

## МЕМБРАННАЯ ФИЛЬТРАЦИЯ – МЕТОД ОЦЕНКИ ЗАГРЯЗНЕННОСТИ МОТОРНЫХ МАСЕЛ

**В. К. Корнеева<sup>1</sup>, Т. И. Пинчук<sup>2</sup>, В. М. Капцевич<sup>1</sup>, И. В. Закревский<sup>1</sup>,  
П. М. Спиридович<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Белорусский государственный аграрный технический университет,  
г. Минск, Беларусь, тел.: +375 (17) 272 12 54, e-mail: lerakor1974@mail.ru

<sup>2</sup>Государственное научно-производственное объединение порошковой металлургии,  
ул. Платонова, 41, 220005 г. Минск, Беларусь

Поступила 09.08.2024 г.

*Методом сканирующей электронной микроскопии исследована поровая структура поверхностей мембран марок МФАС-М-2, МФАС-НВ и ФМНЦ с разных сторон. Показано, что мембраны марок МФАС-М-2 и ФМНЦ обладают изотропной поровой структурой, в то время как мембрана марки МФАС-НВ является ассиметричной. Для реализации метода мембранной фильтрации выбрана фильтрующая поверхность мембраны марки МФАС-НВ с меньшим диаметром пор и более равномерным порораспределением, что позволило с использованием электронного микроскопа Mira 3 и микрорентгеноспектрального анализатора INCA 350 определить размеры и химическую природу частиц загрязнений в моторном масле марки Shell Rimula 10W40 с наработкой 250 ч.*

**Введение.** Моторное масло, как конструктивный элемент двигателя внутреннего сгорания (ДВС), является источником информации, как о состоянии самого масла, так и о работоспособности систем 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 наиболее опасными загрязнениями, влияющими как на состояние самого масла, так и на работу двигателя, являются абразивные частицы и продукты износа ДВС. Контроль за генерированием этих частиц и при этом определение их количества, размеров, формы и химического состава позволяют

оценить интенсивность изнашивания рабочих поверхностей деталей [1], характер износа [2], конк-ретные изнашиваемые детали [3], а также и возможные неисправности в системе воздухоочистки.

Одним из методов, позволяющих проводить такой анализ, является метод мембранной фильтрации. Метод заключается в вакуумной фильтрации образца моторного масла через мембрану с последующим анализом осажденных на ней частиц загрязнений [4, 5]. Мембрана с осажденными на ней частицами загрязнений получила название фильтрограмма.

Мембраны для мембранной фильтрации представляют собой тонкослойные материалы с ячеистой структурой пор, которые в отечественной литературе получили название высокопористые ячеистые материалы (ВПЯМ) [6]. Этот класс материалов обладает высокой пористостью (до 98 %) в сочетании с высокими удельной прочностью и удельной поверхностью. Их изготавливают из полимеров, таких как нитрат целлюлозы, ацетат целлюлозы, политетрафторэтилена и др.

Для мембранной фильтрации производят мембраны как с изотропной, так и с анизотропной

(асимметричные мембраны) структурой пор. Однако производители мембран не приводят их микроструктуру, не указывают различие в размерах пор на поверхностях мембраны, что затрудняет выбор направления фильтрации для реализации режима поверхностного фильтрования.

Анализ частиц загрязнений на фильтрограмме можно осуществлять визуальным осмотром (невооруженным глазом или при небольших увеличениях при помощи лупы) [5], с использованием оптических микроскопов или с применением электронной микроскопии [7, 8]. Электронная микроскопия, в отличие от других методов анализа, позволяет, во-первых, исследовать поровую структуру мембран и оценить размеры их пор и, во-вторых, определить не только размеры, количество и форму частиц загрязнений, но и установить химическую природу этих частиц [8].

**Целью** настоящей работы является исследование поровой структуры различных поверхностей мембран, а также оценка размеров и химической природы частиц загрязнений на фильтрограмме моторного масла методами современной электронной микроскопии.

**Материалы и методы исследований.** В качестве объекта исследований выбирали мембраны из ацетата целлюлозы марок МФАС-М-2 (ТУ 2265-012-43153636-2015) и МФАС-НВ (ТУ 22.21.41-018-43153636-2017) с заявленными размерами пор, соответственно, 0,4–2 мкм и 0,8–0,9 мкм (ЗАО НТЦ «Владипор», РФ), а также

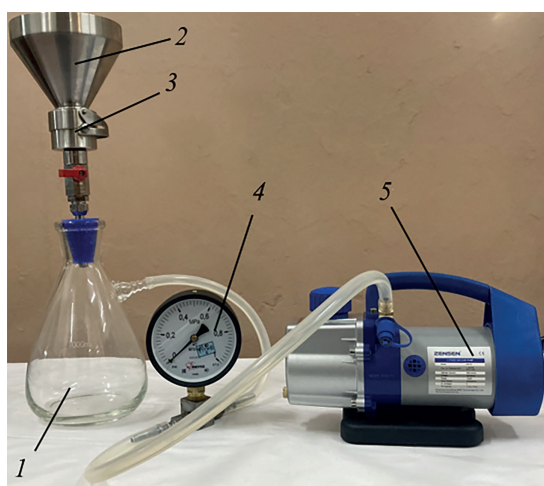


Рис. 1. Установка мембранной фильтрации:  
1 – колба Бунзена; 2 – фильтрующая воронка;  
3 – фильтродержатель с мембраной; 4 – вакуумметр;  
5 – вакуумный насос

из нитрата целлюлозы марки ФМНЦ (ТУ 9471-001-00212038-00) с заявленными размерами пор 3 мкм (ЗАО «Владисарт», РФ).

В качестве рабочей жидкости, подлежащей мембранной фильтрации, выбирали моторное масло *Shell Rimula* с наработкой 250 ч.

Для получения фильтрограмм использовали разработанную и изготовленную установку мембранной фильтрации, представленную на рис. 1.

Технология получения фильтрограмм заключалась в следующем. Пробу масла объемом 25 см<sup>3</sup> смешивали с растворителем «Уайт-спирит» (ТУ 0251-007-71162433–2011) объемом 50 см<sup>3</sup> и пропускали через мембрану с помощью вакуумного насоса. После чего дополнительно пропускали 50 см<sup>3</sup> растворителя через мембрану. Мембрану с осажденными на ней частицами загрязнений (фильтрограмму) сушили в течение 20 мин.

Пористую структуру чистых мембран и частицы загрязнений на полученных фильтрограммах исследовали при различных увеличениях при помощи сканирующего электронного микроскопа высокого разрешения MIRA 3 (фирма Tescan, Чехия). Химическую природу частиц загрязнений на фильтрограммах определяли с помощью микрорентгеноспектрального анализатора INCA 350 фирмы Oxford Instruments Analytical.

**Результаты и их обсуждение.** Микроструктуры поверхностей (верхняя и нижняя сторона) рассматриваемых мембран, полученные при помощи микроскопа MIRA 3 при различных увеличениях, представлена на рис. 2–4.

Анализ микроструктуры мембраны марки МФАС-М-2 (рис. 2) не показывает существенных отличий в характере порораспределения на ее поверхностях (верхняя и нижняя сторона). Размеры пор находятся в пределах 1–2 мкм, что позволяет задерживать частицы загрязнений на поверхности любой стороны размерами более 1 мкм.

Анализ поровой структуры поверхностей мембраны марки МФАС-НВ (рис. 3) показывает, что она является асимметричной, так как имеет различные размеры пор с разных сторон. Так, на поверхности верхней стороны размеры пор составляют 2–20 мкм, в то время как на поверхности нижней стороны – 1,0–3,0 мкм. Таким образом, поверхность нижней стороны характеризуется более равномерным порораспределением

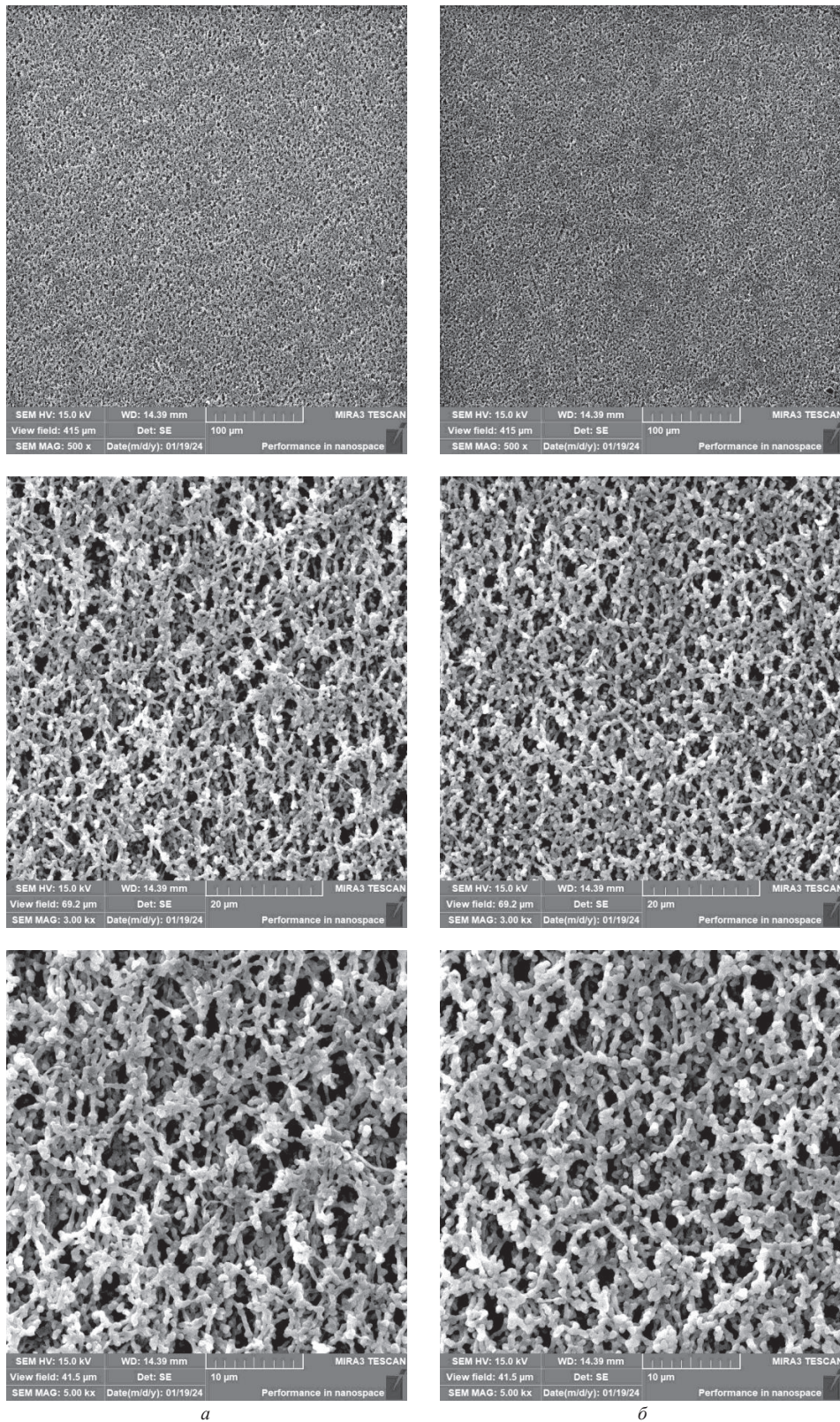


Рис. 2. Микроструктуры поверхностей мембраны МФАС-М-2 при различных увеличениях:  
*a* – верхняя сторона; *б* – нижняя сторона

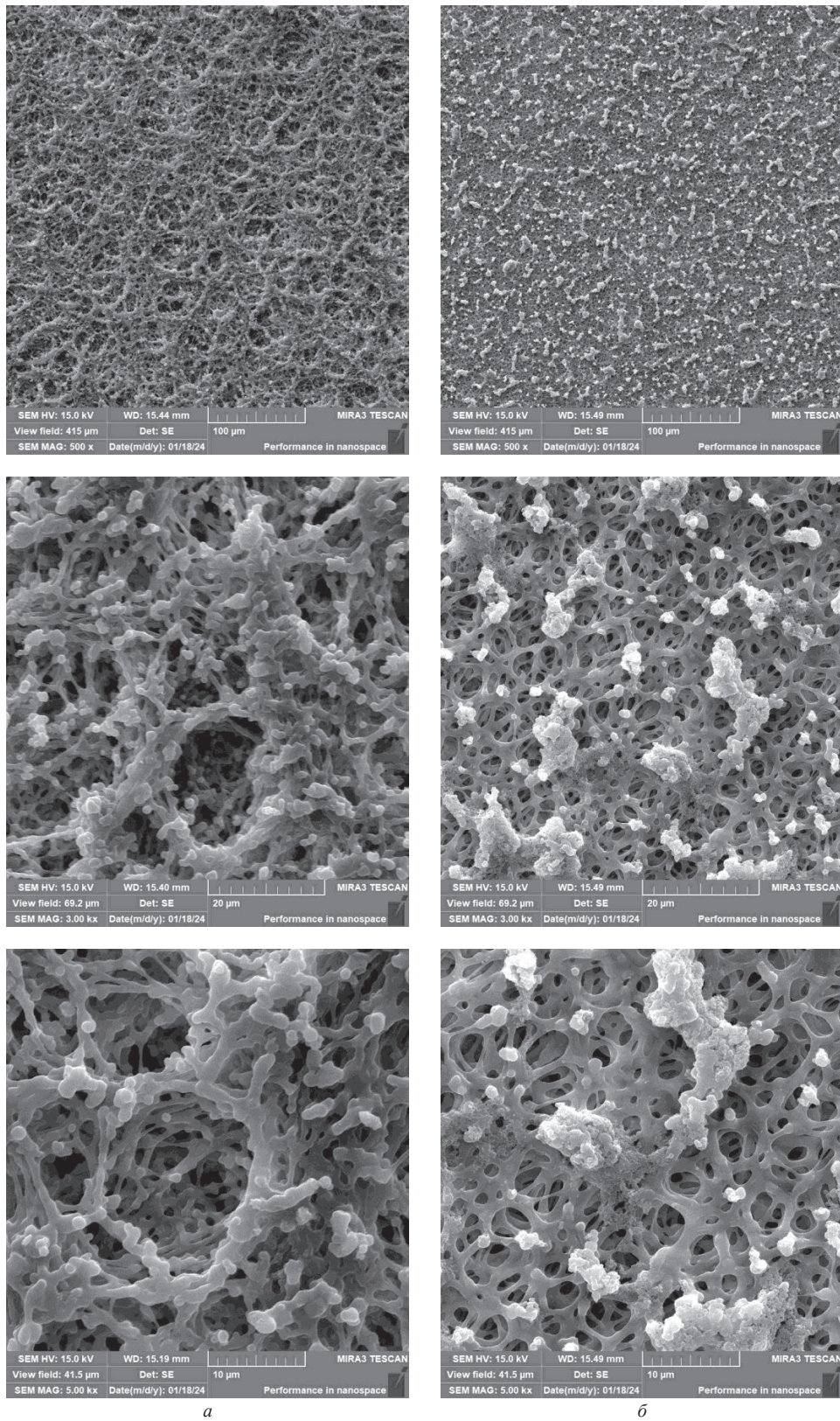


Рис. 3. Микроструктуры поверхностей мембраны МФАС-НВ при различных увеличениях:  
*a* – верхняя сторона; *б* – нижняя сторона

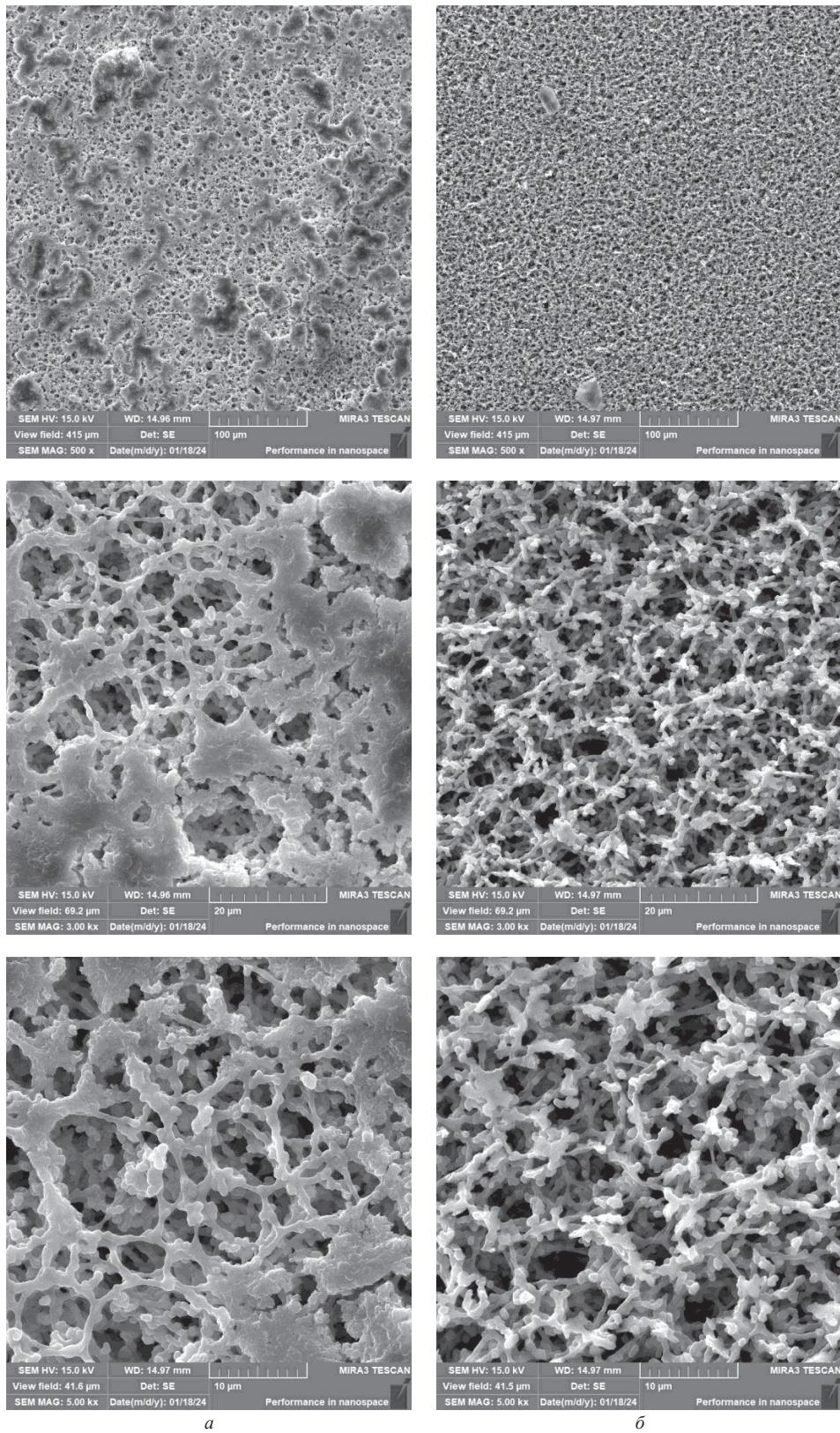


Рис. 4. Микроструктуры поверхностей мембраны ФМНЦ при различных увеличениях:  
*a* – верхняя сторона; *б* – нижняя сторона

и может быть использована в качестве фильтрующей для реализации поверхностного осаждения частиц загрязнений размерами 1,0 мкм и более.

Анализ микроструктуры поверхностей мембраны марки ФМНЦ (рис. 4) показал, что размер поверхностных пор на обеих ее сторонах находится практически в одном диапазоне, равном 5–10 мкм. Однако на верхней стороне мембраны имеется множество закрытых пор, что связано с нарушением технологии изготовления. Таким образом, для реализации поверхностного фильтрования с осаждением частиц загрязнений размерами 3 мкм и более может быть использована поверхность нижней стороны мембраны марки ФМНЦ.

В качестве примера на рис. 5 представлены изображения участка полученной фильтрограммы

мы моторного масла с поверхности нижней стороны мембраны МФАС-НВ, исследуемой на электронном микроскопе Mira 3 в режиме BSE (рис. 5, а) и в режиме SE с измеренными размерами частиц (рис. 5, б).

Полученные изображения (рис. 5, б) свидетельствуют о наличии в работающем моторном масле частиц загрязнений размером порядка 8–35 мкм.

На рис. 6 представлена микроструктура фильтрограммы в режиме BSE (рис. 6, а) и в режиме SE (рис. 6, б) с частицами загрязнений, отмеченными кружками, для которых определялась их химическая природа с помощью микро-рентгеноспектрального анализатора INCA 350 (см. таблицу).

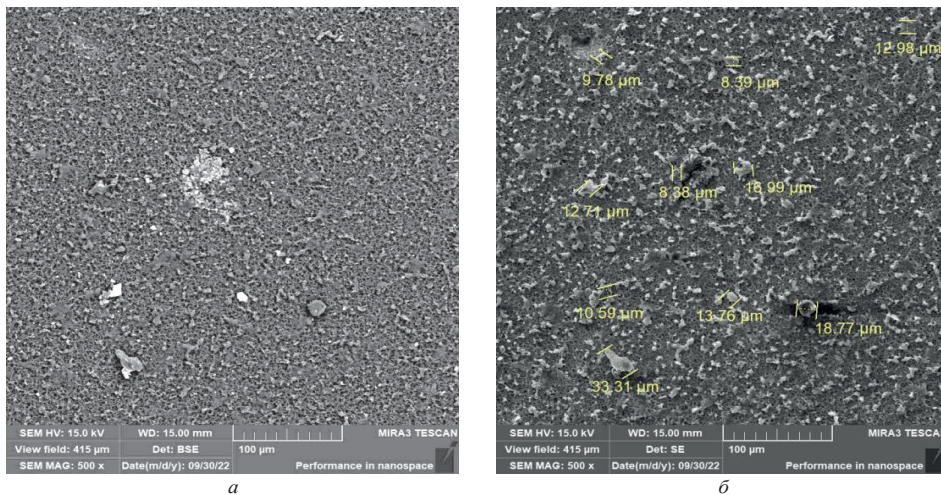


Рис. 5. Изображение фильтрограммы масла марки Shell Rimula 10W40 с наработкой 250 ч, полученная на электронном микроскопе Mira 3 в режимах: а – BSE; б – SE

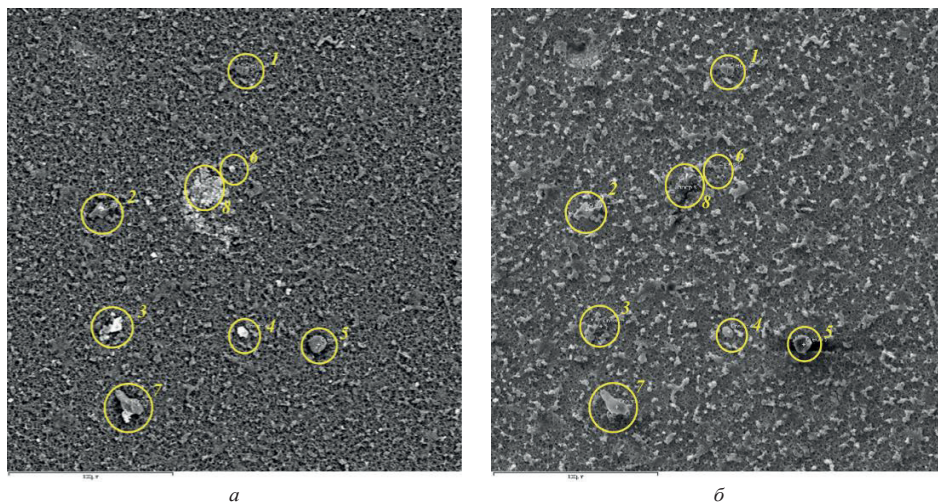


Рис. 6. Фильтрограмма моторного масла марки Shell Rimula 10W40 с наработкой 250 ч с выделенными частицами загрязнений, полученная на электронном микроскопе Mira 3 в режимах: а – BSE; б – SE

## Микрорентгеноспектральный анализ фильтрограммы

Номер частицы	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 (см. таблицу) свидетельствует о том, что в работающем моторном масле присутствуют частицы загрязнений различной химической природы: частицы оксида железа (2, 4), железа (3), частицы пыли  $Al_2O_3$ ,  $SiO_2$ ,  $CaCO_3$  (6–8).

**Заключение.** Методами сканирующей электронной микроскопии исследована поровая структура поверхностей мембран марок МФАС-М-2, МФАС-НВ и ФМНЦ. Показано, что мембраны марок МФАС-М-2 и ФМНЦ обладают изотроп-

ной поровой структурой, в то время как мембрана марки МФАС-НВ является ассиметричной. Определены стороны мембран, которые целесообразно использовать в качестве фильтрующих поверхностей при мембранной фильтрации моторного масла.

Показано, что методы современной сканирующей электронной микроскопии позволяют с большой вероятностью определять на фильтрограмме моторного масла, полученной методом мембранной фильтрации, размеры и химическую природу частиц загрязнений.

## Литература

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 Inter., 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. **Проницаемые** материалы из металлических волокон: свойства, технологии изготовления, перспективы применения / В. М. Капцевич [и др.]. – Минск : БГАТУ, 2013. – 378 с.
7. **Rocky Mountain Filtration Solutions: A Companion Booklet to be used with The Portable Fluid Analysis Kit.** – Colorado. – 22 p.
8. **Корнеева, В. К.** Оценка возможности применения фильтровальной бумаги «синяя лента» для мембранной фильтрации моторного масла [Электронный ресурс] / В. К. Корнеева, В. М. Капцевич, И. В. Закревский // Научно-практические аспекты развития АПК : материалы национ. науч. конф. / Краснояр. гос. аграр. ун-т, 2023. – С. 161–164.

## MEMBRANE FILTRATION – A METHOD FOR ASSESSING CONTAMINATION OF MOTOR OILS

V. K. Korneeva<sup>1</sup>, T. I. Pinchuk<sup>2</sup>, V. M. Kaptsevich<sup>1</sup>, I. V. Zakrevsky<sup>1</sup>, P. M. Spiridovich<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Belarusian State Agrarian Technical University, Minsk, Belarus,  
tel.: +375 (17) 272 12 54, e-mail: lerakor1974@mail.ru

<sup>2</sup>State Research and Production Association of Powder Metallurgy,  
Platonova str., 41, 220005, Minsk, Belarus

*The pore structure of the membrane surfaces of MFAS-M-2, MFAS-NV and FMNTs membranes from different sides was studied by scanning electron microscopy. It's shown that the membranes of MFAS-M-2 and FMNTs have isotropic pore structure, while the membrane of MFAS-NV brand is asymmetric. To implement the membrane filtration method, the filtering surface of the membrane of the MFAS-NV brand with a smaller pore diameter and a more uniform pore distribution was chosen, which made it possible to determine the size and chemical nature of contaminant particles in Shell Rimula 10W40 engine oil with 250 hours of operation using a Mira 3 electron microscope and an INCA 350 micro-X-ray spectral analyser.*