

ROPA NAFTOWA, GAZ ZIEMNY I PRZETWORY NAFTOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-73 0535-34
	Przetwory naftowe Oznaczanie rozpuszczalności powietrza w olejach hydraulicznych	
		Grupa katalogowa II 29

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania rozpuszczalności powietrza w olejach hydraulicznych.

1.2. Zakres stosowania metody. Metodę stosuje się do oznaczania rozpuszczalności powietrza w olejach mineralnych stosowanych jako ciecze robocze w urządzeniach hydraulicznych.

Metoda może być stosowana również do oznaczania rozpuszczalności innych gazów.

1.3. Zakres stosowania normy. Norma obowiązuje w zakresie badań kwalifikacyjnych i kontrolnych olejów stosowanych w urządzeniach hydraulicznych.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania polega na nasyceniu oleju powietrzem, a następnie wydzieleniu rozpuszczonego w oleju powietrza i określeniu jego ilości na podstawie pomiaru ciśnienia w znanej objętości.

W przypadku oznaczania rozpuszczalności innego gazu niż powietrze, olej najpierw uwalnia się od rozpuszczonych w nim gazów, a następnie nasycy się gazem, którego rozpuszczalność ma być oznaczona i dalej postępuje się analogicznie, jak w przypadku oznaczania rozpuszczalności powietrza.

2.2. Aparatura i przyrządy

2.2.1. Zestaw do nasycania oleju powietrzem (rys. 1), w skład którego wchodzi:

a) szklane naczynie cylindryczne (rys. 2), z płaszczem termostatuującym i kranami próżniowymi K1 i K2 (konstrukcja kranów wg rys. 5)

b) szklane naczynie cylindryczne 2 (rys. 3), z dnem porowatym ze spieku G3,

c) termostat 3 z ogrzewaniem elektrycznym i termoregulacją zapewniającą utrzymanie temperatury w zakresie $293 \pm 373 \text{ K}$ ($20 \pm 100^\circ\text{C}$) z dokładnością $\pm 0,5 \text{ K}$ ($\pm 0,5^\circ\text{C}$), o wymiarach umożliwiających takie zanurzenie naczynia 2, żeby poziom cieczy termostatującej był wyższy od poziomu oleju w naczyniu 2,

d) termometr rtęciowy 4, o zakresie pomiarowym $293 \pm 373 \text{ K}$ ($20 \pm 100^\circ\text{C}$), z działką elementarną co $0,5 \text{ K}$ ($0,5^\circ\text{C}$), o takiej głębokości zanurzenia, aby po umieszczeniu w naczyniu 2 zbiorniczek z rtęcią był całkowicie zanurzony w badanym oleju,

e) zbiornik sprężonego powietrza 5 z zaworem redukcyjnym $0 \pm 3,01 \text{ MN/m}^2$ ($0 \pm 30 \text{ atm}$),

f) zbiornik wyrównawczy 6, - szklana kolba kulista pojemności 5 dm^3 ,

g) kran trójdrożny 7,

h) zaworek iglicowy 8,

i) dwie płuczki 9 i 10; pojemność płuczki 500 cm^3 ,

j) wymrażarka 11, np. w kształcie próbówki z doszlifowaną nasadką.

2.2.2. Zestaw próżniowy do rozgazowania oleju i pomiaru ilości rozpuszczonego powietrza (rys. 4), w skład którego wchodzi:

a) rotacyjna pompa olejowa 15, np. typ PR-II-6 lub innego typu, umożliwiająca uzyskanie próżni końcowej rzędu 10^{-3} mmHg ,

b) zbiornik próżni wstępnej 14, np. kolba szklana kulista pojemności 5 dm^3 z przyspawanymi kranami próżniowymi K9 i K10 (konstrukcja kranów - rys. 5),

Zgłoszona przez Instytut Lotnictwa
Ustanowiona przez Zjednoczenie Przemysłu Lotniczego i Silnikowego PZL dnia 6 marca 1973 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1974 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 2/1975 poz. 4)

c) pompa dyfuzyjna 13, np. typ PDO-60 lub innego typu, umożliwiającą uzyskanie próżni końcowej $10^{-5} \div 10^{-6}$ mmHg,

d) wymrażarki 8, 11, 12, np. o konstrukcji jak na rys. 6,

e) kanał próżniowy 7, o średnicy wewnętrznej około 20 mm,

f) manometry 6, 9, 10 do pomiaru ciśnienia w układzie próżniowym np:

- manometr Mc Leoda 6, dwuzakresowy $0 \div 50$ mmHg oraz $10^{-1} \div 10^{-4}$ mmHg,

- manometr oporowy tzw. Piraniego z sondą pomiarową 9, o zakresie $1 \div 10^{-3}$ mmHg,

- manometr jarzeniowy z sondą pomiarową 10, o zakresie $10^{-3} \div 10^{-5}$ mmHg,

g) manometr 5, w postaci U-rurki o średnicy wewnętrznej około 3 mm, wysokości około 750 mm, napełnionej odgazowanym olejem silikonowym DC703 używanym do napełniania pompy dyfuzyjnej,

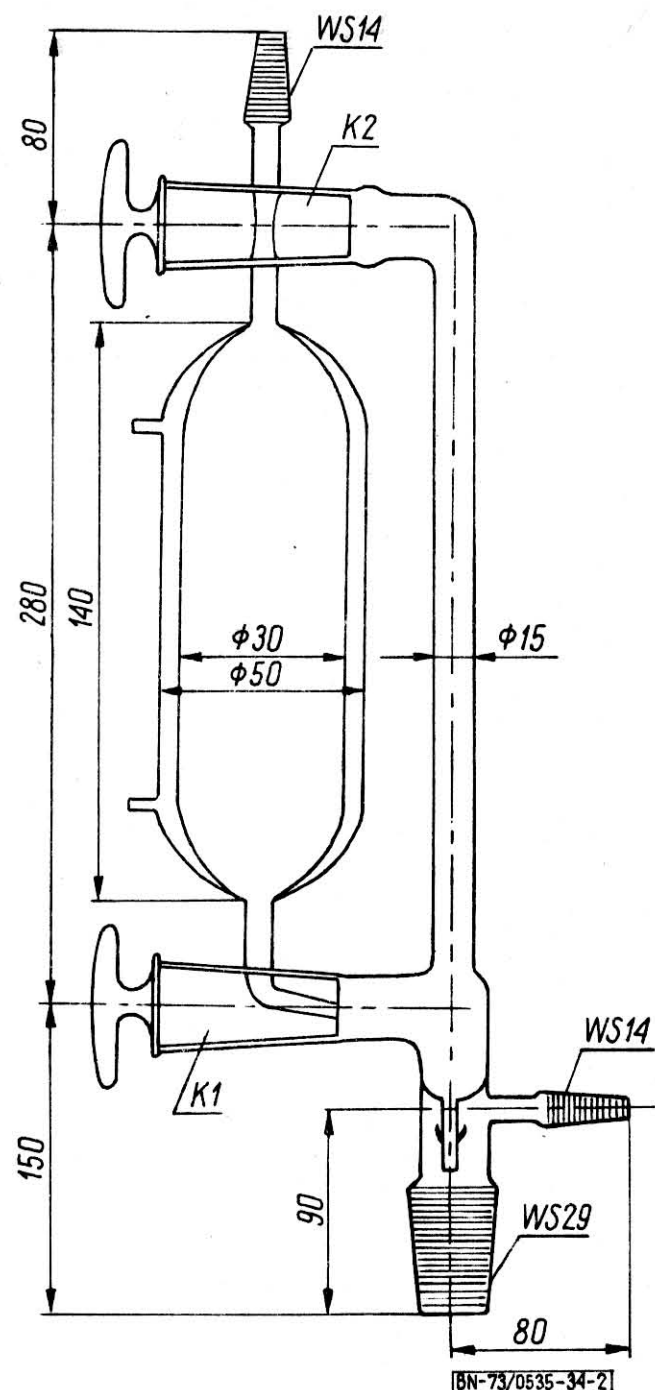
h) zbiornik próżni 3 - szklana kolba kulista pojemności 1 dm^3 ,

i) szklane naczynie cylindryczne 1 (rys. 2), z płaszczem termostatującym,

j) rurka szklana 2, o średnicy wewnętrznej około 15 mm, wypełniona spiralkami szklanymi, podwieszona na rurce wylotowej naczynia 1,

k) termometr rtęciowy 4 o zakresie pomiarowym do 373 K (100°C), z działką elementarną co 0,1 K ($0,1^\circ\text{C}$),

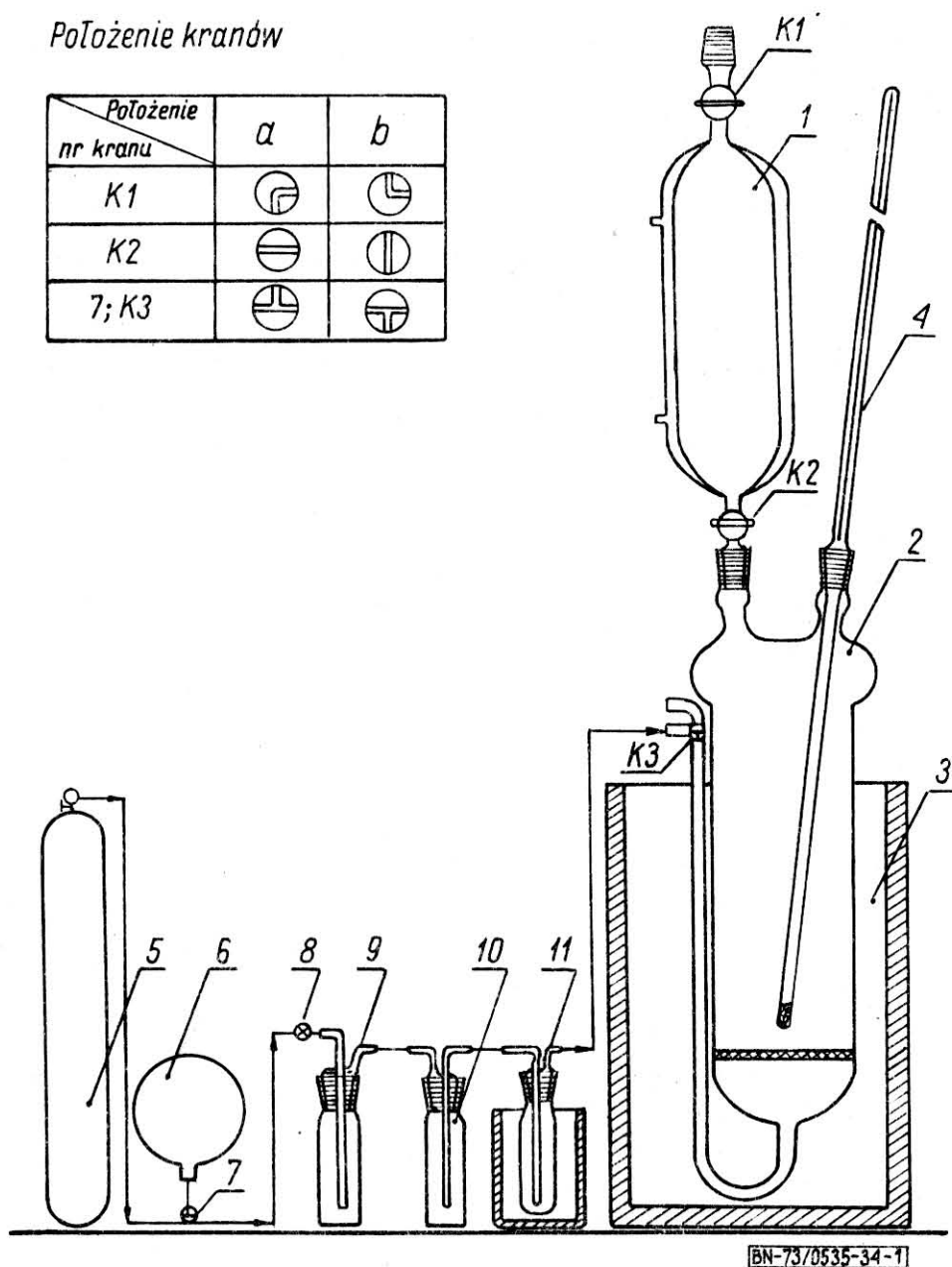
l) krany próżniowe K1 $\div$ K11, o konstrukcji pokazanej na rys. 5.



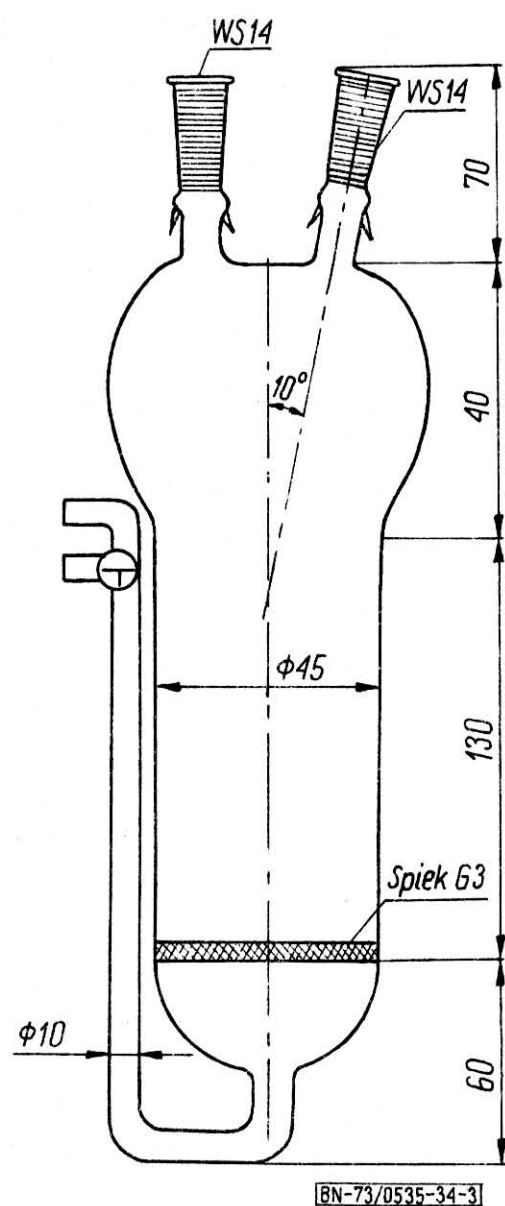
Rys. 2

Położenie krantów

Położenie nr krana	a	b
K1		
K2		
7; K3		



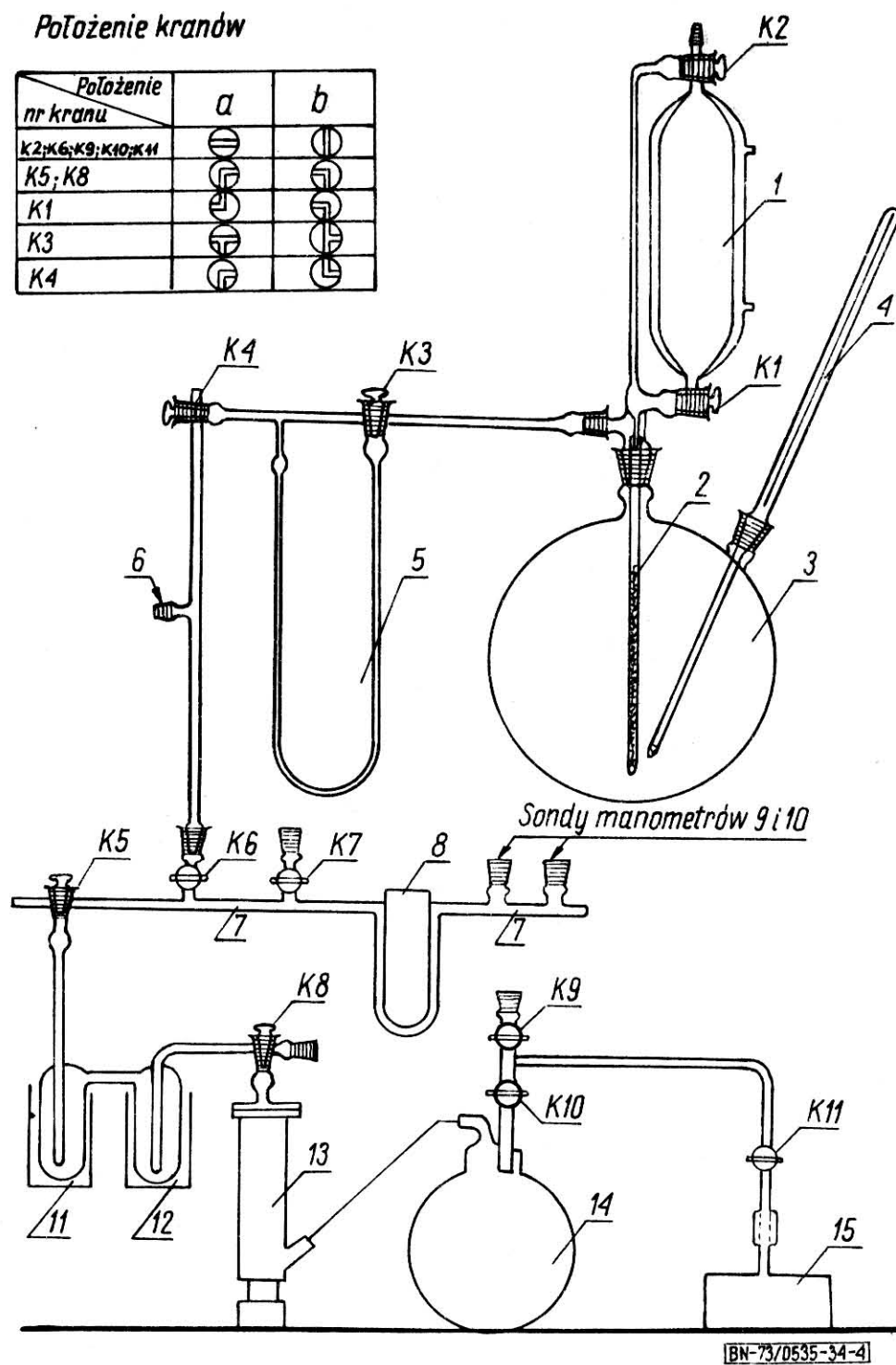
Rys. 1



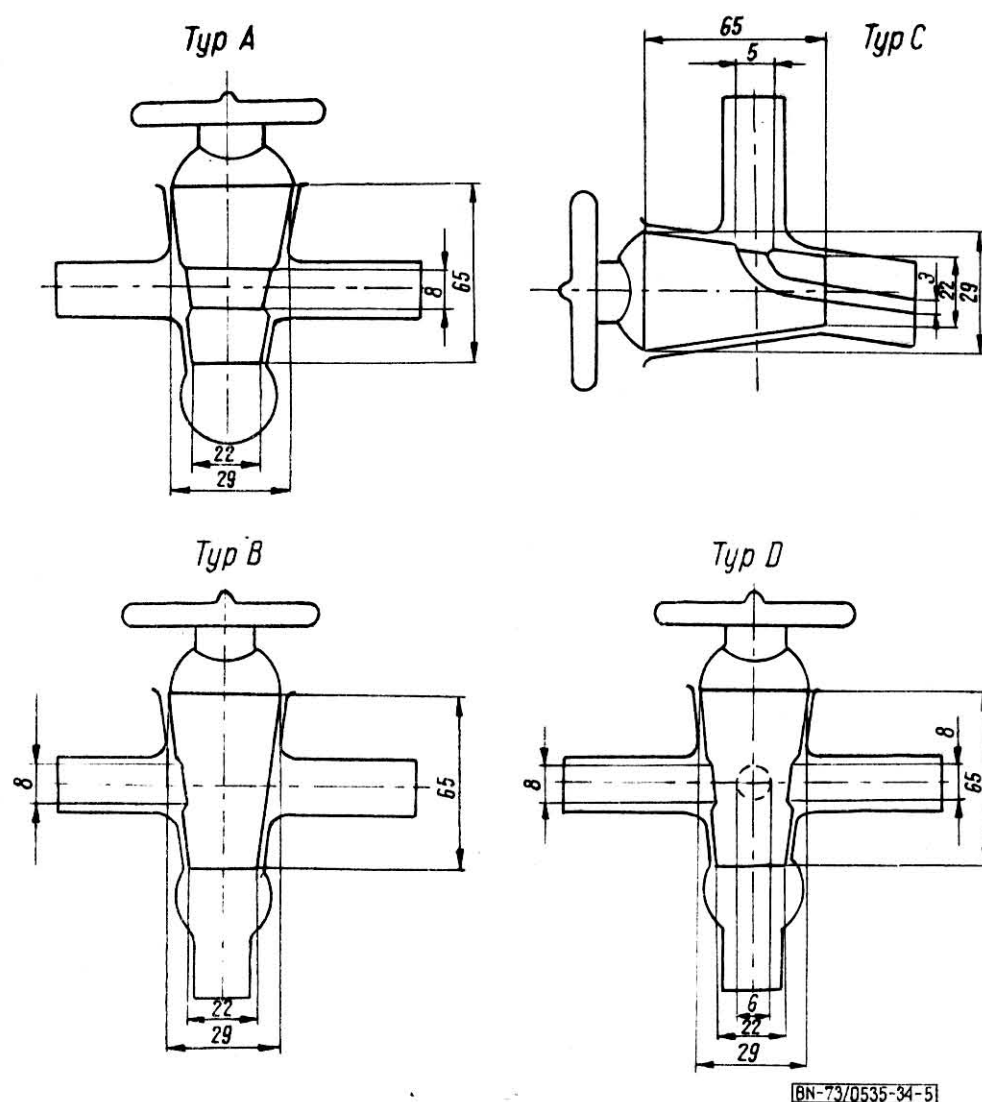
Rys. 3

Położenie kranów

Położenie nr kranu	a	b
K2; K6; K9; K10; K11		
K5; K8		
K1		
K3		
K4		

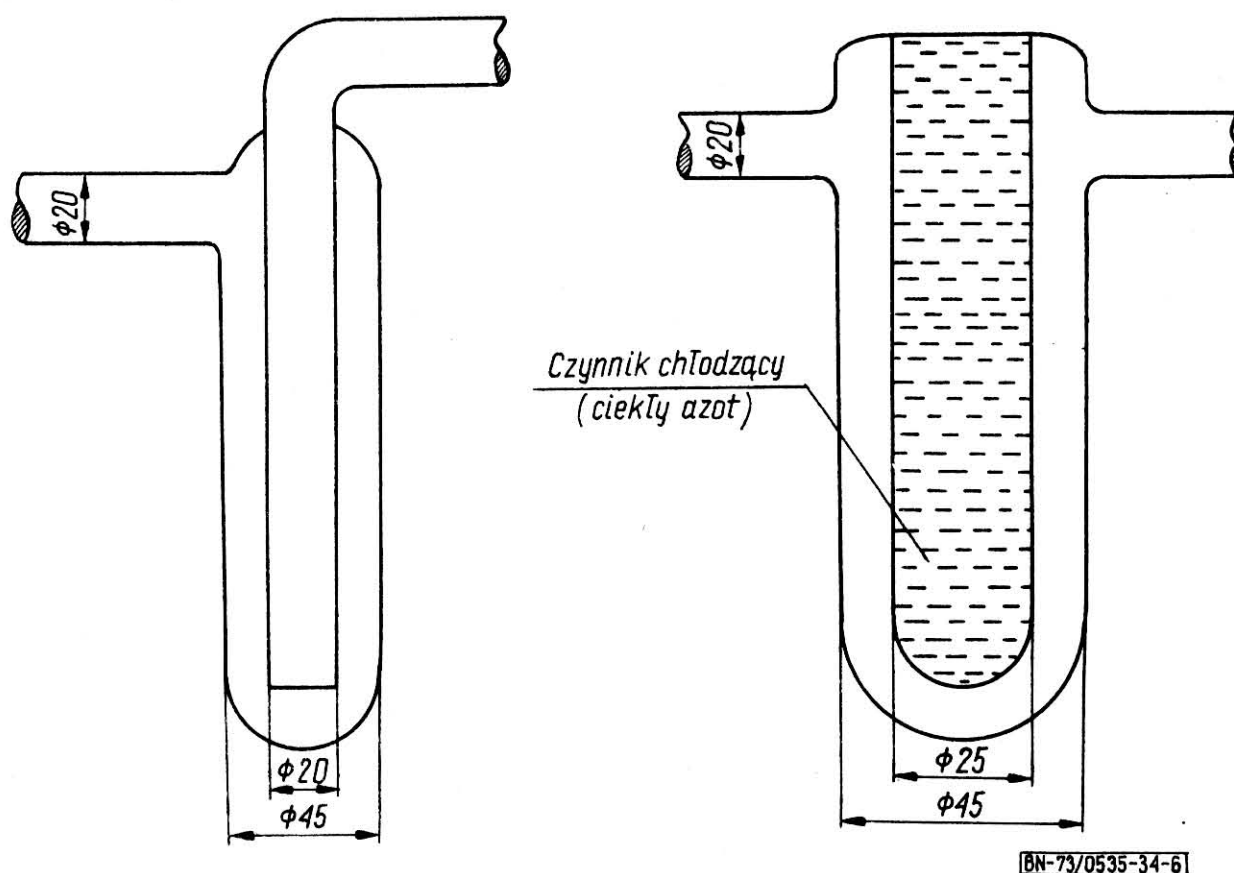


Rys. 4



Rys. 5

Typ	A	B	C	D
Nr kranu	K2, K6, K7, K9, K10, K11	K4, K5, K8	K1	K3



Rys. 6

2.2.3. Inne przyrządy i materiały

- a) Kolba szklana, kulista lub stożkowa pojemności 250 cm^3 , z doszlifowanym korkiem.
- b) Dwa naczynia na ciekły azot np. szklane naczynia Devara,
- c) Naczynie z izolacją cieplną na mieszaninę oziębiającą np. szklane naczynie Devera.
- d) Naczynie specjalne do transportu i przechowywania ciekłego azotu.
- e) Aparat do sprawdzania stanu próżni z elektrodą w postaci miotełki z cienkich drucików, np. można użyć aparat o nazwie Radiolux stosowany do masażu elektrycznego.
- f) Wodorotlenek potasowy cz., roztwór 20-procentowy do napełniania płuczki.
- g) Wapno sodowe cz.
- h) Siarczan sodowy cz. d. a. lub magnezowy cz. d. a. świeżo wyprażony.
- i) Mieszanina oziębiająca: alkohol etylowy i stały dwutlenek węgla.
- j) Ciekły azot, a w przypadku trudności zdobycia ciekłego azotu, mieszanina oziębiająca, jak podano w poz. i.
- k) Olej do napełnienia pompy rotacyjnej np. R910 lub inny, zgodny z wymaganiami instrukcji obsługi pompy rotacyjnej.
- l) Olej do napełnienia pompy dyfuzyjnej np. DC703 (Dow Corning) lub inny, umożliwiający uzyskanie próżni końcowej $10^{-5} \div 10^{-6}$ mmHg.
- m) Smary do uszczelniania szlifów i kranów, np. smar apiezonowy L, M, T.
- n) Masa uszczelniająca, np. Piceina lub masa apiezonowa.
- o) Spiralki szklane tzw. Fenskego, np. o średnicy zwoju 3 mm i grubości zwoju 0,6 mm.

2.3. Przygotowanie do oznaczania

2.3.1. Przygotowanie próbki oleju. Próbkę badanego oleju osuszyć. Przy dużej zawartości wody należy ją oddzielić przez dekantację, a następnie wytrząsać w ciągu 30 min ze świeżo wyprażonym i rozdrobnionym siarczanem sodowym lub magnezowym. Po odstaniu, próbkę zdekantować i przechowywać w szczelnie zamkniętym naczyniu.

2.3.2. Przygotowanie zestawu próżniowego. Przed przystąpieniem do pracy zapoznać się z techniką wysokiej próżni¹⁾. Zestawić układ próżniowy zgodnie ze schematem podanym na rys. 4. Elementy układu łączyć za pomocą szlifów, a tam gdzie to konieczne – za pomocą próżniowych węży gumowych. Założyć osłony i stosować środki ostrożności zgodnie z przepisami BHP podczas pracy przy próżni. Za pomocą pompy rotacyjnej wytworzyć w układzie

próżnię 10^{-2} mmHg. Obserwować wskazania manometru Mc Leoda 6 i oporowego 9. Po uzyskaniu próżni wstępnej, niezbędnej dla pracy pompy dyfuzyjnej, włączyć pompę dyfuzyjną i doprowadzić do uzyskania w układzie próżni $10^{-5} - 10^{-6}$ mmHg – odczyt ciśnienia na manometrze jarzeniowym 10. W razie stwierdzenia nieszczelności – zlokalizować nieszczelność posługując się aparatem podanym w 2.2.3e), a następnie usunąć nieszczelność.

2.3.3. Wyznaczanie objętości układu. Objętość układu, w którym będzie rozgazowywany olej oznaczyć następująco: wyznaczyć wagowo objętość V_0 naczynia 1 (rys. 4). Zestawić układ zgodnie z rys. 4; krany K2, K3 i K4 ustawić w położenie a, krany K1 i K6 – w położenie b. Za pomocą pompy rotacyjnej wytworzyć w układzie próżnię rzędu 10^{-3} mmHg. Sprawdzić szczelność układu. W tym celu, przy pracującej pompie rotacyjnej, kran K3 ustawić w położenie b i przez pewien czas obserwować poziom oleju w manometrze 5. Brak zmian w poziomie oleju w obu rurkach manometru wskazuje na zadowalającą szczelność układu. Następnie wprowadzić do układu porcję powietrza manipulując ostrożnie kranem K2, tak żeby wytworzyć w układzie ciśnienie mieszczące się w zakresie wskazań manometru olejowego 5. Kran K2 ustawić w położenie a. Po ustaleniu się poziomu oleju w manometrze 5, przy stałej temperaturze otoczenia, odczytać wskazania manometru 5, będące miarą ciśnienia p_0 panującego w tej części układu, w której badany olej będzie rozgazowywany. Kran K1 ustawić w położenie b, a następnie kran K3 ustawić w położenie a i ponownie w tej części układu wytworzyć próżnię rzędu 10^{-3} mmHg.

Po uzyskaniu próżni, kran K3 ustawić w położenie b i po sprawdzeniu szczelności kran K1 ustawić w położenie a. Po ustaleniu się poziomu oleju w manometrze 5, odczytać wskazania manometru będące miarą ciśnienia p_1 .

Dla co najmniej 3 ÷ 5 różnych wartości p_0 przeprowadzić odczyt ciśnienia p_1 postępując tak, jak wyżej podano. Następnie obliczyć w cm^3 objętość układu, w którym będzie rozgazowywany olej wg wzoru

$$V = V_0 \frac{p_0 - p_1}{p_1} \quad (1)$$

w którym:

V_0 – znana objętość naczynia 1, cm^3 ,

p_0 – ciśnienie o objętości V_0 ,

p_1 – ciśnienie w układzie o objętości $(V_0 + V)$ po wprowadzeniu znanej objętości powietrza V_0 o ciśnieniu p_0 .

Za wynik oznaczania V przyjąć średnią arytmetyczną wyników obliczonych wg wzoru (1).

2.4. Wykonanie oznaczania

2.4.1. Nasycanie oleju powietrzem. Zestawić układ zgodnie ze schematem podanym na rys. 1. Napełnić płuczki 9 i 10: płuczki 9 – 20-procentowym roztworem wodorotlenku

¹⁾ J. Groszkowski – Technologia wysokiej próżni. Warszawa, PWT 1952.

potasowego, płuczkę 10 – wapnem sodowym. Wymrażarkę 11 umieścić w mieszaninie oziębiającej. Naczynie 1, uprzednio dokładnie przemyte i osuszone, umieścić w termostacie ogrzany do żądanej temperatury i wprowadzić do naczynia 1 około 200 cm³ oleju przygotowanego zgodnie z 2.3.1. Po uzyskaniu przez olej żądanej temperatury (wartość tej temperatury odpowiada temperaturze przy jakiej ma być oznaczona rozpuszczalność powietrza) doprowadzić do przepływu powietrza przez układ, ustawiając odpowiednio krany 7, K3, K2, K1 i zaworek iglicowy 8. Za pomocą zaworka 8 ustalić przepływ powietrza w takiej ilości, żeby uzyskać dobre mieszanie oleju pęcherzykami powietrza rozdrobionymi na przegrodzie ze spieku G3. Po 15 min przepuszczania powietrza przez olej kran K1 ustawić w położenie b, kran K3 – w położenie a i następnie zamknąć dopływ powietrza. Odtłączyć od układu połączone ze sobą naczynia 1 i 2 i ustawić je w takim położeniu, aby umożliwić napełnienie naczynia 1 olejem nasyconym powietrzem znajdującym się w naczyniu 2 (naczynie 1 przez cały czas jest termostатовane – włączone w obieg termostatu 3). Po całkowitym napełnieniu naczynia 1 olejem, zamknąć kran K2 i odtłączyć naczynie 2. Naczynie 1 napełnione olejem ustawić w położeniu pionowym, tak żeby kran K2 znalazł się w górnym położeniu. Kran K2 ustawić w położenie b i do rurki znajdującej się ponad kranem K2 wprowadzić z naczynia 1 olej w takiej ilości, żeby całkowicie wypełnić olejem rurkę ponad kranem K2. Po pewnym czasie, po wydzieleniu się z oleju zawieszonych w nim pęcherzyków powietrza, co stwierdza się wizualnie obserwując olej w naczyniu 1 w świetle przechodzącym, zamknąć kran K2, ustawiając go w położenie a.

(W zależności od lepkości oleju, na wydzielenie pęcherzyków powietrza trzeba 0,5 ÷ 2 h. Przez cały czas naczynie 1 musi być termostатовane).

2.4.2. Rozgazowanie oleju i pomiar ilości rozpuszczonego powietrza. Termostатовane naczynie 1 z olejem nasyconym powietrzem przygotowanym zgodnie z 2.4.1 połączyć z układem próżniowym, tak jak pokazano na rys. 4. Na rurce odprowadzającej, znajdującej się pod kranem K1, podwiesić rurkę napełnioną spiralkami szklanymi i dołączyć zbiornik 3. Krany próżniowe ustawić w następujące położenia: kran K3, K4, K5, K9 – położenie a; kran K6, K8, K10, K11 – położenie b. Wytworzyć w układzie próżnię rzędu 10⁻⁵ mmHg. Sprawdzić szczelność układu. Po uzyskaniu żądanej próżni, przy pracującej pompie dyfuzyjnej; kran K3 ustawić w położenie b, a następnie ostrożnie manipulując kranem K1 wprowadzać małymi porcjami olej z naczynia 1 do przestrzeni próżniowej. Po rozgazowaniu całej ilości oleju, kran K1 ustawić w położenie a i po ustaleniu się temperatury w przestrzeni rozgazowania i ustaleniu się

wskazań manometru 5, odczytać wskazania manometru 5 i termometru 4.

Obliczyć w mmHg ciśnienie P (panujące w układzie po rozgazowaniu badanego oleju) wydzielonego (zdesorbowanego) powietrza wg wzoru

$$P = H \cdot \frac{\rho}{\rho_r} \quad (2)$$

w którym:

H – odczytane wskazania manometru olejowego, mm słupa oleju,

ρ – gęstość oleju (cieczy manometrycznej) przy temperaturze otoczenia t_0 °C w czasie odczytu wskazań manometru, g · cm⁻³,

ρ_r – gęstość rtęci przy temperaturze t_0 °C, g · cm⁻³.

Objętość wydzielonego (zdesorbowanego) powietrza V_g odniesioną do warunków normalnych obliczyć w cm³ wg wzoru

$$V_g = V \cdot \frac{P}{760} \cdot \frac{273,2}{273,2 + t} \quad (3)$$

w którym:

V – objętość układu, cm³, wyznaczona zgodnie z 2.3.3,

P – ciśnienie panujące w układzie o objętości V , po rozgazowaniu badanego oleju, obliczone wg wzoru (2), mmHg,

t – temperatura panująca w układzie o objętości V , po rozgazowaniu badanego oleju, °C (wskazania termometru 4).

Rozpuszczalność powietrza w temperaturze pomiaru (temperatura nasycenia) wyrazić w postaci współczynnika absorpcji Bunsena α lub współczynnika rozpuszczalności Ostwalda L

$$\alpha = \frac{V_g}{V_c} \cdot \frac{760}{P} \quad (4)$$

lub

$$L = \alpha \cdot \frac{T}{273,2} \quad (5)$$

gdzie:

V_g – objętość wydzielonego powietrza obliczona wg wzoru (3), cm³,

V_c – objętość oleju poddanego rozgazowaniu, objętość naczynia 1, cm³,

P – ciśnienie, przy którym nasycono olej powietrzem. (ciśnienie barometryczne), mmHg,

T – temperatura bezwzględna, przy której olej nasycono powietrzem, K.

2.5. Wyniki. Za wynik oznaczenia w danej temperaturze Bunsena α uzyskanych z co najmniej trzech pomiarów nie przyjąć średnią arytmetyczną współczynników absorpcji różniących się między sobą więcej niż o $\pm 3\%$.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Instytut Lotnictwa ,
Warszawa.

2. Uwagi do wydania II. Wydanie II bez zmian. Poprawiono oczywiste błędy.