

УДК 5433.42.8

АТОМНО-ЭМИССИОННЫЙ СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫЙ АНАЛИЗАТОР ДЛЯ КОМПЛЕКСНОГО ИЗМЕРЕНИЯ ПАРАМЕТРОВ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ЧАСТИЦ В СМАЗОЧНОМ МАСЛЕ ДВИГАТЕЛЕЙ ВНУТРЕННЕГО СГОРАНИЯ (ДВС)

В. Г. ДРОКОВ, В. Вл. ДРОКОВ, В. В. МУРЫЩЕНКО, Ю. Д. СКУДАЕВ

Научно-исследовательский институт прикладной физики ФГБОУ ВО
«Иркутский государственный университет»
Иркутск, Россия

UDC 5433.42.8

ATOMIC EMISSION SCINTILLATION ANALYSER FOR COMPLEX MEASUREMENTS OF PARAMETERS OF METALLIC WEAR PARTICLES IN OIL SAMPLES OF INTERNAL COMBUSTION ENGINES (ICE)

V. G. DROKOV, V. VL. DROKOV, V. V. MURISHENKO, Y. D. SKUDAEV

Аннотация

Дан краткий анализ диагностических возможностей атомно-эмиссионного и рентгенофлуоресцентного методов при оценке технического состояния ДВС по величине содержания металлической примеси в смазочном масле. Приведены информационные и аналитические характеристики атомно-эмиссионного сцинтилляционного способа анализа, на примере нескольких типов автомобильных двигателей продемонстрированы его возможности. Показано, что в случае нахождения элемента одновременно в форме износных частиц и металлоорганической примеси (присадки), сцинтилляционный метод позволяет отдельно получать информацию о каждой из этих форм.

Ключевые слова:

сцинтилляционный атомно-эмиссионный анализ, частицы изнашивания, сцинтилляционный анализатор, диагностический параметр, моторное масло, присадка, элементный состав частицы, достоверность диагностики, форма нахождения элемента, металлоорганическая примесь.

Abstract

A brief analysis of diagnostic capabilities of atomic emission method and x-ray fluorescence method for evaluating state of internal combustion engines by measurement of metallic impurity amount in oil sample is presented. Informational and analytical features of atomic-emission scintillation method are given. Then, atomic-emission scintillation method is used to determine state of several types of automobile engines. It's shown that scintillation method allows to determine the amount of element present in particle and dissolved form in oil sample as separate values.

Key words:

atomic-emission scintillation analysis, wear particles, scintillation analyser, diagnostic feature, motor oil, oil additive, elemental composition of particle, diagnostic reliability, element in particle and dissolved form, metal-organic impurity.

Опыт эксплуатации автотранспортных средств показывает, что выполнение регламентных видов технического обслуживания и ремонта не всегда повышает ресурс автомобильных двигателей и снижает вероятность отказов.

Например, отказы агрегатов с замкнутой системой смазки могут составлять в общем балансе отказов автотранспортной карьерной техники от 38 до 48 % [1]. Такая ситуация во многом определяется изменением в процессе эксплуатации автомобиля свойств смазочного масла. Для оценки смазывающих свойств и загрязненности смазочного масла используют лабораторные физико-химические и спектральные методы анализа.

Физико-химические методы обладают высокой достоверностью, позволяют оценивать качество масла и, соответственно, производить своевременную его замену. Однако данные методы не отвечают на вопрос о степени изношенности тех или иных агрегатов, остаточного ресурса двигателя. Поставленные вопросы призваны решать спектральные классические методы – атомный эмиссионный и рентгенофлуоресцентный [1–3].

Наибольшее распространение для диагностики систем, омываемых маслом, получили атомно-эмиссионные спектрометры со способом подачи пробы масла в дуговой разряд методом вращающегося электрода [4].

Представленный в работе [4] материал показывает, что несоответствие по размерам частиц металлической примеси, находящихся в стандартном образце (СО) и в анализируемой пробе (размер частиц превышает 8–10 мкм), может приводить к значительным систематическим погрешностям, которые при определении содержания, могут достигать сотен процентов. Тем не менее, в нормативных документах эти влияния не обсуждаются и не учитываются.

Следует заметить, что способ введения пробы в разряд с помощью вращающегося электрода был изначально предложен для анализа растворов. Попытки анализировать этим способом пробы масла, содержащие определяемые примеси в виде износных металлических частиц сложного и, к тому же, изменяющегося гранулометрического состава являются, по видимому, не совсем оправданными.

В этой связи наилучшим применением атомно-эмиссионного метода с подачей пробы в разряд с вращающимся электродом является использование его для входного контроля при оценке содержания металлоорганической примеси, содержащейся в масле в виде присадки.

Наряду с атомно-эмиссионным методом для измерения качества масел и параметра «содержание» в пробах масел для оценки технического состояния двигателя распространение в России нашел рентгенофлуоресцентный метод анализа.

В работе [3] с помощью рентгенофлуоресцентного анализа установлена эмпирическая зависимость интенсивности фона рентгенофлуоресцентных спектров моторных масел от продолжительности их работы, которая позволяет обосновать диагностический параметр для контроля качества сма-

зочных материалов в процессе эксплуатации. В этой же работе [3] спектры измерялись в жидкостной кювете, поэтому произвести оценку величины содержания отдельных элементов не представлялось возможным, в связи с сильным влиянием фона. Такой факт является существенным ограничением данного подхода.

Для устранения влияния фона, снижения пределов обнаружения, увеличения представительности пробы используется методика осаждения износных частиц на мембранный фильтр типа Владипор [5].

В рентгеноспектральном анализе, так же как и в атомно-эмиссионном, основным условием обеспечения правильности результатов измерения, содержания металлической примеси является соответствие по физико-химическим свойствам СО и анализируемой пробы. Согласно действующей методике, градуирование рентгеновских анализаторов осуществляется СО, приготовленными на основе измельченных окислов металлов. Однако в аттестате рентгенофлуоресцентной методики, так же как и в аттестате атомно-эмиссионной, вопросы влияния несоответствия СО анализируемой пробе на величину аналитического сигнала не обсуждаются, что приводит к пропуску дефектов.

Кроме размеров частиц при рентгенофлуоресцентных измерениях имеется еще один фактор, влияющий на величину измерения массовой доли. Этот фактор связан с процессом подготовки пробы к анализу.

Дело в том, что при осаждении частиц на мембранный фильтр их количество на поверхности фильтра будет зависеть от функции распределения частиц по размерам. В некоторых случаях большая часть частиц проходит сквозь фильтр в слив. Оставшиеся на поверхности фильтра частицы могут давать величину содержания элементов не связанную с техническим состоянием двигателя [6], что может привести к ошибочной постановке диагноза.

Таким образом, использование классических спектральных методов для оценки технического состояния ДВС по величине содержания в пробе масла подвержено следующим влияниям:

- влияние способа подачи пробы в разряд вращающимся электродом, при котором аналитический сигнал формируется только за счет мелких частиц, при этом вклад крупных частиц не учитывается;
- влияние подготовки пробы (при использовании мембранного фильтра), при которой часть частиц уходит в слив и измеренная величина массовой доли может содержать значительную погрешность;
- влияние функции распределения частиц по размерам на измеренную величину содержания. Погрешность в измерении содержания может составлять более 100 %;
- измеряется всего один диагностический параметр «содержание» элемента, что недостаточно для постановки высокодостоверного диагноза.

Следует отметить, что даже точное измерение содержания отдельных элементов не всегда гарантирует правильную оценку технического состоя-

ния двигателя, поскольку один и тот же элемент может находиться в виде присадки и в виде частиц изнашивания [4].

Разработка новых методов должна учитывать, либо снижать названные влияния и обеспечивать получение дополнительной информации о параметрах частиц изнашивания.

В последние годы разрабатывается и внедряется технология диагностирования авиационных газотурбинных двигателей (ГТД) по результатам измерения параметров частиц изнашивания сцинтилляционным методом. Принцип сцинтилляционного метода подробно описан в [7].

Достоверность результатов диагностики авиационных ГТД по результатам сцинтилляционных измерений составила порядка 90 % с точностью до узла, что подтверждено заводской разборкой [8].

Сцинтилляционный анализатор, разработанный для диагностики авиационных ГТД, позволяет при аналитическом объеме пробы в 1 см³ за время 20 минут получить следующую информацию по 8 элементам (Al, Cr, Ni, Mg, Fe, Cu, Ag, V):

- содержание элемента, находящегося в масле в составе частиц изнашивания (размер частиц более 2 мкм);
- содержание элемента, растворенного в масле (присадки) и(или) содержащегося в виде субмикронных частиц (размер частиц менее 2 мкм);
- число «простых» частиц, состоящих только из одного элемента;
- число «сложных» частиц, состоящих из двух и более элементов;
- общее число зарегистрированных частиц;
- средний размер частиц данного элемента в пробе;
- элементный состав каждой износной частицы.

В качестве источника возбуждения спектров в анализаторе используется конструкция СВЧ плазмотрона циклонного типа, которая обеспечивает пропорциональную связь между аналитическим сигналом и параметрами частиц в диапазоне их размеров от 2 до 80 мкм.

В качестве плазмообразующего газа используется сжатый воздух. Применение воздуха является положительным моментом, поскольку, во-первых, не требует доставки и применения более дорогих газов – азота и аргона, а, во-вторых, является окислителем при сжигании масла. С другой стороны, состав плазмообразующего газа определяет температуру плазмы, она составляет порядка 5500 К. Такая температура накладывает ограничения на выбор анализируемых элементов, который ограничен потенциалом возбуждения линий и не превышает 5,0 эВ.

В процессе анализа пробы в режиме реального времени блок обработки информации сцинтилляционного анализатора формирует протокол результатов измерений, форма которого приведена в работе [9].

Полученные результаты по параметрам частиц автоматически сравниваются с соответствующими параметрами статистической модели эталонного двигателя, сформированного на основании статистической обработки массива данных исправных двигателей, находящихся в эксплуатации. Раз-



личие между эталонным и исследуемым двигателями сопоставляют с вероятными изменениями технического состояния.

Цель настоящей работы заключалась в конструктивной и методической адаптации сцинтилляционного анализатора под анализ автомобильных масел и демонстрации его диагностических возможностей.

При анализе автомобильных масел были дополнительно выведены еще 4 элемента (Mn, Mo, Ti, Si), усовершенствовано программное обеспечение.

В рамках исследований были проанализированы пробы масел, отобранные из картера ДВС автомобилей Лада Гранта, 2015–2016 гг. выпуска.

Табл. 1. Количество частиц, зарегистрированных в пробах масел марки №1

№ пробы	10035	10043	10042	10040	10036	10044	10037	10039	10041	10038
Пробег, км										
Кол-во частиц, см ⁻³	6084	16987	49588	60339	64352	77723	78510	102583	113702	117755
Al	52	8292	13	13	5	19	9	77	18	34
Cr	13	85	59	83	11	34	46	2945	203	334
Ni	15	2934	14	33	12	20	39	21	24	21
Mg	49438	41472	40378	33696	33442	37529	32383	45602	42510	44271
Fe	1205	49888	12371	12823	897	120	5175	48597	1148	7170
Cu	22	20692	36	9	12	12	6	252	6	17
Ag	0	2	0	1	1	1	0	3	0	2
V	1	0	0	0	1	1	1	0	0	0
Mn	23	6408	37	26	14	12	10	203	12	35
Mo	63905	1491	41707	51444	52821	50658	48078	48796	53661	53585
Ti	8	7	6	6	5	7	3	8	6	4
Si	2	4	1	4	3	3	2	4	1	3

Результаты анализа расположены в порядке увеличения наработки двигателя с начала его эксплуатации. В табл. 1 представлены результаты анализа проб с 10 автомобилей, работающих на масле №1, все двигатели работали на газе. В табл. 2 представлены результаты анализа с семи автомобилей, работающих на масле марки №2, при этом два с бензиновыми двигателями.

Сравнение между собой соответствующих данных в табл. 1, 2 показывает, что при сопоставимых пробегах автомобилей количество износных частиц в двигателях, использующих масло №2, по большинству элементов, в несколько раз меньше, чем в двигателях, использующих масло №1, что указывает на лучшие смазочные свойства масла №2.

В табл. 1 имеется проба (№10043, пробег 16987 км), в которой наблюдается более низкое количество частиц Mo и более высокое количество частиц Fe, Mn, Cu.



Табл. 2 Количество частиц, зарегистрированных в пробах масел марки №2

№ пробы	10050	10051	10046	10049	10047	10045	10048
Пробег, км							
Кол-во частиц, см ⁻³	4387	6520	53780	82792	10981 9	11685 0	180550
Al	12	116	9	5	23	7	9
Cr	6	2	14	7	74	34	23
Ni	5	6	13	4	11	10	4
Mg	8582	15606	7174	6328	4062	7611	5920
Fe	512	12399	186	8978	602	16838	92
Cu	15	357	3	10	46	2	13
Ag	0	0	0	2	0	0	4
V	1	1	0	1	0	1	0
Mn	14	16	13	13	15	15	21
Mo	7220	260	7218	2255	3079	2087	4864
Ti	4	4	2	5	3	3	5
Si	2	0	1	1	3	1	2

Рассмотрим подробнее результаты анализа по данному двигателю. Фрагмент протокола сцинтилляционных измерений частиц изнашивания для пробы №10043В приведен табл. 3.

В табл. 3: N – общее количество зарегистрированных частиц; N_{пр} – общее количество одноэлементных частиц; C_p – содержание элемента в металлоорганической форме либо в виде частиц размером менее 2 мкм; C_ч – содержание элемента в частицах износа размером более 2 мкм; D – средний размер частиц.

Результаты табл. 3 показывают, что повышенному износу, вероятнее всего, подверглись детали, выполненные из сплава с присутствием марганца. Под это подходит группа марганцовистых сталей 15Г, 20Г, 40Г, 35Г2. Согласно ГОСТ 4543-71 данные стали используются для изготовления валов, шестерней, коленчатых валов и других нагруженных деталей.

Табл. 3. Фрагмент протокола сцинтилляционных измерений параметров частиц в пробе №10043

Элемент	N, см ³	Nпр, см ³	Ср, г/т	Сч, г/т	С, г/т	D, мкм
Al	8292	74,5	4,75	0,21	4,96	2,58
Cr	85	0,5	0,02	0	0,02	1,56
Ni	2934	15,5	1,07	0,04	1,11	1,38
Mg	41472	4779,5	3,5	1,63	5,13	3,5
Fe	49888	20181,5	31,72	29,06	60,78	5,21
Cu	20692	294,5	3,82	0,17	3,98	1,2
Ag	2	0	0	0,02	0,02	7,51
V	0	0	0	0	0	0
Mn	6408	79,5	1,82	0	1,82	0
Mo	1491	100	1,98	0	1,98	0
Ti	7	3	0	0	0	0
Si	4	0,5	0	0	0	0
Состав сложных частиц					Количество	
-Mg-Fe					14166,5	
-Mg-Fe-Cu					7787	
-Mg-Cu					2389	
-Al-Mg-Fe-Cu					2055	
-Al-Mg-Fe-Cu-Mn					1411	
-Mg-Fe-Cu-Mn					1067	
-Al-Ni-Mg-Fe-Cu-Mn					804,5	
-Al-Mg-Cu					721	
-Al-Mg-Cu-Mn					552	
-Al-Ni-Mg-Cu-Mn					373	
-Mg-Cu-Mn					363	

Можно предположить, что повышенному износу подвергся коленчатый вал с подшипниками скольжения, который был обусловлен (износ) низким количеством противоизносной присадки на основе молибдена.

Несмотря на то, что по Fe, Cu, Mn получились достаточно высокие значения по количеству зарегистрированных частиц, величина содержания по этим элементам не превышает критических ($C_{Fe}=60,78$ г/т, $C_{Cu}=3,98$ г/т). Значения содержаний для исправного двигателя по данным элементам $C_{Fe}\sim 50$ г/т, $C_{Cu}\sim 5$ г/т. Вероятнее всего, в данном двигателе обнаружен дефект на ранней стадии его развития.

В табл. 4 приведены сведения по количеству частиц изнашивания в работающем масле двигателя с указанием его мощности и пробега автомобиля.

Табл. 4. Количество зарегистрированных частиц износа по элементам Al, Cr, Ni, Mg, Fe, Cu, в автомобилях иностранных производителей

Марка авто, год выпуска, пробег, мощность	Al	Cr	Ni	Mg	Fe	Cu
Toyota Cresta, 1996 г/в, 220 л/с, 339000 км	10	84	23	28280	1434	2924
Nissan March, 2001 г/в, 108 л/с, 120000 км	17	313	28	27200	29800	19100
Toyota Land Cruiser, 1999 г/в, 250 л/с, 202000 км	3	5	8	27730	440	25
Mitsubishi Pajero, 2008 г/в, 200 л/с, 84000 км	4	12	23	20730	900	110

Табл. 4 показывает, что независимо от года выпуска автомобиля и мощности его двигателя количество зарегистрированных частиц Mg находится в диапазоне 20000–28000 см⁻³. Вместе с тем, количество частиц Fe, Cr, Ni, Cu коррелирует с мощностью и пробегом автомобиля. Так, при пробеге в 202000 км (мощность 250 л/с) Land Cruiser оказался самым «чистым» автомобилем по сравнению с другими. Особенно это заметно в сравнении с автомобилем Nissan March (пробег 120000 км, мощность 108 л/с), двигатель которого был отправлен на капитальный ремонт.

Выводы

1. Сцинтилляционный метод позволил успешно использовать при оценке технического состояния ДВС в качестве диагностических признаков содержание элементов, концентрацию и состав металлических частиц в работающем масле двигателя.

2. Метод позволил по параметрам частиц изнашивания качественно оценить смазочные свойства двух марок моторных масел.

3. По величине параметров, в частности по содержанию элементов, получены их количественные значения, не противоречащие литературным данным.

4. Метод позволяет контролировать количество элементов в присадках и их влияние на смазочные свойства масла.

5. Измерение элементного состава частиц позволило в одном из двигателей выявить вероятный узел повышенного износа.

6. Для легковых автомобилей выявлена зависимость интенсивности износных процессов от номинальной мощности двигателя. Интенсивность износа значительно выше у двигателей с меньшей мощностью.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Власов, Ю. А.** Методология диагностики агрегатов автомобилей электрофизическими методами контроля параметров работающего масла : автореф. дис. ... д-ра техн. наук. – Томск : 2015. – 43 с.

2. [Электронный ресурс] ww.studfiles.ru/preview/5964045/p.20-29.

3. **Латышев, А. А.** Методические вопросы спектрального контроля состава масел / А. А. Латышев, Г. И. Суранов // Заводская. лаб. №7. – 2011. – Т. 77. – С. 19–24.

4. **Иноземцев, А. А.** Состояние и перспективы развития спектральной трибодиагностики авиационных газотурбинных двигателей. Ч. 1. Влияние технологий спектральных измерений массовой доли элементов в частицах изнашивания на результаты диагностирования узлов трения авиационных газотурбинных двигателей / А. А. Иноземцев [и др.] / Контроль. Диагностика. – 2011. – № 2 (152). – С 32–39.

5. **Степанов, В. А.** Разработка и исследование методов и средств комплексной диагностики смазываемых узлов трения по параметрам продуктов износа в масле : автореф. дис. ... д-ра техн. наук. – М. : 2000. – 40 с.

6. **Юдин, А. Н.** Рекомендации по нормированию критериев оценки узлов трансмиссии ГТД, по результатам спектрального анализа масла / А. Н. Юдин, В. А. Степаков // Конверсия в машиностроении. – 2002. – № 2. – С. 35–41.

7. **Иноземцев, А. А.** Состояние, перспективы развития спектральной трибодиагностики авиационных газотурбинных двигателей. Ч. 3. Сцинтилляционный атомно-эмиссионный способ измерения параметров металлических частиц в пробах авиационных масел / А. А. Иноземцев [и др.] // Контроль. Диагностика. – 2011. – № 6 (156) – С. 14–27.

8. Техническая справка №44-517141. Двигатели Д-30КП/КУ/КУ154, имевшие неисправности узлов и агрегатов, омываемых маслом, при контроле сцинтилляционным методом за период 2000–2007. – Рыбинск, ПАО "НПО "САТУРН", 2008. – 15 с.

9. **Дроков, В. Г.** Повышение достоверности диагностирования ГТД сцинтилляционным методом с целью снижения рисков возникновения чрезвычайных ситуаций при эксплуатации воздушных судов : автореф. дис. ... д-ра техн. наук. – М. : 2009. – 42 с.

