

Научная статья
УДК 631.3-6

ПРИМЕНЕНИЕ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ АНАЛИЗА ФИЛЬТРОГРАММ МОТОРНОГО МАСЛА, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ПАТЧ-ТЕСТИРОВАНИЯ

Валерия Константиновна Корнеева¹, Т.И. Пинчук², В.М. Капцевич³,
П.М. Спиридович⁴, И.В. Закревский⁵

^{1,3,4,5}Белорусский государственный аграрный технический университет,
г. Минск, Республика Беларусь

²Государственное научно-производственное объединение порошковой
металлургии, г. Минск, Республика Беларусь

¹erakor1974@mail.ru

Аннотация. Показана возможность применения современной электронной микроскопии для анализа частиц загрязнений на фильтрограмме, полученной методом патч-тестирования. На примере моторного масла марки *Shell Rimula 10W40* определены размеры и химический состав загрязнений, присутствующих в моторном масле работающего двигателя.

Ключевые слова: электронная микроскопия, моторное масло, патч-тестирование, фильтрограмма, размеры, химический состав.

Для цитирования: Корнеева В.К., Пинчук Т.И., Капцевич В.М., Спиридович П.М., Закревский И.В. Применение электронной микроскопии для анализа фильтрограмм моторного масла, полученных методом патч-тестирования // Инновации в природообустройстве и защите в чрезвычайных ситуациях: Сборник трудов XI Международной научно-практической конференции – Саратов: ФГБОУ ВО Вавиловский университет, 2024, С. 493-498.

Original Article
UDC 631.3-6

APPLICATION OF ELECTRON MICROSCOPY FOR ANALYSIS OF EN- GINE OIL FILTROGRAMS OBTAINED BY PATCH TESTING METHOD

V.K. Korneeva¹, T.I. Pinchuk², V.M. Kaptsevich³, P.M. Spiridovich⁴,
I.V. Zakrevsky⁵

^{1,3,4,5}Belarusian State Agrarian Technical University, Minsk, Republic of Belarus

²State Scientific and Production Association of Powder Metallurgy, Minsk,
Republic of Belarus

¹erakor1974@mail.ru

Annotation. The possibility of using modern electron microscopy to analyze pollutant particles on a filtergram obtained by patch testing has been demonstrated.

Using Shell Rimula 10W40 motor oil as an example, the sizes and chemical composition of contaminants present in the motor oil of a running engine were determined.

Key words: electron microscopy, motor oil, patch testing, filtergram, dimensions, chemical composition.

For citation: Korneeva V.K., Pinchuk T.I., Kaptsevich V.M., Spiridovich P.M., Zakrevsky I.V. Application of electron microscopy for analysis of engine oil filter patterns obtained by patch testing // Innovations in Environmental Management and Protection in Emergency Situations: Proceedings of the XI International Scientific and Practical Conference – Saratov: Vavilovsky University, 2024, pp. 493-498.

Моторное масло, как конструкционный элемент ДВС, является источником информации, как о состоянии самого масла, так и о работоспособности двигателя. В процессе работы ДВС под воздействием высоких температур и давлений, при контактировании с металлическими поверхностями, водой, топливом и воздухом в моторном масле происходит процесс непрерывного накапливания загрязнений, приводящий к постепенному ухудшению и потере необходимых эксплуатационных свойств – масло подвергается старению. Накапливание загрязнений отрицательно сказывается на работоспособности узлов и агрегатов ДВС, приводит к преждевременному износу ответственных и дорогостоящих деталей и, как следствие, к увеличению расхода топлива и смазочных материалов. По своему отрицательному воздействию, как на состояние самого масла, так и на работу двигателя, наиболее опасными загрязнениями являются абразивные частицы и продукты износа ДВС.

Диагностика состояния рабочих механизмов ДВС, работающих в условиях смазки, может успешно осуществляться на основе анализа частиц износа, присутствующих в моторном масле, по размерам и количеству которых можно определить интенсивность изнашивания рабочих поверхностей деталей [1], по форме частиц – характер износа [2], по химическому составу частиц – конкретные изнашиваемые детали [3].

Одним из методов, позволяющих оценить размеры, количество и природу абразивных частиц и продуктов износа, является метод патч-тестирования (мембранная фильтрация), заключающийся в вакуумной фильтрации образца моторного масла через мембранный фильтр с последующим анализом осажденных частиц на полученной фильтрограмме (патч-тесте) [4, 5].

Анализ фильтрограмм можно осуществлять визуальным осмотром (невооруженным глазом или при небольших увеличениях при помощи лупы) [5], с использованием оптических микроскопов, а также с применением электронной микроскопии [6, 7]. Электронная микроскопия, в отличие от других методов анализа, позволяет оценить не только размеры, количество и форму частиц загрязнений, но и установить химический состав этих частиц [8].

Целью настоящей работы является показать возможность применения современной электронной микроскопии для анализа размеров и химического

состава частиц загрязнений на фильтрограмме, полученной методом патч-тестирования моторного масла работающего ДВС.

Для проведения лабораторных исследований при получении фильтрограмм моторного масла марки *Shell Rimula 10W40* с наработкой 30 ч была использована собранная в БГАТУ установка мембранной фильтрации (рисунок 1) с мембраной из ацетата целлюлозы МФАС-НВ (ЗАО НТЦ «Владипор», Российская Федерация) с заявленными производителем размерами пор, равными 0,8–0,9 мкм. Анализ фильтрограмм проводили на сканирующем электронном микроскопе «*Mira*» фирмы «*Tescan*» (Чехия) с микрорентгеноспектральным анализатором «*INCA 350*» фирмы «*Oxford Instruments*» (Великобритания) (рисунок 2). В сканирующем электронном микроскопе «*Mira*», позволяющем характеризовать неоднородные материалы и поверхности, исследуемая область облучается тонкосфокусированным электронным пучком.

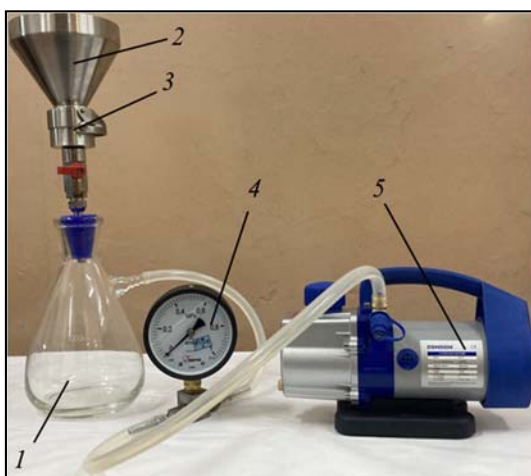


Рисунок 1 – Установка для мембранной фильтрации: 1 – колба; 2 – воронка; 3 – фильтродержатель с мембранным фильтром; 4 – вакуумметр; 5 – насос



Рисунок 2 – Сканирующий электронный микроскоп «*Mira*» с микрорентгеноспектральным анализатором «*INCA 350*»

Исследование элементного состава проводилось с помощью микрорентгеноспектрального анализатора «*INCA 350*» фирмы «*Oxford Instruments*» (Велико-

британия). В результате сканирования возникают вторичные и обратно отраженные электроны, характеристическое рентгеновское излучение, оже-электроны и фотоны, которые используются для измерения различных характеристик исследуемого объекта: топографии поверхности; состава; кристаллографической ориентации и т. д. Детекторы вторичных электронов (*SE*) и обратно отраженных электронов (*BSE*) позволяют проводить исследование образцов в двух режимах: при съемке в режиме *SE* контраст на изображении создается за счет отражения электронного пучка от поверхности образца, а в режиме *BSE* – за счет атомного номера элементов образца. Микроскоп «*Mira*» при ускоряющем напряжении 20 кВ имеет высокое разрешение, достигающее 10–15 нм, а микроанализатор «*INCA 350*» имеет минимальный предел обнаружения элемента 0,5 % с погрешностью 5–15 %.

На рисунке 2 представлена микроструктура исходной мембраны МФАС-НВ при увеличении 500× и 2 000×. Анализ полученных изображений (рисунок 3, б) показывает, что мембрана, в отличие от фильтровальной бумаги, например, «синяя лента», имеет не волокнистую структуру пор, а ячеистую. Кроме того, размер пор мембраны, заявленный производителем (0,8–0,9 мкм), не соответствует действительности и составляет 0,6–2,8 мкм.

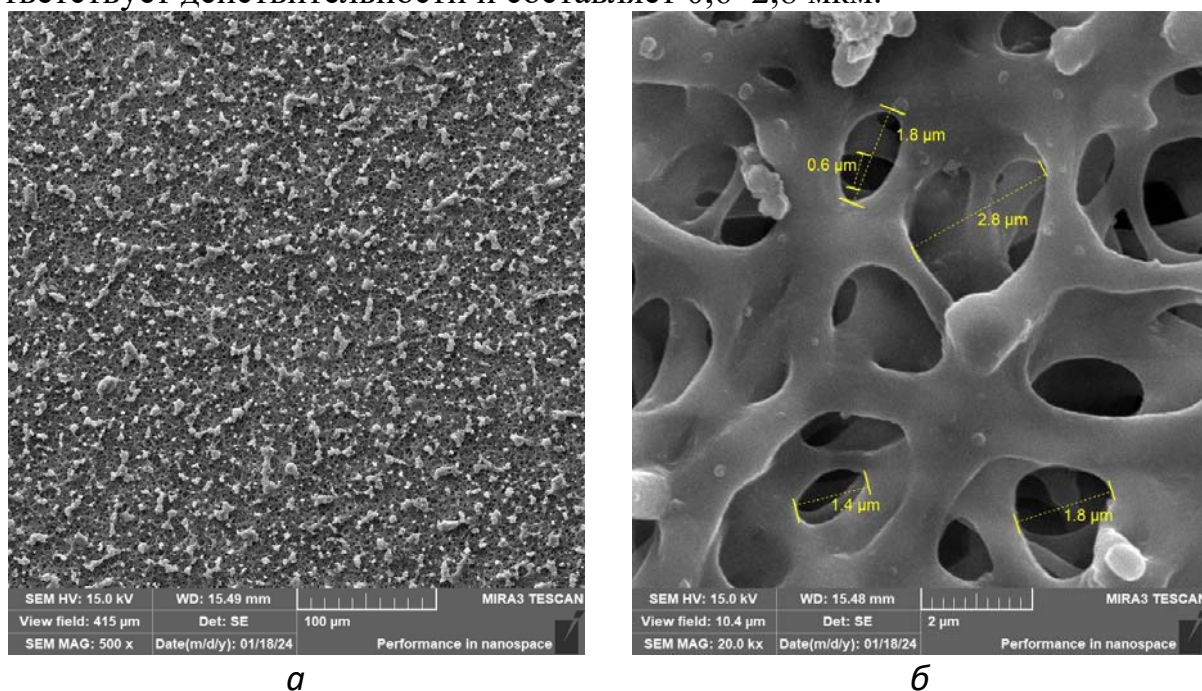
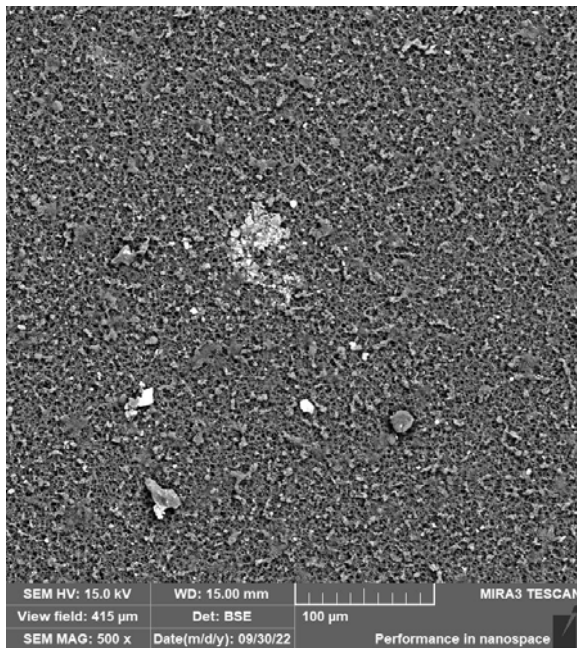
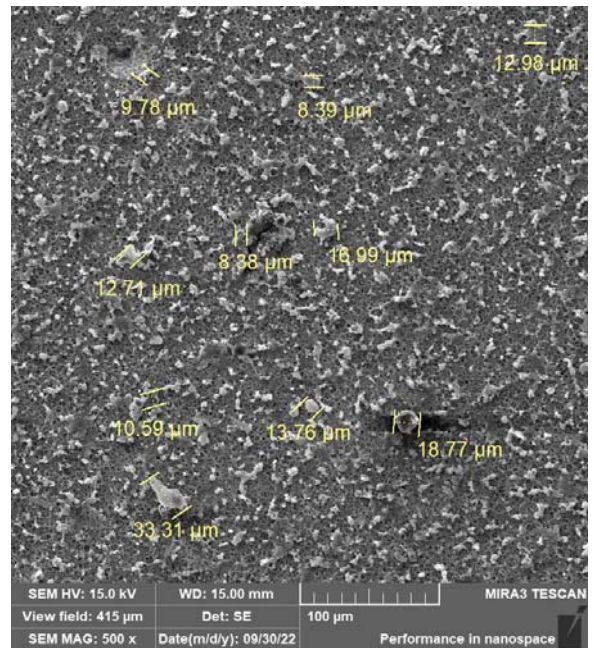


Рисунок 3 – Микроструктура мембраны МФАС-НВ при увеличении:
а – 500×; б – 2 000×

На рисунке 4 приведены изображения участка полученной фильтрограммы моторного масла, исследуемой на электронном микроскопе «*Mira*» в режиме *SE* (рисунок 4, а) и в режиме *BSE* с измеренными размерами частиц (рисунок 4, б).



а

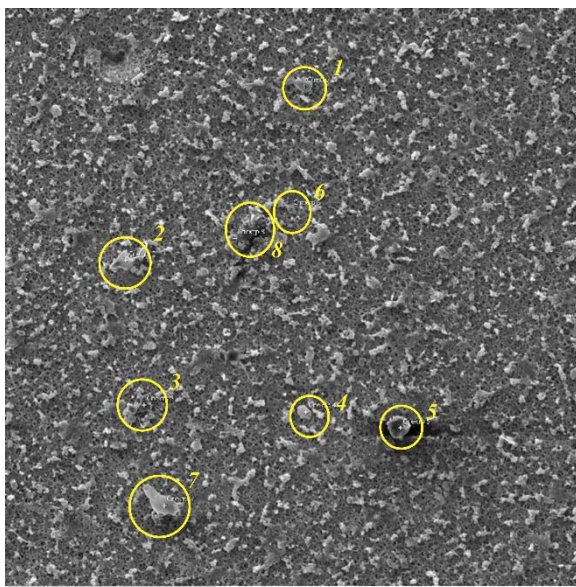


б

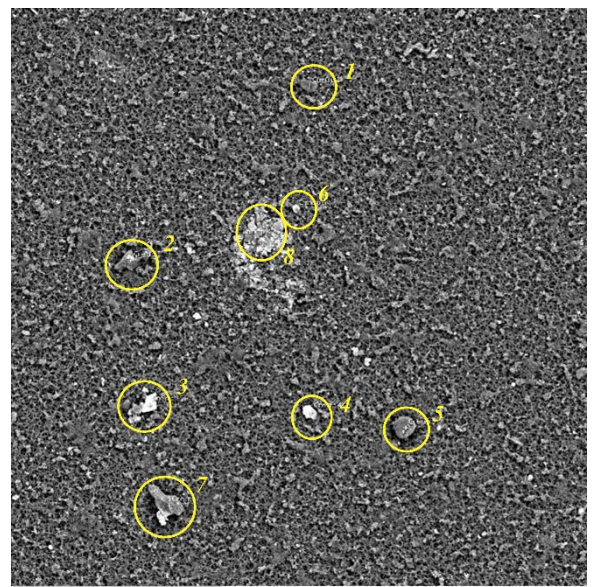
Рисунок 4 – Изображение фильтрограммы моторного масла марки *Shell Rimula 10W40* с наработкой 30 ч, полученная на электронном микроскопе «Mira» в режимах: а – BSE; б – SE

Полученные изображения свидетельствуют о наличии в работающем моторном масле частиц размером порядка 8–35 мкм.

Химический состав частиц загрязнений на фильтрограмме (рисунок 5) определен с помощью микрорентгеноспектрального анализатора «INCA 350» (таблица).



а



б

Рисунок 5 – Фильтрограмма моторного масла марки *Shell Rimula 10W40* с наработкой 30 ч с выделенными спекторами

Таблица 1 – Микрорентгеноспектральный анализ фильтрограммы

Номер спектра	Химический состав, %											
	O	Na	Al	Si	S	Cl	K	Ca	Fe	Cu	Zn	W
1	77,9	2,3	0,4	1,4	1,6	1,0	0,3	2,0	0,4	8,0	2,5	0,0
2	41,3	4,8	1,9	1,4	1,6	1,9	1,5	1,4	39,2	2,3	1,7	0,3
3	3,5	0,0	0,2	0,0	0,6	0,0	0,1	0,2	94,1	0,0	0,4	0,1
4	34,0	4,3	0,2	0,2	0,6	0,3	0,0	0,3	24,1	1,8	33,5	0,0
5	59,0	6,4	2,3	3,6	1,4	8,2	9,2	3,0	2,2	1,3	0,8	0,5
6	54,7	1,5	17,7	20,9	0,1	0,1	1,3	0,7	0,8	0,3	0,3	0,5
7	61,8	2,2	1,3	2,5	0,7	1,6	1,2	19,5	2,7	3,0	1,4	0,7
8	46,5	0,2	21,7	24,0	1,0	0,2	1,5	1,3	1,4	0,3	0,8	0,6

Микрорентгеноспектральный анализ частиц загрязнений (рисунок 5), представленный в таблице свидетельствует, что в работающем моторном масле присутствуют частицы различной химической природы: частицы оксида железа (спектры 2, 4), железа (спектр 3), частицы пыли Al_2O_3 , SiO_2 , $CaCO_3$ (спектры 6–8).

Проведенные исследования доказали, что методы современной сканирующей электронной микроскопии, являются эффективными средствами анализа фильтрограмм, полученных методом патч-тестирования. Такие методы позволяют с большой вероятностью точно определить размеры и химический состав загрязнений, присутствующих в моторном масле работающего двигателя.

Список источников:

1. Управление надежностью сельскохозяйственной техники методами диагностики и триботехники / В. П. Миклуш [и др.]. – Минск: БГАТУ, 2019. – 392 с.
2. Standard Guide for Microscopic Characterization of Particles from In-Service Lubricants: ASTM D7684-11 (Reapproved 2016). – ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959. United States, 2016. – 10 p.
3. Westcott, V. Ferrographic Oil and Grease Analysis as Applied to Earthmoving Machinery / V. Westcott // SAE Technical Paper 750555. – 1975.
4. Fitch, J. Oil analysis basics / J. Fitch, D. Troyer. 2 Ed. – Tulsa: Noria Corporation, 2010. – 198 p.
5. Fitch, J.C. The Lubrication Field Test and Inspection Guide / J.C. Fitch // Noria Corporation. – 2000. – 36 p.
6. Rocky Mountain Filtration Solutions: A Companion Booklet to be used with The Portable Fluid Analysis Kit. – Colorado. – 22 p.
7. Корнеева, В.К. Оценка возможности применения фильтровальной бумаги «синяя лента» для мембранной фильтрации моторного масла / В.К. Корнеева, В.М. Капцевич, И.В. Закревский // Научно-практические аспекты развития АПК [Электронный ресурс]: мат-лы национ. науч. конф. / Краснояр. гос. аграр. ун-т, 2023.– С. 161-164.
8. Электронная микроскопия: учеб. пособие / А. И. Власов, К. А. Елсуков, И. А. Косолапов. – М.: Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2011. 168 с. : ил. (Библиотека «Наноинженерия» : в 17 кн. Кн. 11).