

Hodnotenie fyzikálno-chemických vlastností použitých olejov v tribotechnickej diagnostike

Evaluation of Used Oils Physico-Chemical Properties in Tribotechnical Diagnostics

Janka Mihalčová, Hekmat Al Hakim

Abstrakt

Tribotechnická diagnostika využíva niektoré analytické metódy na hodnotenie miery opotrebovania olejov, teda ich mazacích schopností a tým sprostredkované sleduje stav mechanických systémov stroja. Výsledky analýz oleja sa v závislosti od stupňa jeho znehodnotenia a typu stroja môžu v praxi využívať na stanovenie optimálnych časových intervalov pre výmenu mazacích kvapalín. K metódam ktoré sa využívajú na hodnotenie vlastností použitých mazacích olejov za účelom tribotechnickej diagnostiky patria aj metódy na sledovanie fyzikálno-chemických vlastností olejov. Druhý zo série troch článkov diagnostických metód sa zaoberá metódami stanovenia viskozity, celkového čísla kyslosti (TAN), obsahu vody metódou podľa Karla Fischera a stanovením bodu vzplanutia v otvorenom tégliku.

Kľúčové slová: olej, tribotechnická diagnostika, viskozita, celkové číslo kyslosti, obsah vody, bod vzplanutia.

Abstract

Tribotechnical diagnostic use someone analytical methods for assessment of degree of oils degradation, thus their lubrication capability and by vicariously monitor condition of mechanical systems of machine. Results of analysis of lubrication oil dependence from degree of its degradation and design of machine is possible utilizing for assignment of optimal time interval in practice. The methods with are used for assessment quality of degradation lubrication oils for tribotechnical diagnostic belong methods of study of physic-chemical characteristics of oils. These methods deal with monitoring characteristics of oil, which are changed by its ageing. Belong here methods of determination of viscosity, total acid number (TAN), water by Karl Fischer and flash point open cup.

Keywords: lubrication oil, tribotechnical diagnostic, viscosity, TAN, water content, flash point.

1 Úvod

Využívanie metód tribotechnickej diagnostiky zabezpečuje zvýšenie bezpečnosti a spoľahlivosti prevádzky, je prevenciou vzniku porúch a prostriedkom k určeniu technického stavu strojov a režimu trenia a opotrebovania. Je dokázané, že problémy s prevádzkou strojov sú zapríčinené z 85% znečisteným olejom a zo 70% produktmi starnutia maziva [1].

Mazacie oleje sú počas svojho pôsobenia vystavené vysokej teplote, tlakom a prieniku nežiadúcich látok z vonkajšieho prostredia, čiže vnútornej a vonkajšej kontaminácii. Tým dochádza k vzniku degradačných produktov v oleji, jeho kontaminácii a úbytku aditív. Tieto vplyvy narúšajú funkčné vlastnosti olejov a materiálov obmývaných olejom. Sledovaním vlastností mazacích olejov počas ich použitia v prevádzke stroja sa zisťuje životnosť oleja, jeho

schopnosť chrániť stroj a súčasne aj stav tohoto stroja [2]. K metódam, ktorými sa v tribotechnickom laboratóriu sledujú fyzikálno-chemické vlastnosti oleja patrí stanovenie viskozity, celkového čísla kyslosti, vody metódou podľa K. Fischera a stanovenie bodu vzplanutia.

2 Experimentálna časť

Viskozita

Pre stanovenie kinematickej viskozity sa používa poloautomatický viskozimeter TAMSON TV 200/AKV (obr. 1) a meranie i spracovanie výsledkov sa vykonáva podľa normy STN EN ISO 3104+AC. Metóda je založená na automatickom meraní doby prietoku daného objemu meranej vzorky kvapaliny v dôsledku pôsobenia gravitačnej sily v kalibrovanej Ubbelohdeho trubici alebo manuálne pomocou Ostwaldovej trubice [3].

Na overenie kalibrácie viskozimetrických trubíc sa využívajú certifikované referenčné materiály (CRM) CANON S60 a N1000, sú to ropné oleje s certifikovanou hodnotou viskozity pri danej teplote. Pre stanovenie kinematickej viskozity v rozsahu od 2 do 100 mm².s⁻¹ je hodnota rozšírenej neistoty (U) s koeficientom rozšírenia k = 2 rovná 2 %.

Celkové číslo kyslosti

Celkové číslo kyslosti sa stanovuje na automatickom potenciometrickom titrátore 702 SM TITRINO (obr. 2).



Obr. 1 Poloautomatický viskozimeter TAMSON TV 200/AKV na stanovenie kinematickej viskozity
Fig. 1 Semi-automatic viscometer TAMSON TV 200/AKV for determination kinematical viscosity

Meria sa potenciál na indikačnej sklenenej elektróde oproti referenčnej chloridostriebornej elektróde v súlade s normou STN 65 6070. Na meranie sa využíva 0,1 mol roztok KOH. Presnosť a správnosť merania je zabezpečené použitím CRM hydrogénftalátu draselného pri stanovení faktora roztoku KOH [4]. TAN je udané množstvom KOH v mg, ktoré je potrebné na neutralizáciu 1 gramu vzorky.

Pre stanovenie TAN v rozsahu od 0,01 do 1,5 mg KOH /g vzorky je $U = 8 \%$.

Obsah vody

Na stanovenie obsahu vody metódou podľa Karl Fischera sa rovnako využíva automatický potenciometrický titrátor ako pre stanovenie TAN, ale za použitia vhodných nádstavcov. Meranie sa uskutočňuje pomocou volumetrickej titrácie s automatickou bi-ampérometrickou indikáciou koncového bodu v súlade s normou STN 65 0330. Na meranie sa používa dvojité platínová elektróda. Na titráciu sa využíva Fischerove činidlo HYDRANAL Titrand 2, ktoré obsahuje jód a oxid siričitý, ktoré sú rozpustené v zmesi bezvodného metanolu a pyridínu. Princípom metódy je oxidačno-redukčná reakcia, pri ktorej reagujú jód a oxid siričitý v bezvodnom metanole a pyridíne s vodou vo vzorke [5]. Olejová vzorka sa rozpúšťa vo Fischerovom rozpúšťadle HYDRANAL Solvent Oil, ktoré obsahuje imidazol, oxid siričitý, 1-hexanol a metanol.

Presnosť merania je zabezpečená meraním referenčného materiálu 34849 nadväzného na CRM NIST SRM 2890. Pre obsah vody metódou podľa K. Fischera v rozsahu od 0,01 do 10% je $U = 8 \%$.



Obr. 2 Automatický potenciometrický titrátor 702 SM TITRINO na stanovenie celkového čísla kyslosti a obsahu vody

Fig. 2 Automatic potentiometry titrator 702 SM TITRINO for determination total acid number and water content

Bod vzplanutia

Na stanovenie bodu vzplanutia v otvorenom tégliku sa využíva automat FP-92 5G (obr. 3). Metóda spočíva v zohrievaní vzorky v otvorenom tégliku predpísanou rýchlosťou do prvého vzplanutia pár skúšanej vzorky nad hladinou po priblížení plameňa v súlade s normou STN ISO EN 2592 [6]. Stanovuje sa pre kvapalné ropné látky s teplotou vzplanutia nad 80°C.

Presnosť merania je zabezpečená medzilaboratónymi porovnávacimi meraniami vo vzorkách pokrývajúcich celý merací rozsah. Pre meranie bodu vzplanutia v otvorenom tégliku podľa Clevelanda v rozsahu od 100 do 300°C je $U = 4 \%$.



Obr. 3 Automat FP-92 5G na stanovenie bodu vzplanutia v otvorenom tégliku

Fig. 3 Automatic apparatus FP-92 5G for determination flash point in open cup

3 Výsledky a diskusia

Viskozita je jednou z najdôležitejších vlastností kvapalných mazív. Určuje tvorenie kvapalinového trenia, alebo mazania, únosnosť mazacieho filmu, veľkosť odporu pri rozbehu pohyblivých častí motora, tesniacu schopnosť maziva, jeho čerateľnosť a tepelnú vodivosť. Charakterizuje mieru vnútorného trenia v kvapaline, čiže odporu proti vzájomnému posunu molekúl kvapaliny. V použítom oleji viskozita rastie s dôvodu vzniku nečistôt, a to buď prienikom z vonkajšieho prostredia alebo opotrebovaním a starnutím oleja. Pokles viskozity môže byť spôsobený zriedením oleja napríklad s palivom z dôvodu netesností v motore. Hodnota viskozity by sa v priebehu prevádzky nemala zmeniť o viac ako $\pm 15 \%$ od hodnoty udanej pre čistý olej.

Za účelom hodnotenia vlastností syntetického motorového oleja ASTO-555 (Aero Shell Turbine Oil 555) v olejovom systéme leteckých motorov, boli stanovené hodnoty kinematickej viskozity pri teplote 40°C a 100°C. Z nameraných hodnôt viskozít bolo zistené, že došlo k zmiešaniu oleja ASTO-555 s minerálnym olejom MS-8P, čo bolo potvrdené aj infračervenou spektrálnou analýzou. Hodnoty viskozity pre oleje ASTO-555 a MS-8P, ktoré musia pracovné kvapaliny spĺňať aj v prevádzke sú uvedené v tabuľke č. 1. S nameranými hodnotami viskozity pri teplote 37,8 °C a 100 °C boli porovnané výsledky spektrálnej analýzy.

Tab. 1 Tabuľkové hodnoty viskozity leteckých motorových olejov udané v predpise S-PHM-21-2

Table 1 Table values of viscosity of airforce engine oil specified in rule S-PHM-21-2

Typ oleja	Tabuľkové hodnoty kinematickej viskozity (mm ² /s)		
	37,8 °C	50 °C	100 °C
ASTO-555	najmenej 25	—	5,15 - 5,25
MS-8P	—	najmenej 8	—
Typ oleja	Tabuľkové hodnoty kinematickej viskozity (mm ² /s)		
	37,8 °C	50 °C	100 °C
ASTO-555	najmenej 25	—	5,15 - 5,25
MS-8P	—	najmenej 8	—

V tabuľke č. 2 sú porovnané hodnoty pomerov zmiešania spomínaných olejov v danej vzorke a jej prislúchajúce hodnoty viskozity. Z nameraných hodnôt vyplýva, že výsledky infračervenej spektrálnej analýzy odpovedajú výsledkom viskozity, pričom sa zistilo, že väčšina dodaných vzoriek je znehodnotená zmiešaním a z toho dôvodu nespĺňajú dostatočne mazacie vlastnosti pracovnej kvapaliny (hodnoty viskozity), ktoré sú odporúčané výrobcom.

Celkové číslo kyslosti je veľmi dôležitým ukazovateľom kvality používaného oleja. Starnutie oleja je spôsobené oxidáciou uhlíkovodíkového základu oleja, čím vznikajú látky, ktoré majú kyslé vlastnosti. Nárast TAN v použitých olejoch signalizuje nárast kyslých produktov oxidácie. Číslo kyslosti by nemalo rásť o viac ako o polovicu, od hodnoty určenej pre čistý olej. V bežnej prevádzke leteckých olejov doposiaľ nebolo zistené výrazné zvýšenie TAN, ktoré by bolo spôsobené zvýšeným vznikom kyslých produktov oxidácie oleja.

Tab. 2 Porovnanie výsledkov korelácií IČ spektier vzoriek s výsledkami merania ich viskozity

Table 2 Comparison of correlation results between IR spectra and kinematical viscosity of samples

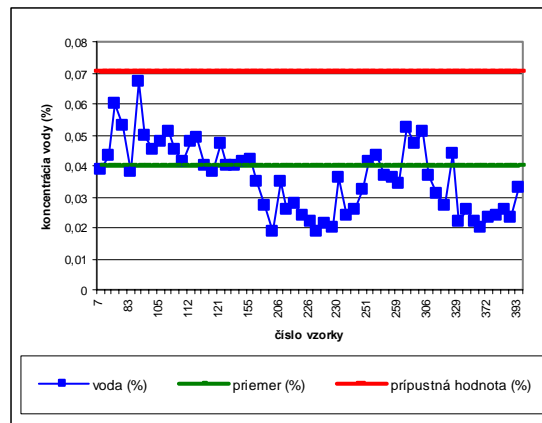
Číslo vzorky	Pomer zmiešania pracovných kvapalín		Viskozita ($\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)	
	ASTO-555 (%)	MS-8P (%)	37,8 °C	100 °C
1052	95	5	28,07	5,08
1053	80	20	20,58	4,05
1054	95	5	28,17	5,10
1055	30	70	14,23	—
1056	80	20	21,54	4,22
1057	90	10	24,45	4,59
1058	90	10	24,02	4,56
1059	90	10	24,00	4,56
1060	90	10	22,67	4,40
1061	90	10	22,04	4,34
1062	10	90	11,74	2,81
1063	90	10	24,50	4,62
1064	90	10	26,04	4,85
1065	20	80	14,78	3,38
1066	90	10	23,90	4,49
1067	20	80	12,38	2,83

Pre kontrolu správneho nastavenia potenciometrického titrátoru bolo potrebné vypracovať regulačný diagram. Na vytvorenie regulačného diagramu bol v priebehu niekoľkých dní opakovane analyzovaný čistý olej ASTO-555. Je to jeden z typov olejov, ktoré sa bežne analyzujú v laboratóriu. Celkom bol olej analyzovaný 11 krát. Výsledkom každého merania bol priemer z dvoch stanovení. Priemerná hodnota všetkých výsledkov meraní je 0,56 mg KOH/g vzorky. Hodnota smerodajnej odchýlky je 0,068 mg KOH/g vzorky. Výsledky meraní sú znázornené na obr. 4.

Prítomnosť vody znižuje kvalitu mazacieho filmu, zvyšuje možnosť korózie kovových súčiastok stroja a ochudobňuje mazacu kvapalinu o aditíva. Dôsledkom je zvýšený oder a opotrebovanie, čo môže spôsobiť poruchu ložísk, upchatie filtrov a zapečenie motora. Voda môže spôsobovať vytváranie emulzií a kalov. Vo väčšine olejov používaných v leteckých motoroch je prítomnosť vody nepripustná. Skutočnosť je však iná. Počas jedného roka prevádzky bol sledovaný vo vzorkách olejov odobratých z jedného typu lietadiel obsah vody metódou podľa K. Fischera. Celkom

bolo analyzovaných 54 vzoriek olejov. Z týchto meraní bolo zistené, že priemerný obsah vody v oleji týchto motorov je 0,04 %. Hodnota smerodajnej odchýlky všetkých stanovení je rovná 0,011. Výsledky meraní obsahov vody vo vzorkách olejov sú znázornené na obrázku č.5.

Bod vzplanutia pre opotrebované oleje slúži k stanoveniu približného obsahu zriedujúcich a horľavých látok. Pomocou tejto metódy je možné zistiť nariadenie meranej vzorky oleja napríklad s palivom, vodou alebo inou kvapalinou ktorá znehodnocuje vlastnosti oleja, čím sa znižuje prevádzkovú spoľahlivosť stroja.



Obr. 5 Priebeh meraní obsahu vody vo vzorkách použitých olejov odobratého počas prevádzky

Fig. 5 Process of water content measurements in used oils samples taken for engine operation

Zakalenie oleja počas práce v leteckom motore bolo príčinou jeho analýzy v laboratóriu. Okrem iných skúšok bol v motorovom leteckom oleji stanovený aj bod vzplanutia v otvorenom tégliku. Na základe infračervenej analýzy bolo zistené, že došlo zmiešaniu oleja MS-8P s olejom ASTO-555. Hodnota bodu vzplanutia v čistom oleji MS-8P je 175 °C. Nameraná hodnota bodu vzplanutia skúšobnej vzorky bola nižšia, a to 162 °C. Predpokladalo sa, že zmiešaním s olejom ASTO-555, ktorého bod vzplanutia je 245 °C, vzrastie hodnota bodu vzplanutia. Zníženie bodu vzplanutia sa dá vysvetliť tým, že vzájomným zmiešaním týchto kvapalín vznikli látky ktoré sú viac horľavé ako čistý olej MS-8P.

4 Záver

Stanovenie viskozity v opotrebovaných olejoch je dôležitou informáciou o únosnosti mazacieho filmu medzi trecími plochami pre zabezpečenie ochrany mazacích systémov. Číslo kyslosti udáva množstvo kyslých látok v oleji a tým určuje stupeň jeho zostarnutia. Prítomnosť vody v oleji vo viazanej alebo voľnej forme predstavuje nežiaduci činiteľ, ktorý vzniká počas prevádzky stroja, čím spôsobuje nepriaznivé degradačné procesy v mazine.

Metódy využívané na zisťovanie fyzikálno-chemických vlastností oleja, nachádzajúceho sa počas prevádzky v olejovom systéme motora, umožňujú získať veľa informácií o stave motora. Pomocou informácií s výsledkov meraní je možné dedukovať dostatočné, alebo nedostatočné utesnenie motora, prípadne utesnenie chladiaceho systému, dokonalosť mazania a chladenia. To znamená, že pomocou týchto metód a znalosti technického systému je možné identifikovať vznikajúcu poruchu, prípadne ju aj lokalizovať.

**Pokračovanie príspevku je na str. 37/
Continuance Papers is about Page 37**