

*Дмитриенко Н.А.
Кандидат пед. наук,
факультет экономика, сервис и предпринимательство
ИСОиП (филиал) ДГТУ в г. Шахты
Россия, г. Шахты*

*Волгин О.В.
магистрант
факультет техника и технологии
ИСОиП (филиал) ДГТУ в г. Шахты
Россия, г. Шахты*

*Димитров О.В.
бакалавр
факультет техника и технологии
ИСОиП (филиал) ДГТУ в г. Шахты
Россия, г. Шахты*

**ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА
ОТЛОЖЕНИЙ НА ФИЛЬТРУЮЩИХ ЭЛЕМЕНТАХ ФИЛЬТР-
ОСУШИТЕЛЕЙ ГЕРМЕТИЧНЫХ АГРЕГАТОВ**

*Dmitrienko N.A.
Candidate of Pedagogical Sciences,
Faculty of Economics, Service and Entrepreneurship
ISOiP (branch) of DSTU in Shakhty
Russia, Shakhty*

*Volgin A.S.
graduate student
Faculty of Engineering and Technology
ISOiP (branch) DSTU in Shakhty
Russia, Shakhty*

Dimitrov O.V.

bachelor student
Faculty of Engineering and Technology
ISOiP (branch) DSTU in Shakhty
Russia, Shakhty

INVESTIGATION OF THE PHYSICO-CHEMICAL COMPOSITION OF DEPOSITS ON THE FILTER ELEMENTS OF FILTER DRYERS OF HERMETIC UNITS

***Аннотация:** В статье на основании обзора научных литературных источников сформулированы основные способы исследования физико-химического состава отложений на фильтрующих элементах фильтр-осушителей.*

***Annotation:** Based on a review of scientific literature sources, the main methods for studying the physico-chemical composition of deposits on filter elements of filter dryers are formulated in the article.*

***Ключевые слова:** смазочное масло, показатель, фильтр-осушители, долговечность, надежность, техническое состояние.*

***Keywords:** lubricating oil, indicator, filter dryers, durability, reliability, technical condition.*

Объектом экспериментальных исследований являлся герметичный холодильный агрегат производства ЗАО «Индезит» и фильтр-осушители двух исполнений: с фильтрующей латунной полутомпаковой сеткой простого переплетения по ГОСТ 6613-93 и с фильтрующей сеткой простого саржевого переплетения по ГОСТ 4601-93.

Экспериментальные исследования включали в себя:

- определение физико-химического состава эксплуатационных загрязнений на фильтрующих элементах реальных фильтр-осушителей;
- определение степени засорения фильтрующих элементов реальных фильтр-осушителей;

Для проведения исследования отсоединяли фильтр-осушители от агрегатов бытовых холодильных приборов, поступивших в ремонт после 3-15-летней эксплуатации с последующей разрезкой и извлечением фильтрующих элементов.

Фильтрующие элементы распределяли по группам с учетом времени, места установки и вида фильтрующей сетки.

Степень и характер засорения фильтрующих элементов определяли визуально с использованием биологического микроскопа «Биолам Р7» исполнения У4.2.

При определении физико-химического состава эксплуатационных отложений проводили спектральный, химический, рентгеноструктурный и гранулометрический анализы.

Качественный состав загрязнений определяли спектральным анализом на кварцевом спектрографе типа ИСП-51.

Фильтрующие элементы предварительно прокаливали в муфельной печи при температуре 823К в течение 3 часов с целью удаления органических соединений в виде смазочного масла, кислот, лаков и др.

Пробу прокаленных отложений в виде порошка набивали в отверстие угольного электрода и при возбуждении спектра эмиссии сжигали в дуге переменного тока /сила тока дуги составляла 6-7 А/. Полученный спектр фиксировали на фотопластинку и после проявления определяли качественный состав загрязнений по атласу спектральных линий для кварцевого спектрографа.

Потери органической части отложений определяли следующим образом. Отложения, извлеченные с фильтрующих элементов, разделяли по цвету на 4 группы: черные, коричневые, желтые и белые, которые в количестве 2-3 г измельчали растиранием в агатовой ступке до мелкодисперсной массы. Навески подготовленных проб в количестве взвешенных с точностью не менее 0,0002 г на лабораторных рычажных весах по ГОСТ 9490-75 помещали в

фарфоровый тигель по ГОСТ 9147-80, доведенный до постоянной массы путем выпаривания с его поверхности влаги при температуре 393К в течение 0,5 часа.

Тигель с навеской помещали в муфельную печь и при температуре 1223-1273К выдерживали в течение часа, затем извлекали, охлаждали до температуры окружающей среды и взвешивали.

Содержание оксида натрия определяли пламенно-фотографическим методом на пламенном фотометре типа "Флафокол" с использованием смеси воздух-природный газ.

Перевод пробы в раствор осуществляли её разложением фтористо-водородной по ГОСТ 10484-78 и серной по ГОСТ 22046-89 кислотами.

В платиновую чашку по ГОСТ 6563-75 отвешивали около 0,4 г пробы с погрешностью не более 0,0002 г. Навеску смачивали несколькими каплями воды по ГОСТ 6709-72, добавляли 15 мл фтористо-водородной кислоты, 0,5 мл серной кислоты и упаривали на песчаной бане. Затем чашку охлаждали, добавляли 12,5 мл соляной кислоты по ГОСТ 3118-77, разбавленной в отношении 1:2, и нагревали до полного растворения осадка. Полученный раствор "А" переносили в мерную колбу по ГОСТ 1770-74 вместимостью 250 мл, который использовали для определения содержания оксидов натрия, железа, алюминия и оксидов редкоземельных элементов /РЗЭ/ в исследуемых пробах.

Аналогично готовили растворы холостого опыта, используемые при замене реактивов.

Параллельно готовили стандартные растворы, содержащие соответственно $1,55 \times 10^{-6}$; $3,1 \times 10^{-6}$; $6,2 \times 10^{-6}$; $9,3 \times 10^{-6}$; $12,4 \times 10^{-6}$; $18,6 \times 10^{-6}$ г/мл оксида натрия, путем смешивания дистиллированной воды, фиксаля "натрий хлористый" и соляной кислоты.

При подготовке фотометра к работе нулевую точку шкалы гальванометра устанавливали по дистиллированной воде, а стопроцентную

точку - по наибольшему стандартному раствору оксида натрия. Затем строили калибровочный график зависимости показаний прибора от оксида натрия в стандартных растворах, по которому определяли концентрацию оксида натрия в анализируемом растворе «А».

Содержание оксида железа определяли методом, основанном на способности сульфосалициловой кислоты образовывать в аммиачном растворе желтое соединение, как и с ионами трехвалентного железа /III/, так и с ионами двухвалентного железа /II/. Для этого готовили стандартные растворы железа /III/, нулевой раствор и раствор холостого опыта. Затем в мерные колбы вместимостью 100 мл при помощи микробюретки помещали последовательно 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 мл анализируемого раствора и 25 мл раствора холостого опыта. В каждую колбу добавляли дистиллированную воду до объема 50 мл, 1 г сухого серноокислого аммония, 5 мл 20%-го раствора сульфосалициловой кислоты, после чего помешивали аммиак до появления желтой окраски раствора.

На калориметре с синим светофильтром $\lambda = 420-430$ мкм/ в кювете с рабочей гранью, равной 20 мм, измеряли оптическую плотность раствора. Строили калибровочный график зависимости оптической плотности от концентрации оксида железа, по которому определяли его содержание в анализируемом растворе.

Содержание оксида алюминия определяли методом, основанным на титровании избытка раствора трилона "Б" раствором серноокислого цинка при $\text{pH}=5$ в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого.

Для проведения анализа готовили ацетатный буферный раствор с $\text{pH}=5-5,5$, растворы серноокислого цинка и трилона "Б" и определяли соотношение их объемов, готовили стандартные растворы окиси и определяли титр раствора трилона "Б" по окиси алюминия.

Затем в коническую колбу для титрования вместимостью 250 мл помещали адекватную часть раствора "А", равную 20 мл. Туда же добавляли

10 мл раствора трилона "Б", доводя рН среды до 3,0, добавляя по каплям водный аммиак, разбавленный 1:1. Смесь кипятили в течение 3 мин., после чего добавляли 10 мл ацетатного буферного раствора с РН=5,0-5,5. Раствор охлаждали до температуры окружающей среды и титровали серноокислым цинком в присутствии нескольких капель 0,1% -ого раствора ксиленолового оранжевого до перехода окраски от соломенно-желтой до розовой или сиреневой.

Содержание диоксида кремния определяли калориметрическим методом, сущность которого заключается в способности кремния образовывать с молибдатом аммония оранжевый комплекс. Метод основан на дифференциальном калориметрировании синего кремнемолибденового комплекса.

Аналогично, вышерассмотренным опытам, готовили соответствующие растворы для проведения анализа.

После этого в мерные колбы вместимостью 100 мл помещали порции по 15, 20, 25 мл рабочего стандартного раствора и адекватную порцию 10 мл рабочего анализируемого раствора. Затем в каждую колбу приливали по 40мл дистиллированной воды, по 2 мл соляной кислоты, по 5мл 5%-го раствора молибдата аммония. Через 15 минут в каждую колбу добавляли по 5 мл восстановительной смеси, а через 30-40 минут проводили измерение оптической плотности исследуемых растворов на фотоэлектрокалориметре в кювете с рабочей гранью, равной 10 мм и красным светофильтром $\lambda=687$ мкм/.

Анализ проводили на фотоэлектрокалориметре типа ФЭК-М, для которого в качестве нулевого раствора принимали смесь, содержащую 20 мл стандартного раствора, устанавливаемого на давление 0,25 шкалы плотности.

Для построения градуировочного графика на оси абсцисс откладывали концентрацию рабочих стандартных растворов, на оси ординат –

соответствующие значения оптической плотности, по которому определяли содержание диоксида кремния.

За истинные потери неорганической части отложений и содержание в последних оксидов натрия, железа, алюминия и диоксида кремния брали среднее арифметическое между результатами параллельных опытов, расхождение между которыми не превышало 5% относительно средней величины при доверительной вероятности 95%.

Гранулометрический состав отложений определяли ситовым и седиментометрическим методами.

При реализации ситового метода определяли содержание фракции отложений размером более 0,1 мм. Для этого на поддон прибора модели 029 последовательно устанавливали сита № 0100, № 0160, № 0315 с проволочными ткаными сетками по ГОСТ 3584-73 нормальной прочности. На верхнее сито помещали пробу отложений в количестве $10 \pm 0,01$ г. Рассев производили в течение 15 минут, после чего остатки на ситах взвешивали с погрешностью 0,01 г, достаточной для данных испытаний.

За истинное содержание фракции отложений более 0,1 мм принимали среднее арифметическое между результатами двух параллельных опытов. При этом суммарная масса всех фракций не превышала 99,9%, а нижний предел составлял 97%.

При реализации седиментометрического метода определяли содержание фракций отложений размером менее 0,04 мм, сущность которого заключается в последовательном отборе проб суспензии с известной глубиной и определении количества твердой фазы в пробе, выраженной в процентах от массы начальной пробы.

Навеску пробы отложений массой 5-10 г, взвешенную с точностью $\pm 0,01$ г, помещали в цилиндрическую емкость и заливали дистиллированной водой до объема $V=75$ мл, перемешивая смесь в течение 15 минут. Затем пробу

переносили в цилиндр, который плотно закрывался пробкой и, доведя объем смеси до 500 см³ добавлением дистиллированной воды, в течение 1 минуты поворачивали цилиндр на 180° при температуре окружающей среды 293-298К.

После чего пробы отбирали пипеткой через промежутки времени, определяемые по формуле:

$$\tau = \frac{18 \cdot H \cdot n}{(\rho_{абв} - \rho_b) \cdot g \cdot d^2}, \quad (1.1)$$

где H - высота оседания осадка;

n - коэффициент вязкости седиментационной жидкости;

d - диаметр частицы;

g - ускорение силы тяжести;

$\rho_{абв}$ - плотность частицы, поры которой заполнены седиментационной жидкостью;

ρ_b - плотность седиментационной жидкости.

Отобранные пробы переносили в фарфоровые тигли, туда же суспензии на стенках пипетки, используя дистиллированную воду. Затем прокаливали тигли в муфельной печи при температуре 1023К-в течение 1 часа и после их остывания в эксикаторе до температуры окружающей среды взвешивали с точностью не более 0,0001 г на рычажных весах.

Массу твердой фазы определяли, как разность между массами тиглей с осадком и пустого.

За истинное содержание фракции принимали среднее арифметическое двух параллельных опытов, расхождение между которыми не превышает 16% относительно среднего значения при 95%-ной достоверности.

Рентгеноструктурный анализ адсорбента проводили на рентгеновском дифрактометре УСП-50 ММ с использованием рентгеновской трубки типа БСВ-6, счетчика Гейгера типа МСГР-4, гониометра типа ГУР-4 и гониометрической приставки типа ГП-4 с вращением образца в собственной плоскости.

Образцы адсорбента, извлеченного из фильтр-осушителей при разборке их корпуса, разделяли на четыре группы, отличающихся по цвету (жёлтая, коричневая и черная), измельчали в ступке до фракции, проходящей через сито № 0053 и в количестве около 0,3 г помещали в кварцевые кюветы.

Рентгенограммы получали при следующих условиях: излучение ($\lambda=1,54 \text{ \AA}$), напряжение на рентгеновской трубке - 25 кВ, высота освещенной части образца - 15 мм, щель счетчика - 0,25x8 мм, скорость вращения счетчика - 1 град/мин, скорость вращения диаграммной ленты - 720 мм/час.

Полученная на диаграммной ленте самописца типа ЭДП-04 рентгенограмма представляет собой кривые распределения дифрагированных исследуемым образом рентгеновских лучей по углам, отсчитываемым в экваториальной плоскости гониометра от направления первичного пучка. Углы дифракции переводили по таблицам $n\lambda=2d\sin\theta$ в межплоскостные расстояния. Полученный набор межплоскостных расстояний сравнивали с набором межплоскостных расстояний нового чистого адсорбента.

Степень засорения фильтрующих элементов реальных фильтр-осушителей оценивали по перепаду давления рабочего тела, создаваемого фильтрующей перегородкой при условиях, соответствующих реальной эксплуатации герметичного агрегата бытового холодильного прибора.

ИСПОЛЬЗОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Филенко, А.И. Содержание кислот в маслофреоновых смесях герметичных холодильных машин / А.И. Филенко, Л.Ш. Малкин, Л.М. Соколова // Холодильная техника. – 1969. – № 6. – С. 34–37.
2. Brand, A.O. Modern Refrig. Bd. – 1951. – № 634. – S. 9.
3. Hfitzschel H., Sauer L., Hipko A. Tfiber den Einsatz von Aluminium als Konstruktion sweristoff. – Lut – und ESItе-technik. – 1978. – № 4. – S. 212–214.
- 4.Klemens R. Die Kalte. – 1959. – № 9. – S. 458.
5. Маневич Л.О. Обработка трансформаторного масла [Текст]/Л.О. Маневич.- М.: Энергоатомиздат, 1985.- 104 с.
6. Кожемяченко, А.В. Усовершенствование конструкции стенда для разрядки от хладона герметичных агрегатов бытовой холодильной техники [Текст]/А.В.Кожемяченко, В.В.Левкин// ЦБНТИ МБОН РСФСР. Бытовое обслуживание населения. Экспресс информ. сер. «Ремонт бытовой техники» (отеч. опыт), вып.№5, 1988.- С.1-6.
7. Кожемяченко, А.В. Управление жизненным циклом бытовых холодильных приборов: монография [Текст]/под ред. В.А.Першина. – Ростов н/Д: Изд-во журн. «Изв. вузов Сев.-Кавк. регион», 2008. – 212 с.
8. Тепловые и конструктивные расчеты холодильных машин [Текст] /Под ред. Н.Н. Кошкина– Л. : Машиностроение, 1976. – 464 с.