

УДК 543.45

## ПРИБОРЫ СПЕКТРО ДЛЯ ПРЯМОГО АНАЛИЗА ИЗОБРАЖЕНИЯ ЧАСТИЦ В ОБРАЗЦАХ ОТРАБОТАННОГО МАСЛА С ЦЕЛЮ ОБНАРУЖЕНИЯ АНОМАЛЬНОГО ИЗНОСА И ЗАГРЯЗНЕНИЙ

*T.G.Barraclough, D.P.Anderson, M.Lucas*  
*SPECTRO Incorporated, 160 Ayer Road, Littleton, MA 01460 USA*  
*spectro@spectroinc.com*

В статье рассмотрена конструкция прибора LaserNet Fines с акцентом на последние усовершенствования аппаратного и программного обеспечения. Соотношение анализа с помощью LNF с традиционными методами анализа масел, такими как спектральный анализ, подсчет частиц и феррография, будет рассмотрено и описано для определения возможности применения LNF в качестве контрольного инструмента для рутинного анализа образцов отработанных смазочных масел и гидравлических жидкостей с целью обнаружения аномального износа машин и механизмов.

**Томас Барраклоу – ведущий специалист компании SPECTRO Inc.**

**Область научных интересов: разработка аналитического оборудования для контроля частиц износа механизмов в отработанных маслах.**

**Автор более 20 статей.**

**Даниель Андерсон – вице-президент по продажам SPECTRO Inc.**

**Автор более 50 публикаций.**

**Мальте Лукас – научный консультант SPECTRO Inc.**

**Область научных интересов: спектральный анализ отработанных масел.**

**Автор более 100 публикаций.**

Автоматический классификатор частиц износа LaserNet Fines (LNF) – это уникальный прибор, результат совместной разработки компании Lockheed Martin, являющейся одним из крупнейших в мире разработчиков и производителей в области аэрокосмических технологий и систем вооружения, и исследовательской лаборатории Военно-Морских Сил США. Прибор, общий вид которого представлен на рис. 1, сочетает в себе систему распознавания формы частиц с высокоточным счетчиком частиц (частицы > 4 мкм) в одном аналитическом приборе для прогнозирующего обслуживания с помощью анализа масел. Создаваемые с помощью лазера силуэтные изображения частиц обрабатываются с помощью специа-



Рис.1. Общий вид прибора LaserNet Fines

лизированного программного обеспечения. Все частицы размером больше 20 мкм (в основных измерениях) автоматически классифицируются на 6 категорий:

1) частицы, возникшие в результате проникновения одной поверхности в другую (срезы) – *Cutting*;

2) частицы, возникающие в результате трения двух поверхностей при очень тяжелых нагрузках или при высоких скоростях – *Severe sliding*;

3) частицы, в основном образующиеся в результате «усталости» крутящихся элементов подшипников. С данным типом износа ассоциируются 3 основных типа частиц, называемых: усталостные обломочные, сферические и пластинчатые – *Fatigue*;

4) окислы – эта категория частиц при феррографическом исследовании делится на два вида: красные и черные окислы. Как правило, красные окислы являются конечным продуктом реакции железа и кислорода при комнатной температуре, а черные указывают на неправильную смазку и чрезмерный нагрев во время образования частиц – *Oxides*;

5) волокна – *Fibers*;

6) капли воды – *Water droplets*.

Воздушные пузыри распознаются и не принимаются во внимание системой при расчетах.

### Введение

Оптико-эмиссионные спектрометры с вращающимся электродом (RDE) и индуктивно-связанной плазмой (ICP) многие годы являлись основой лабораторий анализа отработанных масел. Оба эти метода предоставляют возможность быстрого элементного анализа материалов износа, загрязняющих примесей и добавок в отработанных смазочных маслах. Результаты анализов обычно округляются до ближайшего круглого значения частей на миллион (ppm). Спектрометры определяют концентрацию растворенного материала от атомного и молекулярного уровня до частиц размером в несколько микрометров. Спектрометры ICP особенно страдают от недостаточной возможности обнаружения крупных частиц. Спектрометры RDE способны обнаруживать частицы немного большего размера, но и это преимущество быстро сходит на нет при анализе частиц больше нескольких микрометров. И оба вида спектрометров практически не реагируют на частицы размером больше 10 мкм [1,2].

Еще в начале 1970 годов было известно, что

определенные типы повреждений не могут быть легко обнаружены с помощью спектрального анализа масел. Такие типы катастрофического износа, как отслаивание (*spalling*), катастрофическое скольжение (*severe sliding*) и срез (*cutting*), приводят к образованию частиц, достаточно больших, для того чтобы остаться за пределами возможностей обнаружения стандартной спектроскопии.

В это же время, при финансовой поддержке исследовательского центра Военно-Морских Сил США (*Office of Naval Research*), была разработана и предложена к использованию методика феррографического исследования отработанных масел с целью преодоления ограничений, накладываемых спектральным методом анализа, при исследовании и прогнозировании повреждений движущихся элементов подшипников в авиационных газовых турбинных двигателях [3]. Феррография предоставляет информацию о форме и размере частиц, но требует работы опытного специалиста. Интерпретация результатов исследования всегда субъективна.

Примерно 20 лет назад был разработан не зависящий от размера частиц метод исследования, при котором масляный образец обрабатывался концентрированной кислотой для растворения крупных частиц. Далее полученный раствор анализировался на ICP спектрометре с кислотостойкой системой ввода образцов [4]. Однако впоследствии было обнаружено, что во многих случаях данный метод не мог обеспечить адекватного определения состояний повышенного износа, так как содержание крупных частиц в общей концентрации металлических частиц износа часто оказывалось намного меньше, чем содержание мелких частиц и растворенных материалов [5]. На основе полученных знаний был разработан метод спектрального анализа с использованием фильтрующих графитовых электродов (*RFS-rotrode filter spectroscopy*), обеспечивающий физическое отделение крупных частиц от остального масляного образца [6]. Метод RFS позволяет провести элементный анализ крупных частиц, но не предоставляет информации об их размере и форме. Нелегкой задачей так же оказывается получение количественно правильных результатов анализов, поскольку образец фильтруется через дисковый электрод RDE спектрометра, пористость которого, а соответственно и эффективность фильтрации, трудно контролировать.

Современные лаборатории анализа масел используют множество различных методов обнаружения крупных частиц, но все они далеки от

идеала. Техника магнитного просеивания (*magnetic screening*) достаточно чувствительна, но только для железных частиц. Аналитическая феррография - очень мощный метод, но исследование отнимает много времени и требует высококвалифицированных специалистов. Обычные счетчики частиц зарекомендовали себя как удобный инструмент для анализа «чистых» образцов, таких как гидравлические масла. Но такие счетчики не предоставляют информацию о форме частиц и не могут быть использованы при анализе темных масел, масел с несвязанными каплями воды или масел с высокой концентрацией частиц, типичной для машинных и моторных смазочных масел. Новые счетчики частиц лишены многих из этих недостатков, но все еще не дают информацию о форме частиц.

Новейший прибор LaserNet Fines был разработан для определения типа, объема и серьезности механических дефектов, при помощи обнаружения частиц износа, содержащихся в смазочных маслах, и исследования их свойств, включая форму и размер.

#### Описание LASERNET FINES

Представительный масляный образец берется из смазочной системы и помещается в прибор. Образец протекает через запатентованную смотровую ячейку, освещаемую с одной стороны пульсирующим лазером для получения статичного изображения частиц, когерентный свет проходит через жидкость и создает изображение на установленной с другой стороны ячейки видеокамере (рис.2). Каждое полученное изображение анализируется на наличие частиц. После обработки нескольких тысяч подобных изображений определяются характеристики взвешенных частиц и накапливается хорошая расчетная статистика. Концентрация рассчитывается для частиц размером от 5 мкм до более 100 мкм.

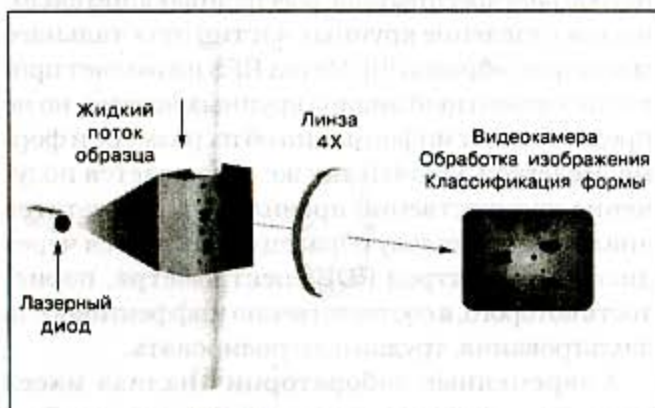


Рис.2. Принцип работы LNF

LNF принимает за размер частицы максимальную хорду, а также рассчитывает эквивалентный диаметр для совместимости с нормами ISO по чистоте. Характеристики формы рассчитываются для частиц размером больше 20 мкм. Частицы классифицируются в категории износа и загрязнений. Классификация производится с помощью специализированной аналитической программы, разработанной специально для использования в LaserNet Fines. На основе формы частиц производится их сортировка по заданным классам: усталость (*fatigue*), срезы (*cutting*), катастрофическое скольжение (*severe sliding*), неметаллы, волокна, капли воды и воздушные пузыри (рис.3). При создании программы была использована огромная библиотека частиц, распознанных экспертами.

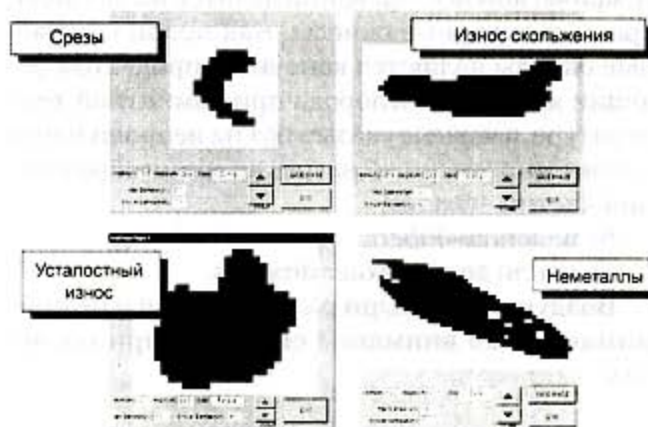


Рис.3. Классификация форм частиц в LNF

#### Способность LNF работать в качестве счетчика частиц

LaserNet Fines был разработан в основном, как автоматический классификатор частиц износа и инструмент для программ прогнозирующего обслуживания и мониторинга. Однако, благодаря возможности получения прямого изображения содержимого аналитической ячейки, прибор является чрезвычайно точным и надежным счетчиком частиц (соответствие ISO 4406:1999) без необходимости какой-либо калибровки. При производстве прибора устанавливается оптическое увеличение с помощью калибровочных объектов известного размера, после чего периодические калибровки не требуются. Время от времени на LNF приборе можно провести измерение взвеси тестовой пыли в масле например образец NIST SRM 2806) для проверки корректной работы прибора, но при этом стандартный контрольный материал не используется для калибровки LNF.

Для полного понимания, почему прибор LaserNet Fines может быть использован в качестве точного счетчика частиц, полезно рассмотреть применяемую и усовершенствуемую в течение последних тридцати лет методику калибровки автоматических счетчиков частиц.

Автоматические счетчики частиц практически полностью заменили собой оптическую микроскопию в качестве основного метода подсчета частиц загрязнения в системах с жидкой смазкой. В конце 1960-х годов была разработана процедура калибровки оптических счетчиков для обеспечения наибольшего соответствия подсчетов, полученных с их помощью, с результатами оптической микроскопии. Мелкая тестовая пыль (ACFTD), поставляемая фирмой AC Rochester, использовалась с конца 60-х годов для калибровки оптических счетчиков и впоследствии стала международным стандартом ISO 4402. Распределение тестовой пыли ACFTD по размеру измерялось с помощью сита и оптического микроскопа и основывалось на максимальном диаметре. В начале 1990-х годов, при использовании более сложного современного сканирующего электронного микроскопа (SEM), было замечено, что количество частиц в ACFTD тестовой пыли существенно больше (особенно частиц размером меньше 10 мкм), чем был принято считать при использовании оптических микроскопов, указанных в ISO 4402. В 1992 году AC Rochester прекратило производство ACFTD, после чего комитет по ISO стандартам, совместно с Национальной ассоциацией гидроэнергетики (*National Fluid Power Association - NFPA*), решили разработать современный метод калибровки счетчиков частиц, основанный на новой присадке с легко прослеживаемым распределением по стандартам NIST (Национальный институт стандартов). В качестве присадки была выбрана ISO средняя тестовая пыль (MTD), и после ее помещения в виде взвеси в гидравлическую жидкость MIL-H-5606 был получен калибровочный раствор, известный теперь как NIST SRM 2806.

При анализе ISO MTD на автоматическом счетчике частиц, откалиброванном с помощью ACFTD (рис. 4), и сканировании на электронном микроскопе проявляется сильная разница в распределении размеров частиц. Результаты показывают, что ниже 10 мкм NIST демонстрирует гораздо больше частиц, чем при калибровке с помощью ACFTD. Это объясняется значительно большей чувствительностью сканирующего электронного микроскопа в сравнении с оптическим микроскопом, применяемым в шестидесятые годы.

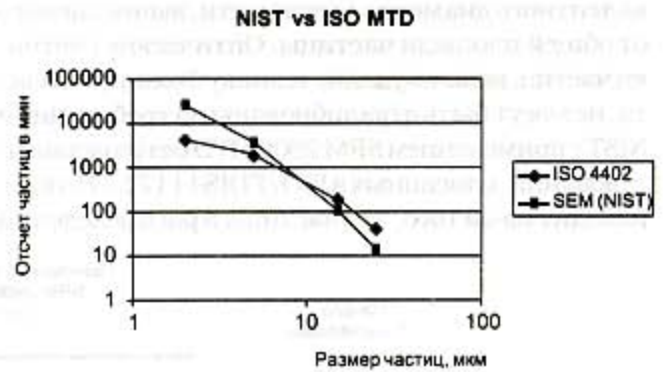


Рис.4. Сравнение распределения размера частиц NIST и ISO 4402

Рассмотрение результатов выше 10 мкм выявляет противоположную тенденцию, меньше частиц наблюдается с помощью NIST в сравнении с ACFTD калибровкой. Это происходит потому, что эквивалентный диаметр окружности, используемый NIST для расчета распределения частиц, меньше, чем максимальный диаметр, используемый ACFTD (рис. 5).



Рис.5. Максимальный и эквивалентный диаметры окружности

Показатели двух распределений пересекаются в диапазоне 10 мкм. Пересмотренный метод был утвержден 9 декабря 1999 года как метод ISO/FDIS 11171 для автоматических счетчиков частиц. Метод включает в себя множество усовершенствований для достижения соответствия требованиям NIST. 2 декабря 1999 ISO изменило кодовые значения >5 мкм / >15 мкм на трехзначный код >4 мкм / >6 мкм / >14 мкм для корректного отображения новой калибровочной процедуры с использованием стандартов NIST. Размеры 6 и 14 мкм были выбраны для избежания сильного изменения в кодовых значениях в процессе перехода на новый метод калибровки.

NIST SRM 2806, используемый для оптических счетчиков частиц, представляет собой пыль, состоящую из частично прозрачных частиц. Сертифицированное распределение измеряется с помощью сканирующего электронного микроскопа и экви-

валентного диаметра окружности, вычисляемого от общей площади частицы. Оптические счетчики частиц, использующие технику блокировки света, не могут быть откалиброваны по требованиям NIST с применением SRM 2806 MTD без усовершенствований, описанных в ISO/FDIS 11171. Это происходит из-за того, что частицы в распределении

имеют разную степень прозрачности.

После калибровки счетчика частиц новым ISO MTD стандартом размер любой обнаруженной твердой частицы будет завышен, так как она будет блокировать больше света, чем калибровочная частица с таким же диаметром, но с прозрачными участками (рис. 6).

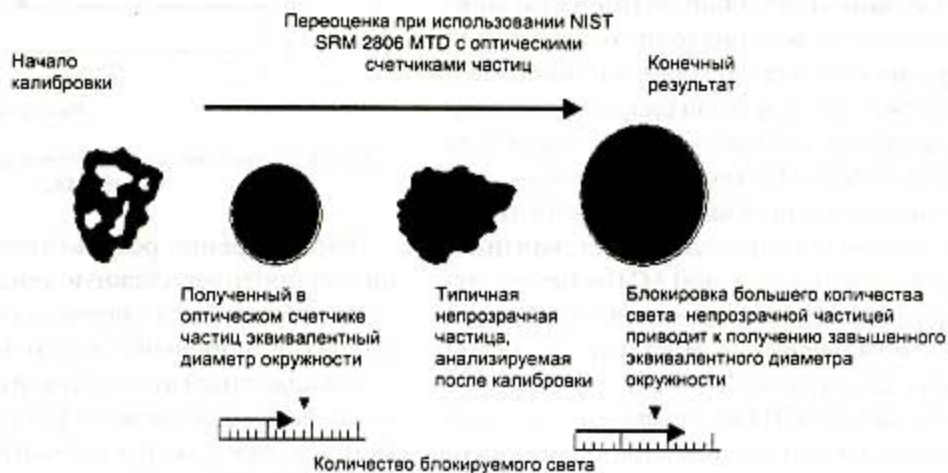


Рис.6. Переоценка при использовании NIST SRM 2806 MTD с оптическими счетчиками частиц

Для LaserNet Fines калибровки с помощью NIST SRM 2806 не требуется, так как прибор работает напрямую с цифровыми изображениями частиц. Программное обеспечение при расчетах заполняет любые полупрозрачные области волокон или оксидов, встречающихся в образце, и рассчитывает как эквивалентный диаметр окружности, так и максимальный диаметр для определения гидравлической чистоты (ISO нормы) и тенденций износа. LNF позволяет так же проверять образец на соответствие NAS и NAVAIR нормам чистоты. Норма NAS 1638 – разработана американской аэрокосмической производственной ассоциацией и схожа с ISO 4406. Норма NAVAIR 01-1A-17 является американским военноморским стандартом.

LaserNet Fines демонстрирует соответствие нормам NIST SRM 2806 и поэтому является ISO совместимым прибором.

### Практическое применение

LNF – новый передовой аналитический прибор, обеспечивающий при использовании в трибологической лаборатории быстрое получение необходимой и важной информации. И хотя данный прибор относительно нов, он уже прекрасно зарекомендовал себя на рынке контроля состояния машин и механизмов с помощью анализа масел. LNF может быть использован как полезное дополнение к другим аналитическим прибо-

рам или как самостоятельный счетчик и классификатор частиц.

### Контроль коробки передач тяжелого самосвала Caterpillar 755

Подсчет частиц указывает на высокое содержание частиц (в верхних пределах норм ISO) во всех критичных категориях (рис. 7).

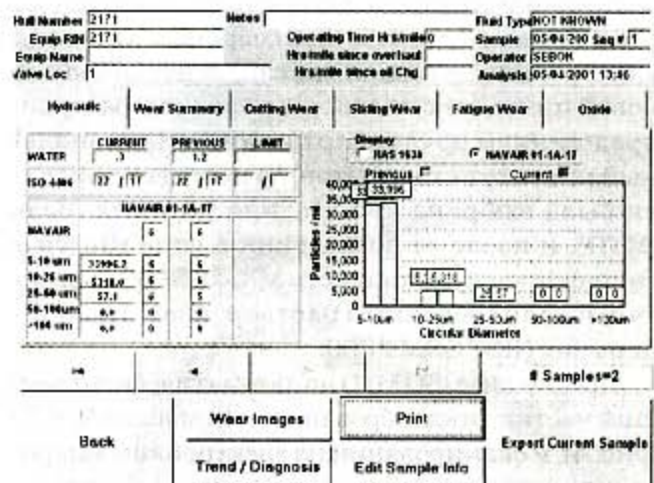


Рис.7. Окно программы LNF, показывающее подсчет частиц в гидравлической жидкости трансмиссии

Количество и характеристики частиц износа (рис. 8) указали на то, что машина работала в режиме сильного износа. Вскоре после проведения анализа коробка передач вышла из строя, подтвердив тем самым поставленный диагноз.

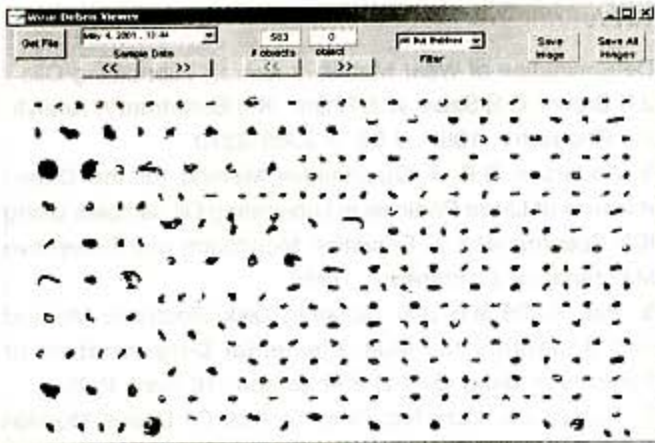


Рис.8. Окно программы, демонстрирующее все обнаруженные в образце частицы >20 мкм

*Контроль двигателя тяжелого колесного погрузчика ковшевого типа Caterpillar 988A*

Показатель ISO по количеству частиц выглядит нормальным, хотя количество частиц, возникающих при усталости материала, может указывать на возможный износ подшипников (рис. 9).

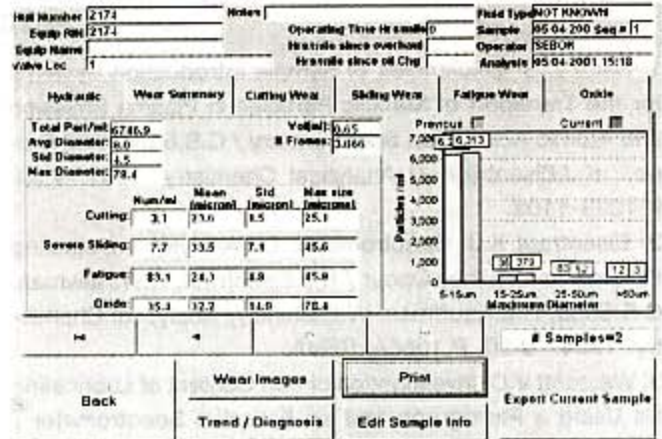


Рис.9. Окно программы, демонстрирующее общие данные по обнаруженным частицам износа

Ненормальный износ, проявляющийся в появлении частиц усталости материала, вызывает беспокойство и указывает на возможную необходимость дополнительного феррографического анализа (рис. 10).

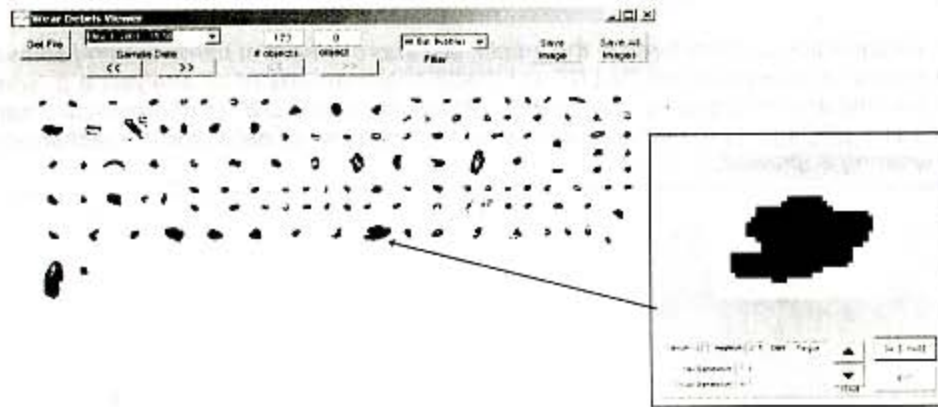


Рис.10. Окно программы, демонстрирующее все обнаруженные в образце частицы

*Контроль состояния морского дизеля Cummins*  
Анализ показывает увеличение во всех категориях повышенного износа для частиц >20 мкм (рис. 11).

Большинство частиц настолько крупные, что результаты спектрального анализа не смогли выявить тенденции (рис. 12).

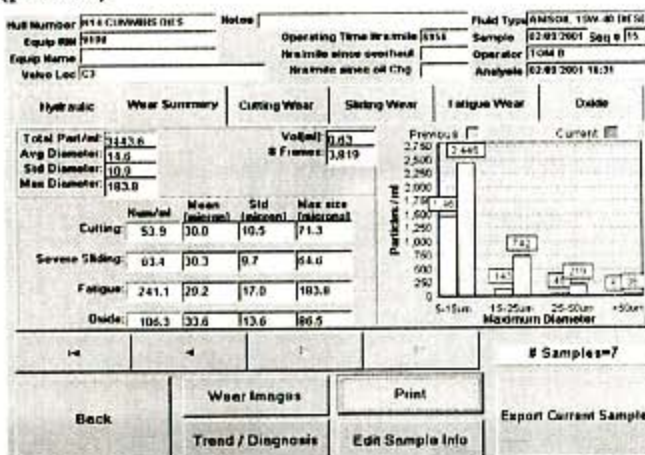


Рис.11. Окно программы, демонстрирующее общие данные по обнаруженным частицам износа

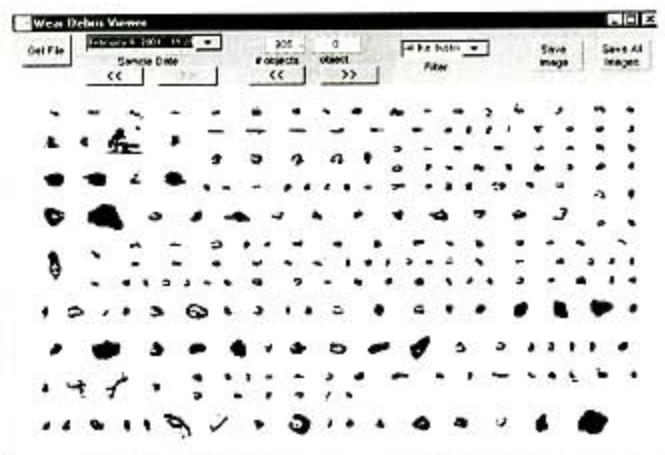


Рис.12. Окно программы, демонстрирующее все обнаруженные в образце частицы

## ЛИТЕРАТУРА

1. Saba C.S. Efficiencies of Sample Introduction Systems for the Transport of Metallic Particles in Plasma Emission and Atomic Absorption Spectrometry / C.S.Saba, W.E.Rhine, K.J.Eisentraut // Analytical Chemistry. 1981. V.53. P.1099-1103.
2. Eisentraut K.J. Spectrometric Oil Analysis - Detecting Failures Before they Occur / K.J.Eisentraut, R.W.Newman, C.S.Saba, R.E.Kauffman, W.E.Rhine // Analytical Chemistry. 1984. V.56. P.1086A-1094A.
3. Westcott V.C. Investigation of Iron Content of Lubricating Oil Using a Ferrograph and an Emission Spectrometer / V.C.Westcott, W.W.Seifert // Wear, 1973. V.23. P.239-249. This work was sponsored in part by Office of Naval Research Contract No. N00014-72-C-0278.
4. Brown J.R. Particle Size Independent Spectrometric Determination of Wear Metals in Aircraft Lubricating Oils / J.R.Brown, C.S.Saba, W.E.Rhine, K.J.Eisentraut // Analytical Chemistry, 1980. V.52. P.2365-2370.
5. Anderson D.P. A Quantitative Method for the Determination of Large Particles in Lubricating Oil Samples Using ICP Spectrometry // Condition Monitoring and Preventive Maintenance Conference. 1989.
6. Pat. 5,408,306 U.S. Rotating Disk Electrode Method and Apparatus for Multi-Elemental Determination of Particles in Used Oil / D.P.Anderson, 18 April 1995.
7. Tucker J.E. LaserNet Fines Optical Oil Debris Monitor / J.E.Tucker, J.Reintjes, T.L.McClelland, M.D.Duncan, L.L.Tankersley, A.Schultz, C. Lu, P.L.Howard, T.Sebok, C.Holloway, S.Fockler. 1998 JOAP International Condition Monitoring Conference, P.117-124 April, 1998, Mobile AL.

\* \* \* \* \*

---

**INSTRUMENTS BY SPECTRO FOR DIRECT ANALYSIS OF PARTICLE IMAGE IN WASTE OIL WITH PURPOSE OF DETECTION OF ANOMALY WEARING AND POLLUTION**

T.G.Barraclough, D.P.Anderson, M.Lukas

*LaserNet Fines construction is considered in the article, last improvement of hardware and software is accentuated. Correlation of analytical results LNF and traditional methods of oil analysis e.g. spectral analysis, particle counting and ferrography is described. Possibility of use LNF as control instrument for routine analysis of waste oils, lubricant, hydraulic liquids with the purpose of detection of mechanism and machine anomaly wearing is showed.*

---