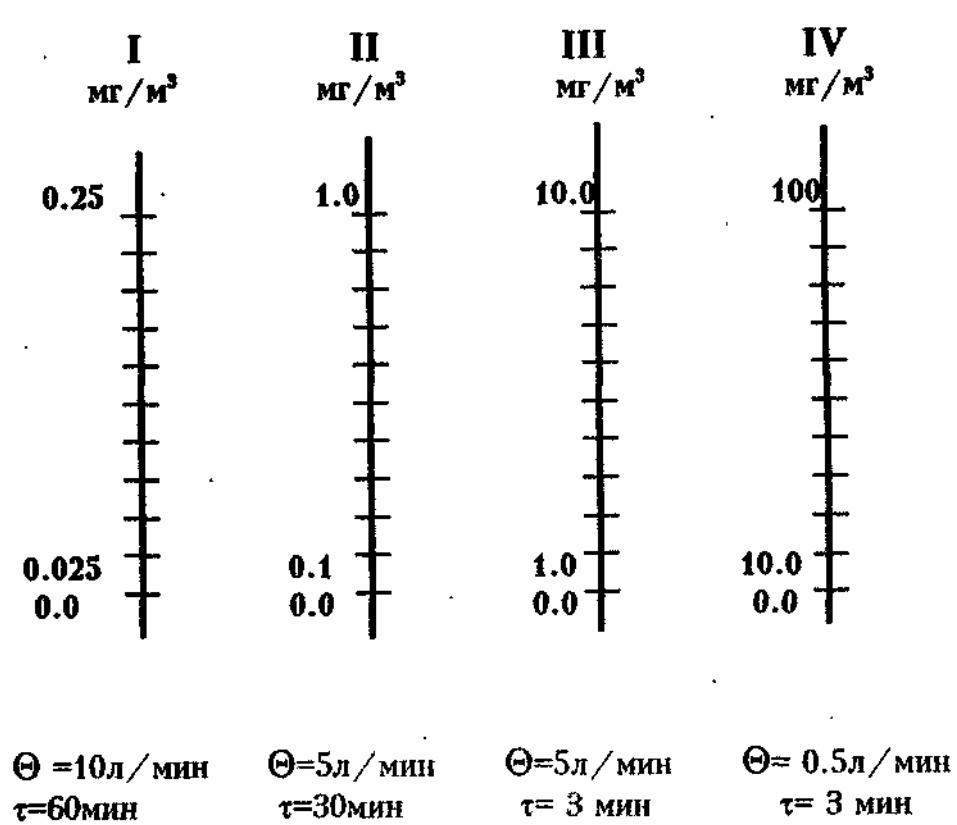
В ток водорода, взятого из баллона, вносят примесь масла КС,19 и пропускают полученную смесь через СП со скоростью 0,5 л/мин в течение 3 мин, а затем к СП присоединяли ИТ, вводили в СП 0,3 мл четыреххлористого углерода для вымывания масла и после смачивания им индикаторного наполнителя ИТ определяли концентрацию масла сопоставлением длины окрашенного слоя трубки со шкалой IV (фиг.2). Найденное значение концентрации масла составляет 13,25 мг/м³. Концентрация масла в исследуемой смеси при определении по аналитической методике составляет 15,6 мг/м³. Погрешность определений по предлагаемому способу - 15%.

Промышленное применение способа за счет пропускания анализируемой пробы газа через активный оксид алюминия, помещенный в отдельный сорбционный патрон, исключения взаимодействия агрессивной газовой среды с индикаторным наполнителем трубки, использования одной индикаторной трубки и изменения только условий отбора проб обеспечивает полную сорбцию масла и дает возможность количественно определять примесь масла в газах, в том числе в сжатых и окисляемых газовых смесях в диапазоне концентраций от 0,025 мг/м³ до 100 мг/м³ при давлении от 0,02 до 40,0 МПа, сократить время проведения анализа.

Концентрация масла в ВМС, мг/м ³	θ , л/мин	σ , мин	Шкала (рис. 2)	Концентрация масла, мг/м ³	
				определенная по предлагаемому способу	определенная по способу-прототипу
0,026	1	60	I	0,0250	—
0,5	5	30	II	0,425	—
0,1	5	30	II	1,15	0,6
4,8	5	3	III	4,2	3,5
9,6	5	3	III	8,8	—
55,0	0,5	3	IV	58,0	—
100,0	0,5	3	IV	97,5	—



Фиг.1



Фиг. 2