С С С Р

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

ГАЗЫ, КРИОПРОДУКТЫ, ВОДА

Методы определения содержания минеральных масел.

ОСТ 26-04-2574 80

Издание официальное

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН НПО "КРИОГЕНМАШ"

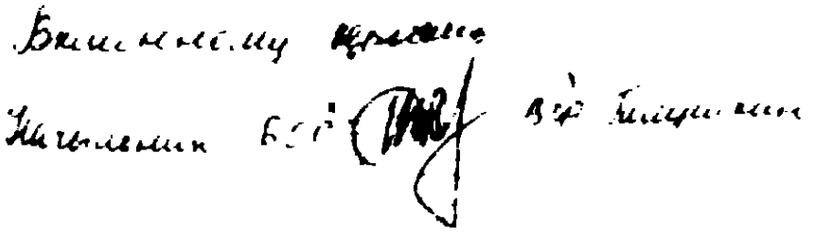
СОГЛАСОВАН ГИПРОКИСЛОРОДМАШ

ЦК ПРОФСОЮЗА РАБОЧИХ ХИМИЧЕСКОЙ

И НЕФТЕХИМИЧЕСКОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

МИНЗДРАВ РСФСР

УТВЕРЖДЕН НПО "СОЮЗКРИОГЕНМАШ"



СОГЛАСОВАНО
ГИПРОКИСЛОРОД
Директор
К.И. [illegible]
"11" [illegible] 1980г.

УТВЕРЖДЕНО
МХиНМ
Нач. ВПО "Союзкриогенмаш"
[illegible] Куртанин
"28" XI 1980г.

УДК 543.383+661.91:543.383 Группа Л19

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

ГАЗЫ, КРИОПРОДУКТЫ, ВОДА

Методы определения содержания минеральных масел

ОСТ 26-04-2574-80
взамен РТМ 26-04-35-73

Приказом МХиНМ ВПО "Союзкриогенмаш"

от 22 декабря 1980 г № 109 срок введения установлен

с 01 июля 1981г.

Настоящий стандарт устанавливает методы определения содержания минеральных масел:

в газах в интервале давлений от 0,1 до 40 МПа (от 1 до 400 кгс/см^2);

в жидком кислороде, азоте и в других конденсированных продуктах разделения воздуха;

в воде, используемой для технический целей;

Стандарт устанавливает следующие методы определения содержания масел в различных средах:

нефелометрический;

люминесцентный;

инфракрасный;

весовой.

81 01.19 8182530

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

I. МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ, АППАРАТУРА И ПОСУДА

I.I. Материалы и реактивы:

углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288-74, "чистый" или "чистый для анализа", - дополнительно перегнанный;

хладон II3 (фреон II3) по ГОСТ 23844-79;

кислород жидкий технический и медицинский по ГОСТ 6331-78;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

кислота уксусная по ГОСТ 61-75;

эфир этиловый;

сургуч почтовый по ТУ I3-226-75;

масло минеральное, присутствие которого возможно в анализируемой среде;

латекс полистирола * по ТУ 6-95III-233-78;

I.2. Аппаратура и посуда:

Прибор для люминисцентного анализа;

лабораторный электронный флуорометр ЭФ-3МА, или

люминесцентный компаратор ЛК-I, или

аппарат "Модель 833";

Прибор для инфракрасного анализа:

анализатор ЛИМ-I0 или

фотометрический лабораторный анализатор "Донец";

аспиратор для отбора проб воздуха, "Модель 822" по ТУ 64-I-862-77;

весы лабораторные рычажные, ВЛА-200, г-М по ГОСТ I949I-74;

счетчик газовый барабанный (с жидкостным затвором) типа ГСБ-400 по ТУ 25-04-226I-75;

ротаметр РМ.063 ГУЗ (РС) по ГОСТ I3045-67;

---

*Латекс полистирола является полупродуктом полимеризации стирола. Концентрация латекса непостоянна. Латекс полистирола должен храниться при температуре от +I0 до +20°С. Срок хранения составляет 6 месяцев. Он рассылается в весенне-осеннее время НПО Криогенмаш по запросам организаций.

пробоотборник, чертеж КВ 29201.000 (см. справочное приложение 4);

пробоотборник, чертеж 3108-079-080 (см. справочное приложение 4);

пробоотборник, чертеж 10351, сб 1. (см. справочное приложение 3;4)

прибор поглотительный (см. справочное приложение 2);

фильтры фетровые изготовленные из войлока технического тонкошерстного по ГОСТ 288-72 диаметром 25 мм, толщиной 4 мм;

фильтры аэрозольные АФА-В-18 или АФА-ВП-20 по ТУ 95-7186-76;

холодильники стеклянные лабораторные по ГОСТ 9499-70 на шлифах;

колбы мерные по ГОСТ 1770-74 вместимостью 100; 200; 250 $см^3$;

колбы лабораторные стеклянные по ГОСТ 10394-72 вместимостью 1000 $см^3$;

микробюретки по ГОСТ 20292-74 вместимостью 1;5; 10 $см^3$;

пипетки по ГОСТ 20292-74 вместимостью 1;2;10 $см^3$ с делениями;

пробирки стеклянные по ГОСТ 10515-75 из бесцветного стекла высотой 150 мм внутренним диаметром 15 мм;

стаканы лабораторные по ГОСТ 10394-72 вместимостью 50; 100 $см^3$;

цилиндры измерительные по ГОСТ 1770-74 вместимостью 100 $см^3$;

воронки стеклянные по ГОСТ 8613-75;

чашки фарфоровые по ГОСТ 9147-72 вместимостью 100 $см^3$;

эксикатор по ГОСТ 6371-73;

ящик размером 20х20х20 см со шлаковой ватой;

часы песочные по ГОСТ 10576-74 на 5 мин.;

груша резиновая;

пинцет медицинский по ГОСТ 21241-77.

1.2.1. Перечень предприятий-разработчиков (изготовителей) технической документации и лабораторной аппаратуры приведен в Справочном приложении 4.

2. ОТБОР И КОНТРОЛЬ МИНЕРАЛЬНЫХ МАСЕЛ В ГАЗАХ

2.1. Общие положения

2.1.1. Для отбора пробы капельного масла используются пробоотборники с фетровыми и аэрозольными фильтрами.

2.1.2. Для отбора пробы капельного и парового масла используются поглотительные приборы, заполненные четыреххлористым углеродом или пробоотборник чертеж [illegible]- сб.1.

2.1.3. Контроль масла осуществляется следующими методами:

нефелометрическим;

люминесцентным;

инфракрасным;

весовым.

2.1.4. Чувствительность указанных выше методов (X^{I}_{min}, мг/м^3) рассчитывается по формуле:

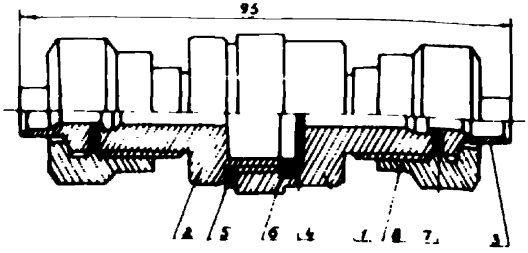
$$X^{I}_{min} = \frac{\delta_{min.} \cdot 1000}{V_o} \qquad (I)$$

где δ_{min} – минимальная масса масла, определяемая на приборе, мг (Справочное приложение I);

V_o – объем газа, взятый для анализа, приведенный к нормальным условиям по ГОСТ 2939-63, дм^3.

2.2. Отбор пробы капельного масла пробоотборником черт. КВ 29201.000 с фетровыми фильтрами

2.2.1. Метод применяется для определения содержания капельного масла в газах при давлении до 20 МПа (200 кгс/см^2).

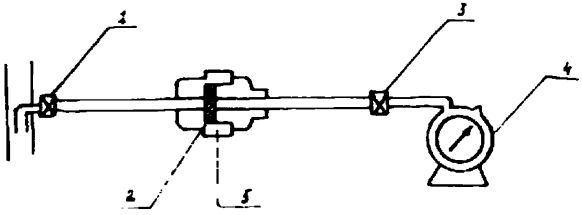


I - корпус; 2 - штуцер; 3 - ниппель; 4 - фильтр фетровый (3 шт); 5,6,7 - прокладки; 8 - гайка накидная.

Черт. I.

2.2.2. Пробоотборник, приведенный на черт. I, с тремя предварительно обезжиренными и проверенными на полноту обезжиривания фетровыми фильтрами (4), присоединяют по схеме, приведенной на черт. 2, к запорному вентилю (1). Микровентилем (3) по показаниям газового счетчика (4) устанавливают скорость газа в пробоотборном трубопроводе. При этом сечение пробоотборного трубопровода должно быть таким, чтобы скорость газа в нем была равна скорости анализируемого газа в магистрали и не превышала 20-25 дм^3/мин. Расход газа допускается измерять ротаметром РМ.063.ГУЗ (РС-3). На анализ отбирают таким образом от I до I0 м^3 газа.

2.2.3. При измерении расхода газа более 400 дм^3/мин с помощью счетчика ГСБ-400, в систему следует подсоединять параллельно несколько счетчиков.



2 - вентиль запорный; 2 - фильтр фетровый по ГОСТ 288-72;
3 - микровентиль; 4 - счетчик газовый ГСБ-400 по ТУ 25_04-2261-75;
5 - пробоотборник КВ 29201.000

Черт. 2.

2.2.4. После окончания отбора, запорный вентиль (I) закрывают, извлекают фильтры из пробоотборника с помощью пинцета и определяют количество масла на каждом фильтре.

2.2.5. Проведение анализа и обработка результатов

2.2.5.I. Для определения масла на фильтрах, каждый фильтр отдельно помещают в фарфоровую чашку или стакан и обмывают 2-3 раза четыреххлористым углеродом или хладоном II3, используя по I0 $см^3$ растворителя для каждой промывки, или эфиром (4;3 и 3 $см^3$, всего I0 $см^3$) до полного растворения масла удержанного фильтром.

2.2.5.2. Каждую порцию хладона II3 или четыреххлористого углерода анализируют отдельно люминесцентным методом в соответствии с подразделом 5.2. Результаты анализов суммируют. Кроме того, четыреххлористый углерод можно анализировать инфракрасным методом в соответствии с подразделом 5.3. Пробы эфира анализируют нефелометрическим методом. Для этого эфир, слитый в аналитную пробирку, испаряют на водяной бане при температуре 40±I °С, не допуская бурного кипения, до остатка, равного 0,5 $см^3$, добавляют 2 $см^3$ уксусной кислоты, 5 $см^3$ дистиллированной воды и определяют содержание масла в соответствии с подразделом 5.I. Результаты анализов суммируют.

2.2.5.3. Массовую концентрацию масла в сжатых газах (X, $мг/м^3$)

рассчитывают по формуле:

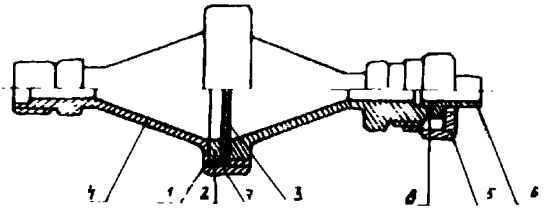
$$X = \frac{g \cdot 1000}{V_0} \qquad (2)$$

где g – масса масла в растворителе, слитом после обезжиривания фильтров, мг;

V_0 – объем газа, взятый из анализа, приведенный к нормальным условиям по ГОСТ 2939-63, $дм^3$.

2.3. Отбор пробы капельного масла с использованием аэрозольных аналитических фильтров АФА-В-18 или АФА-ВП-2С

2.3.1. Метод применяется для определения содержания капельного масла в газах при давлении до 0,6 МПа (6 кгс/$см^2$) и температуре до 60°С.



1 – корпус; 2 – кольцо прижимное; 3 фильтр по ТУ 95-7186-76;
4 – крышка резьбовая; 5 – гайка накидная; 6 – ниппель;
7;8 – прокладки

Черт. 3.

2.3.2. Пробоотборник, черт. 3108-079-080, приведенный на черт. 3, с пятью фильтрами, подготовленными в соответствии с подразделом 5.4., присоединяют к запорному вентилю, с помощью которого регулируют расход газа. Скорость потока измеряют газовым счетчиком ГСБ-400, установленным на выходе газа из пробоотборника, см.п.п.2.2.3

2.3.3. Вместо газового счетчика ГСБ-400 допускается использовать ротаметр Рм.063.ГУ3 (РС-3). Расход газа рассчитывают исходя из скорости газа и времени отбора пробы. Скорость газа в пробоотбор-

ном трубопроводе должна быть равной скорости газа в анализируемой магистрали, но не должна превышать 100 дм^3/мин. При скорости от 30 дм^3/мин и более, в патрон за фильтрами устанавливают опорную сетку.

2.3.4. После отбора пробы содержание масла на фильтрах анализируют согласно подраздела 5.4.

2.3.5. Обработка результатов

2.3.5.1. Массовую концентрацию масла (X мг/м^3) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{\sum_{1}^{n}(C_2 - C_1) \cdot 1000}{V_0}, \qquad (3)$$

где C_1, C_2 - масса аэрозольного фильтра до и после анализа, мг;

V_0 - объем газа, взятый для анализа, приведенный к нормальным условиям по ГОСТ 2939-63, дм^3;

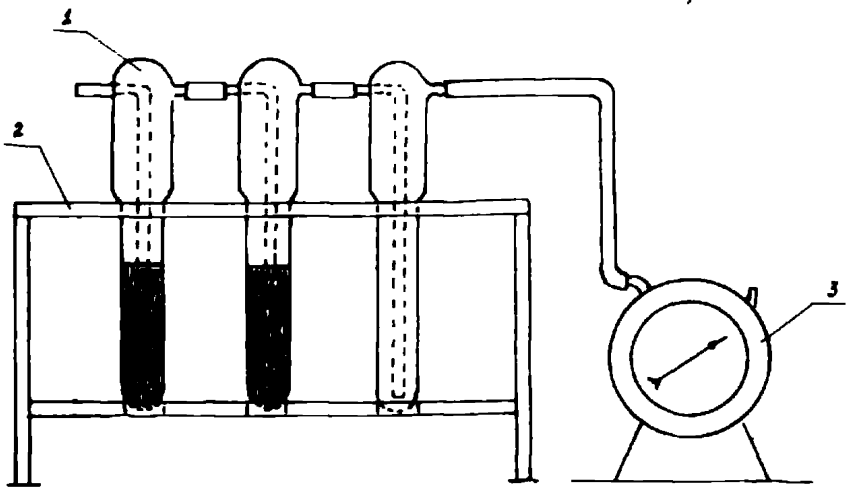
n - количество аэрозольных фильтров.

2.4. Отбор пробы капельного и парового масла с помощью поглотителей, заполненных четыреххлористым углеродом

2.4.1. Метод применяется для определения капель и паров масла в газах при небольшом избыточном давлении до 0,05 МПа (0,5 кгс/см^2).

2.4.2. Определение содержания масла в газах указанным методом основано на поглощении капель и паров масла из потока газа четыреххлористым углеродом и последующим определением в нем масла люминесцентным, нефелометрическим или инфракрасным методами.

2.4.3. Отбор пробы производят следующим образом: 100 дм^3 исследуемого газа со скоростью 30 дм^3/час пропускают через три поглотительных прибора, приведенных на черт. 4, два из которых содержат по 30 см^3 четыреххлористого углерода, третий сосуд - порожний.



I – прибор поглотительный – 3 шт.; 2 – штатив; 3 – счетчик газовый, ГСБ-400 по ТУ 25-04-2261-75

Черт. 4.

Скорость газа в пробоотборном трубопроводе должна быть равной скорости газа в анализируемой магистрали. Объем газа, пропущенный через поглотители, измеряют газовым счетчиком ГСБ-400, установленным на выходе газа из поглотителя, см. п. 2.2.3. При этом необходимо объем растворителя в поглотительных сосудах поддерживать равным 30 $см^3$, добавляя свежий растворитель.

2.4.4. Проведение анализа и обработка результатов

2.4.4.1. После окончания отбора газа, объем растворителя в поглотителях снова доводится до 30 $см^3$. Затем сливают растворитель из каждого поглотителя в один стакан, испаряют до остаточного объема 10 $см^3$ и определяют в нем масло люминесцентным методом в соответствии с подразделом 5.2.

2.4.4.2. При определении масла инфракрасным методом, в соответствии с подразделом 5.3., испарять растворитель не следует, т.к. на анализ используют 50 $см^3$ растворителя.

2.4.4.3. Массовую концентрацию масла рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{\beta \cdot 1000}{V_o}, \qquad (4)$$

где β - масса масла в мг в 10 $см^3$ растворителя;

V_o - объем газа, взятый для анализа, приведенный к номальным условиям по ГОСТ 2939-63, $дм^3$.

2.4.4.4. При определении содержания масла в поглотителях нефелометрическим методом растворитель, слитый из всех поглотителей в общую ёмкость, выпаривают полностью. Метод анализа показан в подразделе 5.1.

2.4.4.5. Содержание масла в этом случае рассчитывают по формуле (4) п. 2.5.6.3, где β - масса масла, соответствующая эталону нефелометрической шкалы.

2.5. Отбор капельного и парового масла с помощью пробоотборника черт. 10351, сб.1

2.5.1. Метод применяется для определения капель и паров масла в сжатых газах при давлениях от 0,3 до 40 МПа (от 3 до 400 $кгс/см^2$)

2.5.2. Отбор пробы газа осуществляется пробоотборником, см. справочное приложение 3.

2.5.3. Анализируемый газ пропускается через пробоотборник; при этом примеси масла осаждаются в охлаждаемой камере и в фильтре тонкой очистки. Масло, осажденное в пробоотборнике, смывается четыреххлористым углеродом, который анализируют на содержание масла люминесцентным или инфракрасным методами, см. подразделы 5.2. и 5.3. Отбор и определение масла следует проводить по инструкции, прилагаемой к чертежам пробоотборника 10351, сб.1.

3. ОТБОР И КОНТРОЛЬ МАСЛА В ЖИДКОМ КИСЛОРОДЕ АЗОТЕ И ДРУГИХ КРИОПРОДУКТАХ

3.1. Отбор пробы

3.1.1. Для анализа жидкого кислорода на содержание минерального масла необходимо отобрать в сухую чистую литровую широкогорлую колбу I $дм^3$ жидкого кислорода (или др. криопродукт). Колбу поместить в ящик со шлаковой ватой. Перед отбором пробы слить через анализный вентиль объем жидкости, равный пяти объемам анализной линии, но не менее I–2 $дм^3$ анализируемой жидкости.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Колбу с жидкостью вынуть из шлаковой ваты и поставить на стол для испарения за счет тепла окружающего воздуха. После испарения жидкости из колбы, содержание масла в колбе определить нефелометрическим или люминесцентным методом.

3.2.2. При анализе нефелометрическим методом необходимо влить в колбу 2 $см^3$ эфира и быстро, пока эфир не испарился, смыть дно и стенки колбы. Затем в колбу следует влить последовательно 2 $см^3$ уксусной кислоты и 5 $см^3$ дистиллированной воды и все содержимое колбы вылить в анализную пробирку. Через 5 минут сравнить мутность эмульсии в анализной пробирке с мутностью эталонов нефелометрической шкалы в соответствии с подразделом 5.1. табл. 2, определив таким образом содержание масла.

3.2.3. При анализе люминесцентным методом необходимо влить в колбу I0 $см^3$ перегнанного растворителя: четыреххлористого углерода или хладона II3, тщательно смыть дно и стенки колбы. Полученный раствор перелить в анализную пробирку или кювету люминесцентного прибора и определить содержание масла по методу, указанному в подразделе 5.2.

4. ОТБОР И КОНТРОЛЬ МАСЛА В ВОДЕ

4.1. Пробу воды отобрать в чистую, сухую, обезжиренную колбу или стакан в количестве 0,5 $дм^3$. Влить в делительную воронку 200$см^3$ воды и 20 $см^3$ чистого растворителя, закрыть воронку пробкой и энергично взбалтывать в течение 3–5 минут. Укрепить делительную воронку в лабораторный штатив и через 20–30 минут слить нижний слой в сухой обезжиренный стакан или колбу. Влить в анализную пробирку или кювету люминесцентного прибора 10 $см^3$ слитого растворителя и определить в нем содержание масла в соответствии с подразделом 5.2. Повторить экстрагирование масла чистым растворителем 1–2 раза. Экстрагирование считается полным, если в растворителе, слитом после повторного экстрагирования, присутствие масла не обнаруживается люминесцентным прибором. Каждая порция слитого растворителя анализируется отдельно

4.2. Массовую концентрацию масла в воде (X, $мг/дм^3$), суммируя результаты анализов каждой порции растворителя, следует рассчитать по формуле:

$$X = 10 \sum_{1}^{n} g, \qquad (5)$$

где n – количество определений,

g – масса масла в 10 $см^3$ растворителя, мг.

5. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

5.1. Нефелометрический метод.

5.1.1. Общие положения.

5.1.1.1. Нефелометрический метод основан на образовании эмульсии при добавлении воды к раствору масла в смеси эфира с уксусной кислотой. Степень помутнения смеси определяется путем сравнения с эталонными растворами искусственной нефелометрической шкалы (табл. 2), т.к. масляная нефелометрическая шкала неустойчива.

5.1.1.1. Количество масла в эмульсии характеризуется интенсивностью отражения света от частиц, находящихся во взвешенном состоянии. Сравнение взвешенных частиц производится с помощью стандартных эталонов мутности, соответствующих определенному содержанию погонов масла. При этом используют искусственную шкалу мутности, приготовленную из растворов латекса полистирола. Мутность эталонов этой шкалы соответствует мутности эталонов масляной шкалы (см.табл. I). Метод не специфичен, т.к. определению масла мешают другие углеводороды. Относительная погрешность метода порядка 50%.

5.1.2. Приготовление масляной шкалы для нефелометрического метода

5.1.2.1. Для приготовления шкалы необходимо использовать масло присутствие которого наиболее вероятно на контролируемом изделии, в растворителе или в анализируемом продукте.

5.1.2.2. 100 мг масла взвешивают в бюксе или стаканчике на аналитических весах. Масло растворяют в 25 $см^3$ этилового эфира, переливают в чистую сухую мерную колбу емкостью 100 $см^3$ и доводят раствор до метки ледяной уксусной кислотой. В 1 $см^3$ полученного таким образом раствора масла в эфирно-уксуснокислой смеси содержится 1 мг масла.

5.1.2.3. Из полученного эфирно-уксуснокислого раствора масла, уксусной кислоты и дистиллированной воды готовится образцовая шкала, состоящая из 8 пробирок масляной эмульсии с содержанием масла от 0,0125 мг до 0,8 мг в 7 $см^3$ эмульсии (см. табл. I).

Таблица I

Шкала эталонных растворов масла для нефелометрического анализа

Характеристика эталонных растворов	Номера эталонных растворов								
	0	I	2	3	4	5	6	7	8
Эфирно-уксуснокислый раствор масла, $см^3$	0	0,0125	0,025	0,05	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8
Уксусная кислота, $см^3$	2	2	2	1,95	1,9	1,8	1,6	1,4	1,2
Дистиллированная вода, $см^3$	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Мутность соответствует содержанию масла, мг	0	0,0125	0,025	0,05	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8

5.I.2.4. Эталоны следует готовить в пронумерованных пробирках. В 6, 7 и 8-ю пробирки масляной шкалы, с помощью микропипетки наливают соответственно 0,4; 0,6 и 0,8 $см^3$ эфирно-уксуснокислого раствора масла, затем добавляют уксусную кислоту и воду. Эталоны от 5 до I готовят последовательным разбавлением предыдущего более концентрированного эталонного раствора. Для приготовления эталонного раствора 5 отбирают 3,5 $см^3$ эталонного раствора 6 и добавляют к нему 3,5 $см^3$ водного раствора уксусной кислоты, приготовленного из 2-х $см^3$ уксусной кислоты и 5 $см^3$ воды. Аналогично готовят эталонные растворы 4-I (раствор 4 из раствора 5 и т.д.).

5.I.2.5. Эмульсия, образованная эфирно-уксуснокислым раствором масла в дистиллированной воде, неустойчива и со временем мутность пропадает. Поэтому для работы следует пользоваться более устойчивой искусственной шкалой, приготовленной из латекса полистирола. Искусственная шкала из латекса полистирола готовится путем подгонки мутности растворов под образцовую масляную шкалу.

5.1.3. Приготовление искусственной нефелометрической шкалы из латекса полистирола

5.1.3.1. Для приготовления искусственной нефелометрической шкалы следует применять латекс полистирола, представляющий собой промежуточный продукт полимеризации стирола.
Латекс полистирола-жидкость, внешне похожая на молоко, вырабатывается как полупродукт для производства пластмасс (НПО Пластмасс г. Кусково).

Концентрация латекса полистирола не является постоянной, поэтому полученный латекс полистирола необходимо каждый раз подгонять под масляную шкалу.*

5.1.3.2. Подгонка искусственной шкалы из латекса полистирола под масляную шкалу сводится к подгонке трех растворов:

а) стандартного раствора латекса полистирола № 1. Растворяется 0,2 см^3 латекса полистирола в 250 см^3 дистиллированной воды. Этот раствор по степени мутности должен соответствовать масляной шкале, содержащей 0,4 мг масла в 7 см^3 эмульсии, т.е. соответствовать 6-му эталону масляной шкалы. Если мутность раствора в пробирке с латексной эмульсией не совпадает с масляной эмульсией, то готовится новый раствор с увеличенным или уменьшенным количеством латекса полистирола;

б) стандартного раствора латекса полистирола № 2. Растворяется 0,24 см^3 латекса полистирола в 200 см^3 дистиллированной воды. Раствор по степени мутности должен соответствовать масляной шкале, содержащей 0,6 мг масла в 7 см^3 эмульсии, т.е. соответствовать 7-му эталону масляной шкалы;

---

* Латекс, приобретенный в НПО Кристенмаш, может быть использован для приготовления нефелометрической шкалы эталонов без предварительной подгонки под масляную шкалу. Срок годности латекса 6 месяцев.

в) стандартного раствора латекса полистирола № 3 Растворяется 0,32 $см^3$ латекса полистирола в 200 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор по степени мутности должен соответствовать масляной шкале, содержащей 0,8 мг масла в 7 $см^3$ эмульсии, т.е. соответствовать 8-му эталону шкалы.

5.I.3.3. Из стандартных растворов латекса полистирола готовится искусственная нефелометрическая шкала (см. табл.2). Срок годности шкалы 3 месяца. Пробирки следует закрывать резиновыми пробками и заливать менделеевской замазкой или сургучем.

Таблица 2

Шкала эталонных растворов латекса полистирола для нефелометрического анализа

Характеристика эталонных растворов	Номера эталонных растворов								
	0	I	2	3	4	5	6	7	8
Стандартный раствор латекса полистирола № I, $см^3$	0	0,25	0,5	I	2	4	8	0	0
Вода дистиллированная, $см^3$	8	7,75	7,5	7	6	4	0	0	0
Стандартный раствор латекса полистирола № 2, $см^3$	0	0	0	0	0	0	0	8	0
Стандартный раствор латекса полистирола № 3, $см^3$	0	0	0	0	0	0	0	0	8
Мутность соответствует содержанию масла, мг	0	0,I25	0,025	0,05	0,I	0,2	0,4	0,6	0,8

5.2. Люминесцентный метод

5.2.I. Общие положения

5.2.I.I. Метод основан на способности минеральных масел люминесцировать под действием ультрафиолетового излучения; интенсивность флуоресценции измеряется специальными приборами.

5.2.I.2. Для проведения люминесцентного анализа рекомендуются приборы типа лабораторного электронного флуорометра ЭФ-ЗМА, люминесцентного компаратора ЛК-I, аппарата для люминисцентного определения витаминов в растворах - "Модель 833".

5.2.I.3. Определение количества масла на флуорометре ЭФ-ЗМА следует проводить согласно п.5.2.3. Определение количества масла на компараторе ЛК-I и аппарате -"Модель 833" проводится по инструкции к приборам.

5.2.I.4. Пороговая чувствительность люминесцентного метода зависит от сорта масла, свойств растворителя, устройства прибора и определяется в каждом конкретном случае.

5.2.2. Построение шкалы эталонных растворов масла

5.2.2.I. Для количественного определения содержания масла люминисцентными приборами используется шкала эталонных растворов масла (см. табл.3). Для приготовления шкалы берутся пробирки с притлифованными стеклянными пробками. Срок годности шкалы I месяц.

5.2.2.2. Для приготовления стандартного раствора масла и шкалы эталонов необходимо использовать масло того сорта, присутствие которого в анализируемых пробах наиболее вероятно. Если сорт масла неизвестен, масло следует выделить из анализируемого растворителя. Для этого испаряется растворитель предварительно отфильтрованный от механических примесей, в количестве, необходимом для получения 10 мг масла, или используется веретенное масло.

5.2.2.3. Для приготовления стандартного раствора масла и шкалы эталонов, а также для проведения анализа, используются перегнанные растворители марки ч.д.а., свечение которых не обнаруживается в приборе. В дальнейшем такие растворители называются чистыми.

5.2.2.4. Приготовление стандартного раствора масла:
I0 мг масла, взвешенного в стаканчике на аналитических весах с точностью до 0,I мг, следует растворить в небольшом количестве растворителя, перенести в мерную колбу на I00 см^3 и долить до метки раст-

ворителем.

5.2.2.5. При анализе визуальными приборами необходимо сравнивать свечение испытуемого раствора с эталонными и выбирать эталонный раствор равного свечения. При анализе фотоэлектрическими приборами по эталонным растворам следует строить калибровочный график зависимости показаний прибора от концентрации масла в растворителе при определенной толщине слоя растворителя в кювете прибора.

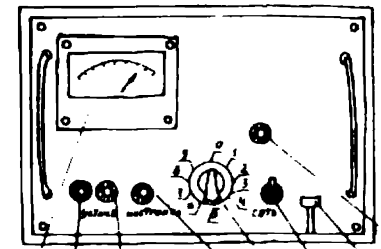
Таблица 3

Шкала эталонных растворов масла для люминесцентного анализа

Характеристика эталонных растворов	Номера эталонных растворов									
	0	I	2	3	4	5	6	7	8	9
Стандартный раствор масла, $см^3$	0	0,1	0,2	0,5	I,0	I,5	2,0	3,0	4,0	5,0
Растворитель, $см^3$	I0	9,9	9,8	9,5	9,0	8,5	8,0	7,0	6,0	5,0
Содержание масла в I0 $см^3$ раствора, мг	0	0,0I	0,02	0,05	0,I	C,I5	0,2	0,3	0,4	0,5

5.2.3. Определение масла на лабораторном электронном флуорометре ЭФ-3МА

5.2.3.I. Устройство, принцип действия и технические характеристики даны в инструкции, прилагаемой к прибору. Передняя панель электронного флуорометра ЭФ-3МА представлена на черт. 5.



Черт. 5.

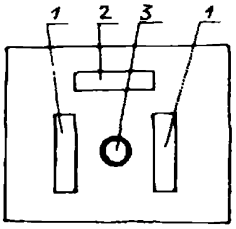
Кнопка К предназначена для настройки усилителя; ручка реостата Рн служит для настройки усилителя при нажатой кнопке К, ручка реостата Рк – для корректировки темновых токов фотоэлементов, тумблер В – для включения прибора в сеть, микроамперметр Г (типа М-24) – для отсчета показаний при измерении шкалы (0-100%), лампа Л– для индикации включения прибора, клавиша заслонки Кл– для открытия заслонки, ручка диафрагмы Д – для установки определенной диафрагмы.

5.2.3.2. Подготовка к работе

5.2.3.2.1. Включить шнур с вилкой, идущий от стабилизатора, в сеть переменного тока 220 в, а шнур с вилкой, идущий от флуорометра в гнездо стабилизатора с надписью "Стаб".

5.2.3.2.2. Установить стрелку гальванометра на нулевую отметку, повернув с помощью отвертки корректор "Кор", в нужную сторону.

5.2.3.2.3. Установить в отверстие 2 (черт.5) первичный светофильтр с надписью $В_I$–I или ФК-I.



Черт. 6.

Светофильтр $В_I$-I используется для масел (типа П-28 "Брайтсток" с высокой люминесценцией, а светофильтр ФК-I для масел (КС-I9, авиационных, турбинных, трансформаторных, веретенных) со средней и слабой люминесценцией.

5.2.3.2.4. Установить в отверстие I вторичные светофильтры $В_I$-2.

5.2.3.2.5. С помощью ручки Д (черт. 5) установить номер диафрагмы. Номер диафрагмы выбирается следующим образом:

при работе на первичном светофильтре $В_I$-I установить диафрагму 9;

при работе на первичном светофильтре ФК-I для средне люминесцирующих масел - диафрагму № 2;

для слабо люминесцирующих масел (типа веретенного) - диафрагму № 8.

5.2.3.2.6. Включить прибор, дать ему прогреться в течение I0 мин.

5.2.3.3. Градуировка прибора

5.2.3.3.I. Градуировка прибора выполняется с помощью шкалы эталонных растворов, приготовленной в соответствии с подразделом 5.2.

5.2.3.3.2. Нажать кнопку К (черт. 5) и, держа её в нажатом состоянии, с помощью ручки Рн, установить стрелку гальванометра на нулевую отметку. Повернуть ручку Рк и установить стрелку гальванометра на нулевую отметку, после чего снова нажать кнопку К и с помощью ручки Рн поставить стрелку на нуль. Операцию повторять до тех пор, пока стрелка не будет сохранять свое нулевое положение как

при нажатой, так и при отпущенной кнопке.

5.2.3.3.3. Тщательно промыть и высушить кювету, затем заполнить её исходным чистым растворителем и вставить в гнездо 3 (черт. 6), нажать клавишу заслонки Кл (черт. 5); по отклонению стрелки гальванометра снять отсчет показаний прибора.

5.2.3.3.4. Вылить из кюветы растворитель, заполнить её первым эталонным раствором, поместить в гнездо 3, снять отсчет показаний прибора. Затем также снять показания прибора для всех эталонных растворов масла.

5.2.3.3.5. Из отсчетов показаний прибора для эталонных растворов вычесть показания прибора для чистого растворителя. По полученным данным построить градуировочный график зависимости показаний прибора от концентраций масла в эталонных растворах.

Градуировочный график необходимо проверять и корректировать один раз в три месяца.

5.2.3.4. Проведение анализа

5.2.3.4.I. Заполнить кювету I0 мл анализируемого раствора, вставить в гнездо 3 (черт. 6), нажать клавишу заслонки Кл (черт. 5, по отклонению стрелки гальванометра снять отсчет показаний прибора.

5.2.3.4.2. Таким же образом проверить исходный чистый растворитель и вычесть полученный результат из отсчета показаний анализируемой пробы.

5.2.3.4.3. Пользуясь градуировочным графиком по полученным результатам находят соответствующее значение измеряемой концентрации

5.3. Инфракрасный метод

5.3.1. Определение инфракрасным методом производится на анализаторах ЛИМ-10 или фотометрическом лабораторном приборе "Донец", указанных в подразделе 1.2., по прилагаемым к приборам методикам.

5.4. Весовой метод

5.4.1. Весовой метод используют для определения содержания масла на аэрозольных фильтрах.

5.4.2. Аэрозольные фильтры до и после отбора пробы выдерживают в эксикаторе над серной кислотой в течение 10-15 мин, после чего разворачивают защитные кольца, складывают фильтры вчетверо и взвешивают на аналитических весах.

5.4.3. Взвешивать фильтры до и после отбора пробы необходимо при одинаковых атмосферных условиях. При резких изменениях температуры или влажности, взвешивание фильтров перед анализом следует повторить. В случае попадания на фильтры, во время отбора пробы, влаги в виде брызг или тумана, необходимо перед вторичным взвешиванием выдержать фильтры в эксикаторе над серной кислотой не менее 2-х часов.

5.4.4. Взвешенные фильтры, до их использования, помещают в защитные кольца и укладывают в пакетики для дальнейшего использования

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Четыреххлористый углерод относится к сильнодействующим ядовитым веществам. Отравление им может произойти при вдыхании его паров, а также при попадании на кожу. Наркотик вызывает тяжелые поражения печени и почек. Хладон 113 (фреон 113) менее токсичный растворитель, но при работе с ним следует соблюдать меры безопасности, см. подраздел 6.3. Эфир-наркотик, действующий слегка раздражающе на дыхательные пути, относится к токсичным растворителям.

6.2. Предельно допустимые концентрации растворителей в воздухе приведены в табл. 4.

Таблица 4

Растворитель	Предельно допустимое содержание, мг/м^3
Углерод четыреххлористый	20
Хладон 113 (фреон 113)	3000
Эфир	300

6.3. Во избежание отравления, все работы с растворителями должны производиться в вытяжном шкафу. В случае попадания растворителя на кожу рук следует немедленно вымыть руки с мылом.

Отбор растворителя пипеткой производится только с помощью резиновой груши.

В случае аварийного проливания больших количеств растворителя необходимо немедленно убрать жидкость тряпками или ветошью. при уборке следует пользоваться противогазом и брезентовыми перчатками.

6.4. Этиловый эфир горюч и взрывоопасен. Пределы его взрываемости в воздухе и кислороде приведены в табл.5. При работе с эфиром следует применять меры предосторожности, необходимые при работе с горючими веществами:

- не курить и не зажигать огня в помещении;
- не включать электроплиток с открытыми спиралями вблизи места работы с эфиром;
- все работы с эфиром вести в перчатках и защитных очках;
- нагревать или испарять эфир только на водяной бане (при температуре 40 ±1°С.)

Хранить эфир следует в лаборатории в металлическом шкафу в количестве, не превышающем недельного запаса.

Таблица 5.

В среде	Нижний предел взрываемости, % об.	Верхний предел взрываемости, % об.
В воздухе	I,85	36,5
В кислороде	I,85	85,5

6.5. Уничтожение токсичных растворителей должно производиться только по согласованию с местными органами санитарного надзора.

6.6. В приборах для люминесцентного анализа, в качестве источника света применяется ртутно-кварцевая лампа. Ультрафиолетовое излучение лампы образует в окружающем воздухе озон, высокие концентрации которого вредно действуют на обслуживающий персонал. В связи с этим необходимо обеспечить рабочее место вытяжной вентиляцией.

6.7. При работе с пробоотборником по черт. I035I,сб. I, необходимо соблюдать правила работы с сосудами, находящимися под давлением. Не допускается:

- подавать в пробоотборник газ давлением более 40 МПа (400 кгс/см^2);

- подавать в пробоотборник газ при открытых вентилях и не установленных до упора гайках;

- устранять неисправности в пробоотборнике при наличии в нем давления газа;

- отсоединять пробоотборник от газовой магистрали, не убедившись в отсутствии давления газа на входе в пробоотборник.

Генеральный директор
НПО Криогенмаш — В.П.Беляков

Первый заместитель
генерального директора — Н.В.Филин

Зам.директора ВНИИКриогенмаш
по научной работе — В.Ф.Густов

Зам.директора ВНИИКриогенмаш
по научной работе — В.И.Сухов

Начальник отделения 4 — В.В.Плотников

Начальник базового отдела
стандартизации — В.Ф.Полумиин

Главный метролог — И.М.Попович

Руководитель темы –
начальник лаборатории — К.Г.Зверев

Исполнители:

Старший инженер — Р.И.Непомнящая

Инженер — Н.В.Синилалова

СОГЛАСОВАНО:

ЦК Профсоюза рабочих химической и нефтехимической промышленности — Письмо №02С-06-869/Е от 09.10.80

Минздрав РСФСР

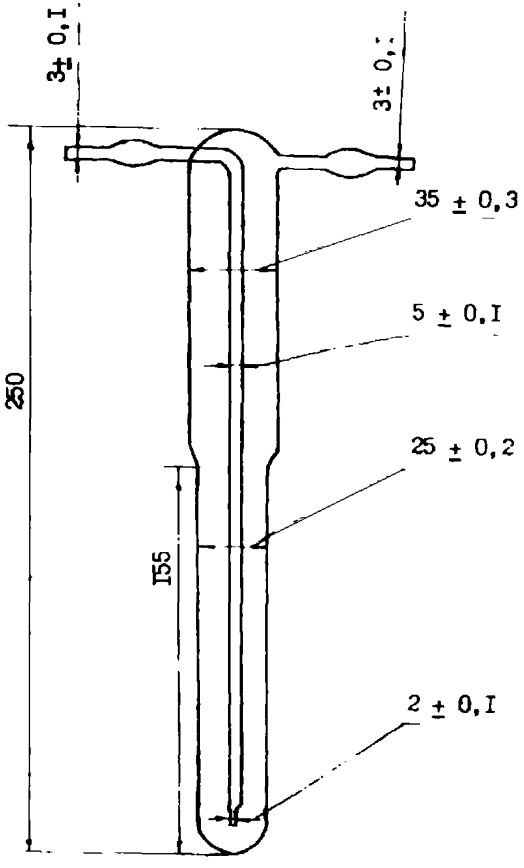
Заместитель главного государственного санитарного врача РСФСР — Письмо № 08-6ту-382-693 от 09.09.80.

Минимальная масса масла, определяемая люминесцентным, инфракрасным и нефелометрическим методами.

Марки масел	Люминесцентный метод			Инфракрасный метод		Нефелометрический метод
	ЭФ-3МА	ЛК-[illegible]	Модель 833	ЛИМ-10	Донец	
	Количество масла в мг не более					
П-28 "брайтсток"	0,001	0,005	0,01	0,04	0,02	0,01
Компрессорное КС-19	0,001	0,005	0,01	0,04	0,02	0,01
Индустриальное 50 (машинное СУ)	0,001	0,01	0,05	0,04	0,02	0,01
МС-20, МС-14 (авиационное)	0,001	0,01	0,1	0,04	0,02	0,01
Турбинное 30 (УТ)	0,003	0,01	0,2	0,04	0,02	0,01
Веретенное АУ	0,006	0,02	0,2	0,04	0,02	0,01

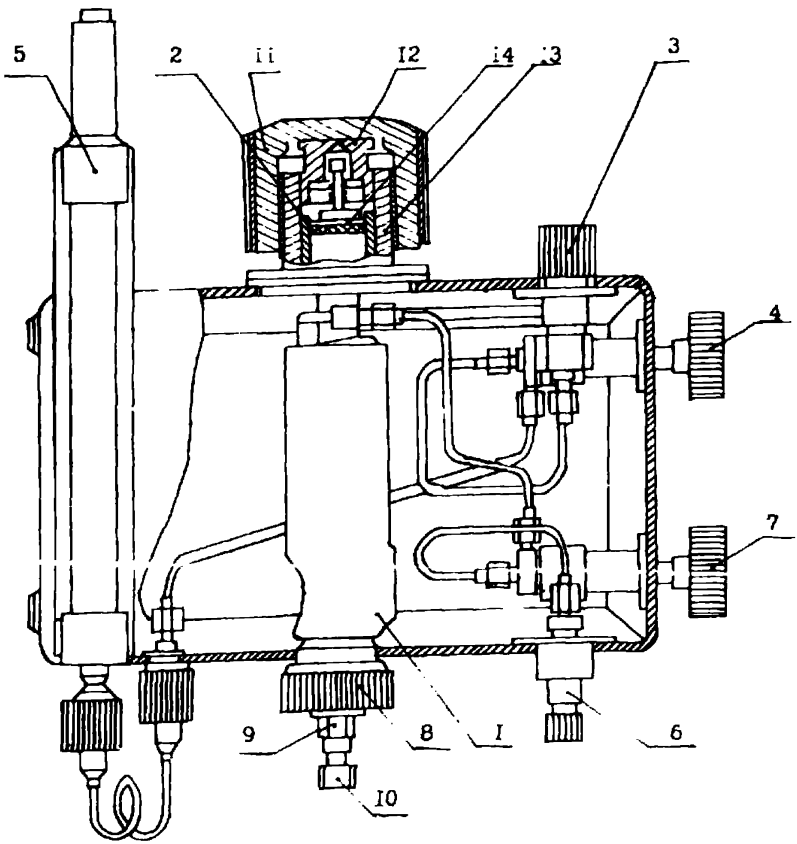
Приложение 2
Справочное

Прибор поглотительный, используемый при определении содержания масла в газах



Пробоотборник, черт. I035I, сб.I.

Приложение 3
Справочное



I - охлаждаемая камера; 2 - фильтр тонкой очистки; 3 - дроссель регулируемый; 4 - вентиль "анализ"; 5 - ротаметр; 6 - штуцер подключения воздуха охлаждения; 7 - вентиль "охлаждение"; 8 - гайка; 9 - ниппель; I0 - штуцер; II - гайка; I2 - прижим; I3 - обечайка; I4 - кольцо.

Приложение 4
Справочное

Перечень предприятий-разработчиков (изготовителей) технической документации и лабораторной аппаратуры.

Наименование аппаратуры	Предприятие разработчик (изготовитель)	Разработчик технической документации
Электронный флуорометр ЭФ-ЗМА	Московский экспериментальный завод продовольственного машиностроения и приборостроения, гор. Москва, пр. Жукова, I.	–
Люминесцентный компаратор ЛК-I	Предприятие ЮЗЭНЕРГОЧЕРМЕТ, гор. Ростов на Дону, ул. Станиславского, 8а	–
Аппарат "Модель 833"	Завод "Красногвардеец", гор. Ленинград.	–
Анализатор ЛИМ-IO	–	Северодонецкий филиал ОКБА
Анализатор "Донец"	–	
Пробоотборник КВ 2920I.000	–	НПО Криогенмаш, гор. Балашиха Моск. обл.
Пробоотборник 3 I08-079-080	–	
Пробоотборник I035I,сб I	–	Предприятие п/я А-773I, гор. Москва
Аспиратор "Модель 822"	Завод "Красногвардеец", гор. Ленинград	–

П Е Р Е Ч Е Н Ь

ссылочных нормативно-технических докуметов (НТД)

Обозначение	Наименование	Лист (страница)
ГОСТ 61-75	Кислота уксусная	2
ГОСТ 288-72	Войлок технический тонкоперстный и детали из него для машиностроения	3, 6
ГОСТ 1770-74	Посуда мерная лабораторная стеклянная Цилиндры, колбы, мензурки. Технические условия	3
ГОСТ 2939-63	Газы. Условия для определения объема	4, 7, 8, 10
ГОСТ 6331-78	Кислород жидкий, технический и медицинский. Технические условия	2
ГОСТ 6371-73	Эксикатор	3
ГОСТ 8613-75	Воронки стеклянные	3
ГОСТ 6709-72	Вода дистиллированная	2
ГОСТ 9147-73	Посуда лабораторная фарфоровая	3
ГОСТ 9499-70	Холодильники стеклянные лабораторные. Технические условия	3
ГОСТ 10394-72	Стаканы и колбы стеклянные лабораторные. Технические условия	3
ГОСТ 10515-75	Пробирки стеклянные. Технические условия	3
ГОСТ 10576-74	Часы песочные	3
ГОСТ 13045-67	Ротаметры общепромышленные	2
ГОСТ 19491-74	Весы лабораторные рычажные. Основные параметры. Общие технические требования	2
ГОСТ 20288-74	Углерод четыреххлористый	2
ГОСТ 20292-74	Приборы мерные лабораторные стеклянные Бюретки, пипетки	3
ГОСТ 21241-77	Пинцеты медицинские. Общие технические условия	3
ГОСТ 23844-79	Хладон 113 (фреон 113). Технические условия	2
ТУ 13-226-75	Сургуч почтовый	2
ТУ 64-1-862-72	Аспиратор для отбора пробы воздуха. Модель 822	2

Обозначение	Наименование	Лист (страница)
ТУ 95-7186-76	Фильтры аэрозольные	3, 7
ТУ 25-04-2261-75	Счетчик газовый барабанный (с жидкостным затвором) тип ГСБ-400	2, 6, 8
ТУ 6-95111-233-78	Латекс полистирола	2

СОДЕРЖАНИЕ

	Стр.
I. Материалы, реактивы, аппаратура и посуда	2
I,I. Материалы и реактивы	2
I.2. Аппаратура и посуда	2
2. Отбор и контроль минеральных масел в газах	4
2.I. Общие положения	4
2.2. Отбор пробы капельного масла пробоотборником черт. КС2920I.000 с фетровыми фильтрами	4
2.3. Отбор пробы капельного масла с использованием аэрозольных аналитических фильтров АФА-В-I8 или АФА-ВП-20	7
2.4. Отбор пробы капельного и парового масла с помощью поглотителей, заполненных четыреххлористым углеродом	8
2.5. Отбор капельного и парового масла с помощью пробоотборника черт. I035I,сб.I	I0
3. Отбор и контроль масла в жидком кислороде, азоте и других криопродуктах	II
4. Отбор и контроль масла в воде	II
5. Методы анализа	I2
5.I. Нефелометрический метод	I2
5.2. Люминесцентный метод	I2
5.3. Инфракрасный метод	I6
6. Требования безопасности	22

Приложение I. Минимальная масса масла, определяемая люминесцентным, инфракрасным и нефелометрическим методами 26

Приложение 2. Прибор поглотительный, используемый при определении содержания масла в газах 27

Приложение 3. Пробоотборник черт. I035I.00.I 28

Приложение 4. Перечень предприятий-разработчиков (изготовителей) технической документации и лабораторной аппаратуры 29

Перечень ссылочных НТД 30

Лист регистрации изменений 32

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ

Изм	Номер листов (страниц)				Номер документа	Подпись	Дата	Срок введения изменения
	измененных	замененных	новых	аннулированных				

gost.e-ecolog.ru