

TRIBOTECHNICKÁ DIAGNOSTIKA V PREVÁDZKE POUŽITÝCH OLEJOV I. METÓDY HODNOTENIA ČASTÍC OPOTREBOVANIA V OLEJOCH

JANKA MIHALČOVÁ and HEKMAT
AL HAKIM

Fakulta výrobných technológií Technickej Univerzity
v Košiciach so sídlom v Prešove,
Štúrova 31, 080 01 Prešov
mihalcova.janka@fvt.sk, alhakim.hekmat@fvt.sk

Došlo 20.7.07, prijaté 27.11.07.

Kľúčová slová: tribotechnická diagnostika, použitý olej,
RD OES, distribúcia častíc, ferografia

Úvod

S narastajúcimi finančnými potrebami na údržbu strojov, strojných zariadení, na nákup mazív a v hlavnej miere na zabezpečenie spoľahlivosti a zvýšenia bezpečnosti prevádzky, rastie potreba zabezpečenia systému preventívnej údržby¹. Tribotechnická diagnostika ako súčasť preventívnej údržby, je použiteľná pre akýkoľvek uzavretý mazací systém, ktorý sa nachádza napr. v plynových turbínach, dieselových i benzínových motoroch, prevodovkách, kompresoroch a hydraulických systémoch².

Činnosťou trecích dvojíc mazacieho systému sa opotrebovaním uvoľňujú častice kovov a ich zliatin. Oterové častice sa z trecích miest vyplavujú s mazacím olejom a spolu s ním cirkulujú v mazacom systéme. S rastúcim opotrebovaním sa zvyšuje množstvo týchto častíc nielen čo do počtu, ale aj veľkosti a tvaru. Mazacie oleje sa využívajú na ochranu proti opotrebovaniu kovových povrchov mechanických systémov³. Pravidelným sledovaním vlastností týchto olejov sa v tribotechnickom laboratóriu zisťuje skutočný stav motora a tým sa predchádza jeho poruchám. Pre zabezpečenie údržby motora sa sleduje koncentrácia prvkov nachádzajúcich sa v použitých olejoch. Využíva sa na to metóda optickej emisnej spektrometrie s využitím rotujúcej diskovej elektródy (RD OES). Obsah mechanických nečistôt sa zisťuje pomocou optickej metódy na distribúciu a zatriedenie častíc podľa veľkosti a počtu. Morfológia a veľkosť častíc vznikajúcich opotrebovaním trecích povrchov sa analyzuje mikroskopicky ferografickou analýzou.

Experimentálna časť

Metóda RD OES

Príprava vzorky

Vzorka sa pred analýzou homogenizuje pretrepávaním. Pomocou Pasteurovej pipety sa odpipetuje do vzorkovacej nádoby o presnom objeme a vloží sa do meracej komôrky.

Postup analýzy

Metódou RD OES sa na prístroji SPECTROIL M simultánne stanovuje koncentrácia chemických prvkov podľa normy ASTM D 6595-00 (Americká spoločnosť pre skúšobníctvo a materiály). Na meranie sa používajú grafitové elektródy, tyčová a disková. Elektródy sa spolu so vzorkou nachádzajú v meracej komôrke. Rotačná disková elektróda rotujúca konštantnou rýchlosťou vynáša na svojom povrchu olej zo vzorkovacej nádoby do medzielektrodového priestoru, v ktorom sa kovové častice oleja vyparia, atomizujú a vzbudia v dôsledku pôsobenia iskrového výboja. Optický signál prislúchajúci jednotlivým prvkom je spektrometrom spracovaný a vyhodnocovaný⁴.

Na kalibráciu metódy RD OES sa používajú organokovové viacprvkové štandardy CONOSTAN S-21 s koncentráciou 10 ppm, 30 ppm a 50 ppm. Na overenie správnosti metódy a zabezpečenie nadväznosti merania sa používa certifikovaný referenčný materiál NIST SRM 1084a (Národný inštitút noriem a technológií USA).

Metóda distribúcie častíc

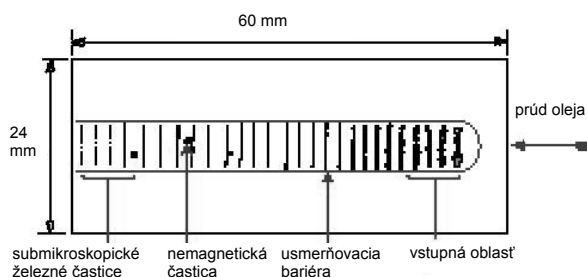
Príprava vzorky

Na analýzu tmavých a viskózných olejov sa na riedenie vzoriek zvyčajne používa technický benzín. Vzorka sa pred analýzou homogenizuje pretrepávaním. Oleje s vyššou viskozitou sa zahrievajú na teplotu cca 50 °C.

Postup analýzy

Na optickom počítači častíc MET ONE sa metódou distribúcie častíc podľa veľkosti a počtu zisťuje čistota oleja. Je to modifikovaná štandardná metóda, ktorá je odvodená od STN 656081 „Mikroskopické stanovenie veľkosti a počtu častíc nečistôt“ a technickej dokumentácie výrobcu zariadenia.

Optický počítač častíc MET ONE pracuje na princípe zatienenia mechanických častíc laserovým lúčom. Skladá sa z dávkovača vzorky, laserovej sondy a počítača častíc. Dávkovač odmeria presné množstvo vzorky, a tlakom vzduchu ju pretlačí cez meraciu komôrku. Laserový lúč dopadajúci na fotocitlivú podložku je zatienený prechádzajúcimi časticami, čím sa zmenou intenzity osvetlenia získa informácia o veľkosti a počte častíc. Počítač častice spočíta a zatriedi ich do veľkostných tried podľa normy ISO 4406. Výsledkom merania čistoty oleja je stanovenie počtu častíc v špecifikovaných veľkostných triedach v 1 ml vzorky. Podľa ISO 4406 sú to tri kódy čistoty, pre veľkosť častíc >2 μm, >5 μm a >15 μm (cit.⁵).



Obr. 1. Ukážka ferografickej stopy (ferogramu)

Nadväznosť metódy sa zabezpečuje pomocou certifikovaného referenčného materiálu, ktorým je suspenzia prachu v hydraulickom oleji s označením NIST SRM MTD 2806. Pre zabezpečenie správnosti merania veľkosti častíc sa kalibruje snímač prístroja pomocou overeného osciloskopu meraním latexových guľčiek o presnej veľkosti.

Ferografická analýza

Príprava vzorky

Na prípravu ferogramov z olejových vzoriek sa používa technický benzín BT 80/110 (destilačná frakcia). Vzorka sa zahreje na teplotu cca 50 °C a riedi sa s technickým benzínom v pomere 4 : 1.

Postup analýzy

Ferografická analýza produktov opotrebovania začína magnetickou separáciou častíc z olejovej vzorky na ferografe REO 1. Vzorka oleja steká po podložke z priehľadnej plastickej hmoty umiestnenej v magnetickom poli s veľkým gradientom intenzity magnetického poľa. Premennivá intenzita magnetického poľa spôsobuje usadzovanie častíc nachádzajúcich sa v analyzovanej kvapaline v miestach daných ich veľkosťou a magnetickými vlastnosťami. Výsledkom je ferogram (obr. 1), na ktorom sa bichromatickým mikroskopom ZEISS Axiolab pozoruje morfológia a veľkosť zachytených magnetických a nemagnetických častíc.

Výsledky a diskusia

Metódou RD OES sa stanovuje koncentrácia chemických prvkov, ktoré vznikajú z opotrebovania stroja (Fe, Cr, Al, Cu, Pb, Sn, Ni, Mn, Ti, Ag a Mo), prenikajú z vonkajšieho prostredia (Si, Na, B a V), alebo sa nachádzajú v aditívach (Zn, P, Ca, Ba, Mg, Na a B). Koncentrácia a kvalita prvkov nachádzajúcich sa v mazive počas jeho pôsobenia v mazacom systéme je dôležitou informáciou pre hodnotenie mieri opotrebovania stroja. Služi aj k identifikácii úbytku aditív a prieniku kontaminantov.

Metódou RD OES sa v tribotechnickom laboratóriu

stanovuje koncentrácia Fe, Al, Cr, Cu, Mg, Ni, Si, Ti, Pb, Sn, Ag a Mo v rozsahu od 1 do 5 $\mu\text{g g}^{-1}$ s rozšírenou neistotou $U = 52\%$, v rozsahu od 5 do 10 $\mu\text{g g}^{-1}$ s $U = 32\%$ a v rozsahu od 10 do 100 $\mu\text{g g}^{-1}$ s $U = 22\%$, pre koeficient rozšírenia $k = 2$.

Na overenie správnosti merania bola stanovená koncentrácia prvkov v certifikovanom referenčnom materiáli NIST SRM 1084a. Aby bola overená správnosť aj pri nižších koncentráciách, bol nariadením NIST SRM 1084a so štandardom Conostan Base Oil pripravený štandard s koncentráciou prvkov cca 10 $\mu\text{g g}^{-1}$. V tab. I je

Tabuľka I

Výťažnosť stanovenia [%] koncentrácie prvkov v NIST SRM 1084a s koncentráciou prvkov cca 100 $\mu\text{g g}^{-1}$ a v štandarde pripravenom nariadením z NIST SRM 1084a a základového oleja Conostan Base oil ($n = 3$)

Prvok	Certifikovaná hodnota	Nameraná hodnota	Výťažnosť [%]
Fe	^a 98,9 ± 1,4	100,1	101
	^b 9,9	10,4	105
Al	^{a,c} 104	102,5	99
	^{b,c} 10,4	9,5	91
Cr	^a 98,3 ± 0,8	99,2	101
	^b 9,8	9,6	98
Cu	^a 100 ± 1,9	99,2	99
	^b 10,0	10,5	105
Mg	^a 99,5 ± 1,7	97,9	98
	^b 9,9	10,0	101
Ni	^a 99,7 ± 1,6	100	100
	^b 10,0	9,9	99
Si	^{a,c} 103	102	99
	^{b,c} 10,3	10,2	99
Ti	^a 100,4 ± 3,8	102,3	102
	^b 10,0	9,6	96
Pb	^a 101,1 ± 1,3	100,6	100
	^b 10,1	10,5	104
Sn	^a 97,2 ± 2,6	100,3	103
	^b 9,7	9,6	98
Ag	^a 101,4 ± 1,5	101,3	100
	^b 10,1	10,4	103
Mo	^a 100,3 ± 1,4	101,3	101
	^b 10,0	10,7	107

^a NIST SRM 1084a; ^b NIST SRM 1084a – pripravený riešením; ^c – informatívny údaj

Tabuľka II

Výtlačnosť stanovenia [%] počtu častíc v 1 ml vzorky pre uvedené veľkosti častíc [μm] v certifikovanom referenčnom materiáli NIST SRM MTD 2806

Veľkosť častíc [μm]	Certifikovaný počet častíc	Nameraný počet častíc	Výtlačnosť [%]
>2	4680,20	4386,40	94
>5	2066,20	2103,33	102
>15	188,80	197,73	105

z nameraných výsledkov koncentrácie prvkov a ich certifikovaných hodnôt vypočítaná výtlačnosť stanovenia každého prvku. Výtlačnosť percentuálne vyjadruje podiel nameranej a certifikovanej hodnoty.

Počítanie mechanických častíc opotrebovania v pracovných kvapalinách a ich triedenie do veľkostných tried je taktiež efektívnou diagnostickou metódou. Pomocou zistenia množstva nečistôt nachádzajúcich sa v obehových mazacích systémoch a aplikovaním potrebných opatrení možno zabezpečiť spoľahlivosť a dlhú životnosť trecích komponentov.

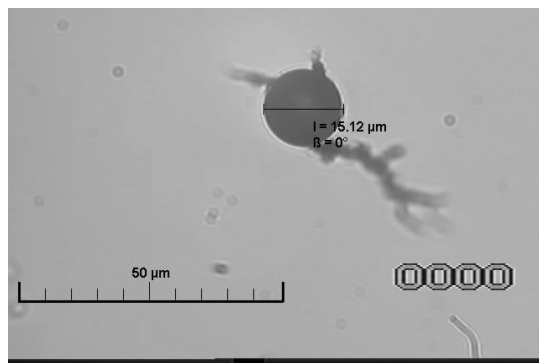
Pre metódu na zistenie čistoty oleja sa vypočítala rozšírená neistota U pre $k = 2$ v závislosti od počtu častíc v 1 ml. Pre počet častíc v rozsahu od 100 do 1000 ks ml^{-1} je $U = 27\%$ a v rozsahu od 1000 do 20 000 ks ml^{-1} je $U = 21\%$. Správnosť merania počtu častíc bola overená meraním certifikovaného materiálu NIST SRM MTD 2806. V tab. II je uvedená výtlačnosť stanovenia počtu častíc v jednotlivých veľkostných triedach.

Ferografia je technika aplikovaná na analyzovanie častíc opotrebovania v mazacom oleji. Separuje častice nachádzajúce sa v mazive pôsobením silného magnetického poľa s gradientom a popisuje zachytené častice opotrebovania. Pre definovanie režimu opotrebovania sa posudzujú nasledovné charakteristiky izolovaných produktov:

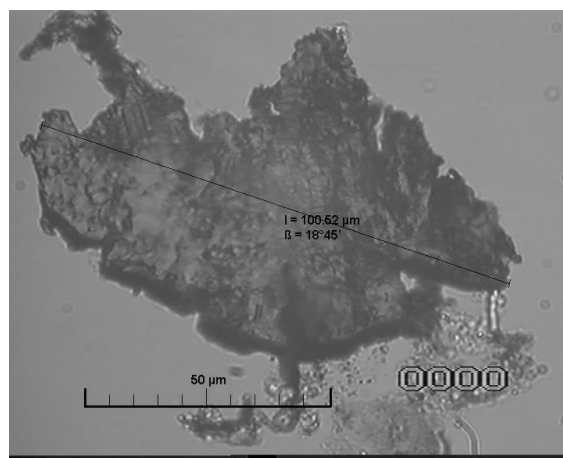
- pozícia častice na vytvorenom ferograme,
- orientácia hlavného rozmeru častice,
- tvár častice,
- charakteristika povrchu častice – farba, ryhovanie, jamkovatosť (pitting) a pod.

Výsledkom ferografickej analýzy je určenie druhu a intenzity opotrebovania podľa identifikovaných charakteristík izolovaných častíc. Ferografické hodnotenie stavu maziva je v tribotechnickom laboratóriu charakterizované troma stupňami opotrebovania:

- Normálny stav – začínajú sa vytvárať častice malých rozmerov a v malom množstve s veľkosťou 5 až 10 μm a vytvárajú retiazky drobných častíc.
- Medzný stav – častice väčších rozmerov vo väčšom množstve a rôznej morfológie, veľkosti do 30 μm a malého množstvo sférických častíc veľkosti 5 až 15 μm (obr. 2).



Obr. 2. Ukážka sférickej častice, ktorá signalizuje poruchu ložiska



Obr. 3. Ukážka nemagnetickej šmykovej častice, ktorá vznikla pri nadmernom zaťažení

- Kritický stav – vysoká koncentrácia častíc abnormálneho opotrebovania veľkosti (30–150 μm), napr. šmykové častice s výrazným ryhovaním na povrchu (obr. 3), abrazívne častice vo forme tenkých drôtkov a špirál veľkosti nad 100 μm .

Ferografia je veľmi vhodná metóda na skoré odhľadanie vznikajúcej poruchy stroja, prípadne na jej popretie. Je možné ňou identifikovať a popísať častice, ktoré nie je možné stanoviť spektrometricky. Využíva sa na identifikáciu a popis častíc veľkosti väčšinou od 5 do 150 μm .

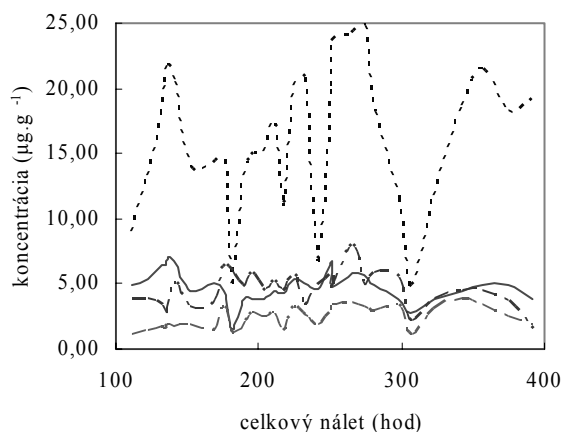
Príklad tribotechnickej diagnostiky v praxi

Popísané metódy tribotechnickej diagnostiky sa využívajú na diagnostiku leteckej techniky. Na nasledovnom príklade je možné vysvetliť využitie uvedených metód v praxi. Od začiatku prevádzky leteckého motora bola zaznamenaná zvýšená koncentrácia Fe a Ti. Koncentrácie ostatných diagnosticky významných prvkov nepresahovali

Tabuľka III

Referenčné hodnoty [$\mu\text{g g}^{-1}$] koncentrácií diagnosticky významných prvkov pre sledovaný typ leteckého motora

Prvok	Referenčná hodnota koncentrácie
Fe	12
Cu	9
Sn	10
Al	4
Ti	4

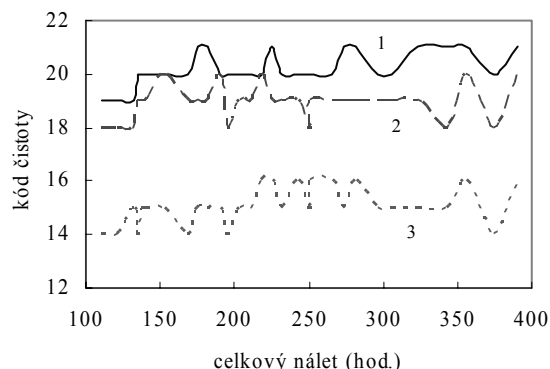


Obr. 4. Koncentrácia diagnosticky významných prvkov (--- Fe, — Cu, ... Sn, - - Al) nameraná vo vzorkách odobratých z olejového systému leteckého motora v závislosti od celkového náletu

referenčné hodnoty, ktoré sú uvedené v tab. III. Na obr. 4 je znázornená časová závislosť koncentrácie prvkov na odpracovaných hodinách (celkový nálet).

Počas prevádzky motora výsledky analýzy na optickom počítači signalizovali mierne znečistenie kvapaliny mechanickými nečistotami. Namerané koncentrácie mechanických nečistôt sú typické pre daný typ motora. Z hľadiska pravdepodobnosti výskytu nadmerného abrazívneho opotrebovania a teda i pravdepodobnosti poruchy, sa ako bezpečné triedy čistoty uvádzajú (dvojičíselný kód pre častice veľkosti 5 a 15 μm – staré kódovanie) kódy 15/12, pre triedy čistoty väčšie ako 19/14 je definovaná nebezpečná zóna. Na obr. 5 je znázornená časová závislosť hodnôt kódov čistoty definujúcich tri veľkostné triedy prvkov na odpracovaných hodinách počas prevádzky motora.

Výsledky ferografických analýz vzoriek počas prevádzky motora nesignalizovali ani v jednom prípade nepriaznivý režim opotrebovania kinematických dvojíc obmývaných mazacou kvapalinou. Analýzou boli identifikované retiazky drobných magnetických adhezívnych častíc (veľkosť častíc v retiazkach od 5 do 10 μm), nemagnetické



Obr. 5. Koncentrácia mechanických nečistôt (definovaná kódmi čistoty pre veľkosť častíc: (1) 2 μm , (2) 5 μm , (3) 15 μm), nameraná vo vzorkách odobratých z olejového systému motora

častice veľkosti do 30 μm , sférické častice veľkosti priemeru do 5 μm a polyméry so zachytenými drobnými časticami. Na celej ferografickej stope bol zaznamenaný zvýšený výskyt častíc veľkosti 5 až 10 μm . Po okrajoch stopy boli zachytené vlákna a nečistoty. Častice identifikované na ferogramoch charakterizujú normálne opotrebovanie trecích dvojíc a sú obvyklé pre motory daného typu.

Prevádzku sledovaného motora možno z tribotechnického hľadiska hodnotiť ako bezproblémovú. Kinematické dvojice obmývané mazacou kvapalinou nevykazovali počas sledovaného obdobia známky zvýšeného alebo nenormálneho opotrebovania.

Záver

Metódy tribotechnickej diagnostiky pre kvalitatívne a kvantitatívne stanovenie častíc nachádzajúcich sa v mazive počas prevádzky stroja, poskytujú veľa dôležitých informácií o stave trecích častí stroja, čím umožňujú identifikovať vznikajúcu poruchu, prípadne ju aj lokalizovať. Metóda RD OES sa využíva na stanovenie koncentrácie chemických prvkov nachádzajúcich sa v oleji. Optickou metódou počítania častíc sa zisťuje čistota kvapalín. Ferografická analýza dáva informáciu o morfológii a tvare magnetických a nemagnetických častíc zachytených na ferografickej stope. Každá z metód poskytuje len čiastočnú informáciu o časticiach vznikajúcich opotrebovaním stroja, alebo prienikom z vonkajšieho prostredia. Využitím všetkých troch metód súčasne sa získa dostatočné množstvo informácií potrebných pre tribotechnickú diagnostiku motora.

Príspevok vznikol za podpory grantovej agentúry VEGA MŠ SR č. 1/4155/07.

LITERATÚRA

1. Doleček V.: *VIII International Conference: Tribotechnics in theory and practice*, 21. – 24. April 1997, Skalický Dvůr. Part II, str. 72, Sekurkon, Praha 1997.
2. Davies A.: *Handbook of Condition Monitoring*. Chapman & Hall, London 1998.
3. Stopka J.: Ropa, uhlie, plyn a petrochémia 42, 3 (2000).
4. ASTM D 6595-00: *Determination of Wear Metals and Contaminants in Used Lubricating Oils or Used Hydraulic Fluids by Rotating Disc Electrode Atomic Emission Spectrometry*, November 2000.
5. ISO 4406: *Hydraulic fluid power -- Fluids -- Method for coding the level of contamination by solid particles*, 1999.

J. Mihalčová and H. Al Hakim (*Department of Operation of Technological Systems, Technical University, Prešov*): **Tribotechnical Diagnostics in Waste Oil Operation I. Methods of Evaluation of Wear Particles in Oils**

Tribotechnical diagnostics of the waste aircraft engine oil was performed by analysis and evaluation of particles by emission spectrometry with rotating disc electrode, particle counting and by a ferrographic technique based on the effect of powerful magnetic field gradient. The methods made it possible to evaluate the concentration and properties of particles: The methods afforded the concentrations of Fe, Al, Cr, Cu, Mg, Ni, Si, Ti, Pb, Sn, Ag, and Mo, the number of particles and particle size distribution as well as provided information on the wear state and a possible risk of failure.