

УДК 543.613.22

ОБ ЭФФЕКТИВНОСТИ МЕТОДОВ УДАЛЕНИЯ СЛЕДОВ ВОДЫ ИЗ МИНЕРАЛЬНЫХ МАСЕЛ

© 2013 г. *Л.Л. Семенычева*^{1,2}, *В.В. Полянскова*², *Н.В. Кулешова*¹, *Е.В. Гераськина*¹

¹Нижегородский госуниверситет им. Н.И. Лобачевского

²Группа компаний «Росполим», Н. Новгород

lsem@yandex.ru

Поступила в редакцию 17.01.2013

Проведен сравнительный анализ эффективности удаления следов воды из масел для гидромеханических и гидрообъемных передач марок «А» и «Р» с применением различных химических осушителей и вакуумирования. Аналитический контроль осушки проводился методами Дина-Старка, Фишера и пробоя на потрескивание. По методу Фишера в кулонометрическом исполнении проведено определение содержания воды на уровне менее 0.5% в образцах масел указанных марок.

Ключевые слова: примесь воды, минеральные масла, осушка, химические осушители, вакуумирование, сравнение эффективности.

Введение

Содержание воды в нефтяных и синтетических маслах нормируется соответствующими документами. Это связано с тем, что присутствие воды даже в незначительных количествах ухудшает качество масел. Известно, что следы воды приводят к таким нежелательным процессам, как окисление масла и вводимых присадок, коррозия металлических поверхностей и, как следствие, увеличение износа деталей и т.п. [1]. Особое значение определение содержания воды имеет в случае, когда моторные, гидравлические и трансмиссионные масла используются при отрицательных температурах, что приводит к кристаллизации следов воды. В связи с этим критическая оценка методов удаления небольших количеств воды из масел имеет важное практическое значение.

В данной работе приведены сравнительные результаты оценки эффективности удаления воды из масел.

Экспериментальная часть

Осушку образцов гидравлических масел марок «А» и «Р» [2] вакуумированием проводили при остаточном давлении ≤ 0.5 мм рт. ст. и нагревании до 60°C. Применение химических соединений в качестве водопоглощающих агентов, а также осушку масел молекулярными ситами проводили по методикам, предлагаемым для органических растворителей [3–5]. Определение воды в маслах проводили согласно ГОСТ 2477-65 [6], ГОСТ 1547-84 [7] и ГОСТ 24614-81 [8]. Реактив Фишера готовили согласно ГОСТу 14870-77 [9].

Кулонометрическое определение воды проводили на титраторе Фишера «Эксперт 007 М».

Результаты и их обсуждение

При производстве масел часто встает вопрос об удалении следовых количеств воды для получения продукта, соответствующего нормативным документам. В данной работе проведен сравнительный анализ некоторых методов удаления воды на примере гидравлических масел марок «А» и «Р», изготовленных в соответствии с ТУ 38.1011282-89 [2]. Результаты определения воды в образцах исходных масел по методике, предусмотренной нормативными документами на масла [2], а также методом Фишера приведены в табл. 1.

Как следует из результатов испытаний, в ряде случаев наблюдается несоответствие между показателями методов Дина-Старка и пробоя на потрескивание (табл. 1). В случае такого расхождения результатов п. 4.3 ГОСТа 2477-65 [6] предписывает: «В сомнительных случаях отсутствие воды проверяется нагреванием испытуемого нефтепродукта в пробирке, помещенной в масляную баню, до температуры 150°C, при этом отсутствием воды считается случай, когда не слышно потрескивания». При производстве масел с новыми эксплуатационными характеристиками такие результаты определения воды не являются достаточными. Информация о количестве воды в масле может быть получена методом Фишера, поскольку минеральные масла относятся к той же группе соединений, для которых разработан ГОСТ 24614-81 [8].

С целью снижения количества диспергированной и растворенной воды проведены экспе-

Таблица 1

Результаты определения воды в гидравлических маслах марок «А» и «Р» различными способами ($n = 3, p = 0.95$)

№ п/п	Марка масла	Содержание воды в образце		
		Метод Дина-Старка (ГОСТ 2477-65) [6]	Проба на потрескивание (ГОСТ 1547-84) [7]	Метод Фишера (ГОСТ 24614-81) [8], масс. %
1	«А»	следы	отсутствие	0.20±0.01
2		отсутствие	отсутствие	0.15±0.02
3		следы	отсутствие	0.38±0.01
4	«Р»	следы	отсутствие	0.41±0.01
5		следы	отсутствие	0.39±0.02
6		отсутствие	отсутствие	0.28±0.02

Таблица 2

Результаты определения содержания воды в гидравлическом масле марки «А» после его обработки различными осушителями

Первоначальное содержание воды, масс. %	Осушитель	Содержание воды после осушки, %	Эффективность удаления воды, % от первонач.
0.38	Оксид фосфора(V)	0.27	30
	Металлический натрий	0.17	57
	Ацетилацетон	0.06	85
	Молекулярные сита	0.06	86

Таблица 3

Результаты определения воды в гидравлическом масле марки «Р» после его осушки вакуумированием

№ п/п	Содержание воды, %		Эффективность удаления воды, % от первонач.
	исходное	после осушки	
1	0.41	0.09	78
2	0.39	0.09	77
3	0.28	0.06	77

рименты по химической и физической осушке исследуемых масел. На примере гидравлического масла марки «А» изучили эффективность известных осушителей, применяемых для органических растворителей [3–5]. В соответствии с требованиями методик по удалению воды из органических соединений соответствующими агентами, в образцы масла вводили металлический натрий, оксид фосфора(V), молекулярные сита, ацетилацетон. По окончании процесса осушки образцы масла были проанализированы на наличие воды методом Фишера (табл. 2). Среднее значение случайной погрешности 10%.

Как видно из табл. 2, эффективность осушки масел выбранными агентами различна. Лучшие результаты получены с использованием молекулярных сит и ацетилацетона. Применение для данных целей металлического натрия и оксида фосфора(V) нецелесообразно, так как эффективность их осушающего действия значительно ниже.

Для гидравлического масла марки «Р» проводили обезвоживание вакуумированием (ост. давление ~ 0.5 мм. рт. ст.) при нагревании до 60°C. Результаты аналитического контроля это-

го процесса представлены в табл. 3. Среднее значение случайной погрешности 10%.

Установлено, что данный метод позволяет практически на 80% снизить содержание воды в исследованных образцах масел. При этом степень обезвоживания масла при вакуумировании сопоставима с результатами, полученными при использовании для осушки масел марки «А» молекулярных сит и ацетилацетона (табл. 2). Однако с практической точки зрения вакуумирование имеет технологическое и экономическое преимущество.

Заключение

В качестве способов удаления следов воды из минеральных масел исследованы химические осушители, молекулярные сита и вакуумирование. Аналитический контроль проводился методом Фишера в кулонометрическом варианте, который позволяет контролировать содержание воды на более низком уровне, чем предусмотрено упомянутыми ГОСТами для масел и смазок. Показано, что вакуумирование по эффективности осушки масел не уступает применению для этих целей ацетилацетона и молекулярных сит.

Список литературы

1. Анисимов И.Г., Бадыштова К.М., Бнатов С.А. и др. Топлива, смазочные материалы, технические жидкости. Ассортимент и применение: Справочник / Под ред. В.М. Школьников. Изд. 2-е перераб. и доп. М.: Издательский центр «Техинформ», 1999. 596 с.
2. ТУ 38.1011282-89. Масла для гидромеханических и гидрообъемных передач марок «А» и «Р».
3. Вайсбергер А., Проскауэр Э., Риддик Дж., Тупс Э. Органические растворители. Физические свойства и методы очистки. М.: ИЛ., 1958. 520 с.
4. Брек Д. Цеолитовые молекулярные сита. М.: Химия, 1976. 781 с.
5. Пешкова В.М. б-дикетоны. М.: Наука, 1986. 200 с.
6. ГОСТ 2477-65. Нефть и нефтепродукты. Метод определения содержания воды. М.: ИПК Изд-во стандартов, 2004. 6 с.
7. ГОСТ 1547-84. Масла и смазки. Методы определения наличия воды. М.: ИПК Изд-во стандартов, 2002. 11 с.
8. ГОСТ 24614-81 Жидкости и газы, не взаимодействующие с реактив. Фишера. Кулонометрический метод определения воды. М.: ИПК Изд-во стандартов, 2002. 13 с.
9. ГОСТ 14870-77. Продукты химические. Методы определения воды. М.: ФГУП Стандартинформ, 2008. 14 с.

ON EFFICIENCY OF REMOVING TRACES OF WATER FROM MINERAL OILS

L.L. Semyonycheva, V.V. Polyanskova, N.V. Kuleshova, E.V. Geraskina

A comparative analysis has been carried out of the efficiency of removing traces of water from oils (grade A and grade P) for hydromechanical and hydrostatic transmissions by different chemical desiccant dryers and vacuum drying. The analytical control of the dehydration process has been made using Dean and Stark, a crackle-test and Fisher analytical methods. The coulometric determination of water level less than 0.5% has been conducted for the mentioned samples of oils by the Karl Fischer method.

Keywords: water impurity, mineral oils, exsiccation, chemical desiccant dryers, vacuum drying, comparison of efficiency.