



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Промышленность нефтяная и газовая

**СТАНДАРТНАЯ ПРАКТИКА ДЛЯ МОНИТОРИНГА СОСТОЯНИЯ
ИСПОЛЬЗУЕМЫХ СМАЗОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ
АНАЛИЗА ТЕНДЕНЦИИ ПРИ ПОМОЩИ ИК - СПЕКТРОМЕТРИИ С
ПРЕОБРАЗОВАНИЕМ ФУРЬЕ (FT-IR)**

СТ РК ASTM E 2412—2011

*ASTM E 2412-10 Standard practice for condition monitoring of used lubricants by
trend analysis using fourier transform infrared (FT-IR) spectrometry, (IDT)*

Издание официальное

Данный государственный стандарт основан на ASTM E 2412-10 «Standard practice for condition monitoring of used lubricants by trend analysis using fourier transform infrared (FT-IR) spectrometry», авторское право принадлежит ASTM Интернешнел, 100 Барр Харбор Драйв, Вест Конекшен, Штат Пенсильвания, 19428, США.

Переиздается с разрешения ASTM Интернешнел.

**Комитет технического регулирования и метрологии
Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан
(Госстандарт)**

Астана

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» и техническим комитетом по стандартизации № 33 на базе ТОО «САПА ИНТЕРСИСТЕМ»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 20 ноября 2011г. № 636-од.

3 Настоящий стандарт идентичен Американскому национальному стандарту-ASTM E 2412-10 Standard practice for condition monitoring of used lubricants by trend analysis using fourier transform infrared (FT-IR) spectrometry (Стандартная практика для мониторинга состояния используемых смазочных материалов методом анализа тенденции при помощи ИК – спектрометрии с преобразованием Фурье (FT-IR))

Официальной версией является текст на государственном и русском языке.

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр Американского национального стандарта - ASTM E 2412-10, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и стандартов, на которые даны ссылки, имеется в Государственном фонде технических регламентов и стандартов.

Степень соответствия идентичная (IDT)

4 В настоящем стандарте реализованы нормы Законов Республики Казахстан «О техническом регулировании» от 9 ноября.2004 года № 603 II, Закона Республики Казахстан «О промышленной безопасности на опасных производственных объектах» от 3 апреля.2002 года № 314 II и Закона Республики Казахстан «О безопасности машин и оборудования» от 21 июля 2007 года № 305 III ЗРК.

**5 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ**

2017 год
5 лет

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений - в ежемесячных информационных указателях «Государственные стандарты». В случае пересмотра (отмены) или замены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Государственные стандарты»

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Промышленность нефтяная и газовая**СТАНДАРТНАЯ ПРАКТИКА ДЛЯ МОНИТОРИНГА СОСТОЯНИЯ
ИСПОЛЬЗУЕМЫХ СМАЗОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ
АНАЛИЗА ТЕНДЕНЦИИ ПРИ ПОМОЩИ ИК - СПЕКТРОМЕТРИИ
С ПРЕОБРАЗОВАНИЕМ ФУРЬЕ (FT-IR)¹**

Дата ведения 2012-07-01

Настоящий стандарт издан под установленным обозначением Е 2412; число, следующее сразу за обозначением, указывает на год первоначального принятия или, в случае пересмотра, на год последнего пересмотра. Число в круглых скобках указывает на год последнего переутверждения. Верхний индекс эpsilon (ϵ) указывает на редакционное изменение со времени последнего пересмотра или переутверждения.

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт распространяется на применение метода инфракрасной спектроскопии с преобразованием Фурье- (FT-IR) для мониторинга процессов истощения присадок, образования отложений и снижения качества исходных машинных смазочных материалов, рабочих жидкостей для гидросистем и других жидкостей, используемых в механизмах. При этом контролируемыми загрязнениями являются вода, сажа, этиленгликоль, топливо и посторонние масла. Мониторинг снижения качества исходных смазок осуществляется по признакам их окисления, нитрования и сульфирования. Целью подобного мониторинга является диагностика технического состояния механизмов в процессе эксплуатации, проводимая по степени снижения качества исходных смазочных материалов. Ниже рассмотрены параметры измерений и интерпретации данных мониторинга, позволяющие операторам сравнивать результаты, полученные на различных FT-IR-спектрометрах, применяя идентичные методы.

1.2 Метод ИК-Фурье спектроскопии позволяет получать полезную информацию об изменениях в молекулярном составе смазочных масел в процессе эксплуатации и на основании этого делать выводы о техническом состоянии механизмов, в котором используется данное масло.

Метод основан на анализе характеристик тенденции распределений плотности вероятности, получаемой путем измерений поглощения света в средней инфракрасной области спектра. Несмотря на то, что калибровка для получения физических величин концентрации и возможна, во многих случаях это является излишним или нецелесообразным. Система предупреждения или пределы сигналов тревоги (точки, в которых рекомендуется или требуется проведение работ по техническому обслуживанию механизма) могут определяться посредством статистического анализа, анализа эксплуатации такого же или аналогичного оборудования, межлабораторных испытаний или других методов в сочетании с характеристиками этого оборудования.

Издание официальное

¹ Настоящий метод испытаний находится в ведении АСТМ Комитета D02 по нефтепродуктам и смазочным материалам и является прямой ответственностью Подкомитета D02.96 по испытаниям используемых смазочных материалов и службе мониторинга состояния. Настоящее издание одобрено 1 мая 2010 года, опубликовано в июне 2010 года. Впервые одобрено в 2004 году. Последнее предыдущее издание одобрено в 2004 году как Е 2412-04. DOI: 10.1520/E2412.

Указанные пределы могут выбираться фиксированными минимальными или максимальными значениями для сравнения с каким-либо результатом измерений, или же могут основываться на скорости изменения измеренного отклика (1)¹. Данная методика описывает распределения, но не исключает использование сигналов предупреждений или тревоги, основанных на скорости изменения параметров.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 В данной методике не устанавливаются и не рекомендуются какие-либо ограничения для выдачи любых стандартных, предостерегающих, предупреждающих или уведомительных сигналов для любого механизма. Подобные ограничения должны устанавливаться на основании инструкций и рекомендаций изготовителя механизмов и службой технического обслуживания машин (механизмов)

1.3 Приведенные ниже спектры и профили распределений являются лишь иллюстративными и не должны рассматриваться как рекомендации по применению смазочных материалов и механизмов.

1.4 Данная методика разрабатывалась как оперативная и простая спектроскопическая проверка с целью мониторинга состояния находящихся в эксплуатации смазочных материалов, которая может использоваться для упрощения определения состояния полной исправности механизмов посредством измерения свойств смазочных материалов, регистрируемых в средней инфракрасной области спектра, по содержанию воды, степени окисления масла и др., как описано в 1.1. ИК-данные, получаемые с помощью данной методики, обычно используют в сочетании с результатами, получаемыми другими методами. Например, ИК-спектроскопия не позволяет определять уровень износа металлов или производить любой другой вид элементного анализа. В представленном виде данная методика не предназначена для прогнозирования физических свойств смазочных материалов (например, вязкости, общего щелочного числа, общего кислотного числа и др.). Данная методика рассчитана лишь на мониторинг состояния находящихся в эксплуатации смазочных материалов и может способствовать определению состояния полной исправности механизмов, и не предназначена для анализа состава смазок, их характеристик или составов композиций присадок.

1.5 Значения, выраженные в единицах СИ должны приниматься за стандартные. Другие системы измерения не используются в настоящем стандарте.

1.6 Настоящий стандарт не ставит перед собой цель рассмотрения всех проблем безопасности, связанных с его применением. Пользователи настоящего стандарта ответственны за установление соответствующих правил безопасности и охраны здоровья, а также ограничительных инструкций перед применением настоящего стандарта.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы, следующие ссылочные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа, для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа.

2.1 Стандарты ASTM²

¹ Цифры, обозначенные жирным шрифтом в скобках, относятся к перечню ссылок, указанных в конце этого стандарта

² Для ссылки к стандартам ASTM, вы можете посетить веб-сайт ASTM, www.astm.org, или связаться со справочной службой ASTM service@astm.org. В ежегодной книге стандартов ASTM полную информацию можно найти на странице Итоги по документам стандартов на сайте ASTM.

ASTM D 445-11a* Test Method for Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (and Calculation of Dynamic Viscosity). (Методы испытаний для кинематической вязкости прозрачных и непрозрачных жидкостей).

ASTM D 2896-11* Test Method for Base Number of Petroleum Products by Potentiometric Perchloric Acid Titration. (Методы испытаний для щелочного числа нефтепродуктов потенциометрического титрования хлорной кислоты).

ASTM D 4057-06(2011)* Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products. (Стандартная практика для ручного отбора проб нефти и нефтепродуктов).

ASTM D 5185-98(2005)* Test Method for Determination of Additive Elements, Wear Metals, and Contaminants in Used Lubricating Oils and Determination of Selected Elements in Base Oils by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES). (Методы испытаний для определения аддитивных элементов, износа металлов, а также загрязняющих веществ, используемых в смазочных маслах и определения некоторых элементов в базовых маслах атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (ICP-AES)).

ASTM D 6304-07* Test Method for Determination of Water in Petroleum Products, Lubricating Oils, and Additives by Coulometric Karl Fischer Titration. (Методы испытаний для определения содержания воды в жидких нефтепродуктах по Карлу Фишеру Реагенту).

ASTM E 131-10* Terminology Relating to Molecular Spectroscopy. (Термины, связанные с молекулярной спектроскопией).

ASTM E 168-06* Practices for General Techniques of Infrared Quantitative Analysis. (Стандартная практика для общих методов количественного анализа ИК-спектроскопии).

ASTM E 1421-99(2009)* Practice for Describing and Measuring Performance of Fourier Transform Mid-Infrared (FT-MIR) Spectrometers: Level Zero and Level One Tests. (Стандартная технология описания и измерения функционирования ИК-Фурье спектрометров средней инфракрасной области спектра: испытания уровня ноль и уровня один).

ASTM E 1655-05* Practices for Infrared Multivariate Quantitative Analysis. (Стандартная практика для ИК многовариантного, количественного анализа).

2.2 Документы ISO¹:

ИСО 13372 Состояние мониторинга и диагностика машин. Словарь

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим Стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Нормативные документы по стандартизации» по состоянию на текущий год и соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим Стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяются следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 Определения терминов, относящихся к ИК-спектроскопии, используемые в этой практике, смотрите в Терминологии стандарта Е 131.

* Применяется в соответствии с СТ РК 1.9

¹ Доступно в международной организации по стандартизации ИСО 1, ch.de la Voie-Creuse, Case postale 56, CH-1211, Geneva 20, Switzerland, <http://www.iso.org>.

3.2 Определения

3.2.1 Инфракрасная спектроскопия на основе преобразования Фурье (FT-IR-современный метод анализа образцов в инфракрасной области. В ИК-спектроскопии инфракрасное излучение проходит через образец с образованием интерферограммы, которая затем подвергается воздействию преобразования Фурье для получения амплитудно-волнового (или длины волны) спектра.

3.3 Термины и определения, специфичные для настоящего стандарта:

3.3.1 **Мониторинг состояния (condition monitoring):** сфера технической деятельности, в которой выбранные физические параметры, связанные с механизмом, распознаются периодически или постоянно, измеряются и регистрируются для промежуточного преобразования, анализа, сопоставления и отображения данных и информации, полученной таким образом. Также они измеряются для конечной цели использования промежуточного результата, чтобы принять решения, связанные с эксплуатацией и обслуживанием механизмов (ИСО 13372).

3.3.2 **Используемое масло (in-service oil):** применительно к настоящему методу, смазочное масло, которое находится в машине при рабочей температуре, по меньшей мере, в течение одного часа.

3.3.2.1 **Обсуждение (discussion):** Отбор проб используемого масла, по меньшей мере, после одного часа работы допускает измерение базовых характеристик масла для последующего анализа тенденций изменения.

3.3.2.2 **Обсуждение (discussion):** Любое последующее добавление смазки (например, дозаправка) может привести к изменению базовых тенденций, что в итоге может привести к ошибочным выводам.

3.3.3 **Исправность механизма (machinery health):** качественное выражение рабочего состояния узлов машины, некоторых частей или целых машин, которое используется для разработки графика технического обслуживания, практических рекомендаций или требований в целях продолжения работы, или принятия незамедлительных мер по техническому обслуживанию или ремонту.

3.3.4 **Новое масло (new oil):** масло в оригинальной упаковке производителя, до добавления в технику.

3.3.5 **Эталонное масло (reference oil):** новое масло с аттестованными характеристиками.

3.3.6 **Анализ тенденции изменения (trend analysis):** Сравнение значений одного и того же показателя за несколько периодов времени для выявления основной тенденции изменения показателей—применяемый в настоящем методе мониторинг уровня и скорости изменений измеряемых параметров масла за время работы (1).

4 Краткое изложение метода

4.1 ИК-Фурье спектроскопия является превосходным инструментом для одновременного определения нескольких компонентов в маслах и диагностики механических систем. Образцы для периодических испытаний получают из контролируемого механизма или двигателя машины. Поглощение ИК спектра образца достигается, как правило, при диапазоне, охватывающем от 4000 до 550 см⁻¹, с достаточным соотношением сигнал/шума (S/N) для измерения коэффициента поглощения в областях, представляющих интерес. Точность данных параметров должна изменяться в зависимости от измерительного прибора производителя, но большинство систем должны быть в состоянии собрать поглощение спектра, достаточное для измерения менее чем за одну минуту. Особенности в инфракрасном спектре, указывающие на наличие вредных

компонентов на молекулярном уровне (1, 7) (вода, топливо, антифриз, добавка, деградация и т.д.) отмечаются и оцениваются. Состояние предупреждений о тревоге может быть определено с учетом, как уровня, так и тенденций в мониторинге системы.

5 Значение и использование

5.1 Периодический отбор проб смазочных материалов и анализ этих проб уже давно используется в качестве средства для определения общего рабочего состояния механизмов. Атомные выбросы (АЕ) и атомная абсорбционная (АА) спектроскопия зачастую работают на анализ износа металла механизма (например, методом испытаний стандарта D 5185). Уже известны несколько методов испытаний на определение физических свойств, которые дополняют анализ продуктов износа металла и используются для предоставления информации по состоянию смазочных материалов (например, стандартные методы испытаний D 445, D 2896 и D 6304). Молекулярный анализ смазочных материалов и гидравлических жидкостей в ИК-Фурье спектроскопии дает прямую информацию о наиболее важных молекулярных видах, в том числе о добавках, остатках жидкости и внешних загрязнениях, и тем самым дополняет анализ продуктов износа металла и другие анализы, используемые в программе мониторинга состояния (1, 3-7).

6 Оборудование

6.1 Необходимое оборудование:

6.1.1 Инфракрасный спектрометр Фурье (FT-IR). Прибор, в комплект которого входят: источник излучения, светоделитель и детектор с соответствующим охватом средней инфракрасной области спектра в диапазоне от 4000 см^{-1} до 550 см^{-1} . Большая работа проведена в системах, использующих детектор триглицинсульфата (DTGS), дейтерированного при комнатной температуре, а также использующих источник воздушного охлаждения с покрытием германия на светоделитель калия бромистого (Ge/KBr). Альтернативные комбинации источника излучения, светоделителя и детектора в данном ассортименте коммерчески доступны, но не достаточно исследованы для использования в этой практике. Могут быть использованы и другие датчики, однако их следует использовать с осторожностью. В частности, детекторы из теллурида кадмия - ртути (KPT), охлажденного жидким азотом, как известно, характерны значительными нелинейностями.

6.1.2 Инфракрасная жидкостная пробоотборная камера. Камера может быть изготовлена из материала, содержащего селенид цинка (ZnSe), фтористый барий (BaF_2), бромистый калий (KBr), или другие подходящие промежуточные вещества с длиной траектории 0,1 мм (100 мкм), параллельно разделителю элемента (с разницей $<0.5^\circ$). Приемлемая длина траектории колеблется от 0,080 до 0,120 мм. Выход за пределы этого диапазона может привести к плохой чувствительности или нелинейности. В данном документе были использованы элементы ZnSe , NaCl или KBr для измерения в диапазоне от 4000 см^{-1} до 700 см^{-1} . Информация по некоторым элементам приведена ниже.

Вещество	Примечание	Передача диапазона, см^{-1}
ZnSe	см. п.6.1.2.1	От 4000 до 550
KBr	чувствительно к воде	От 4000 до 400
NaCl	чувствительно к воде	От 4000 до 650

(продолжение)

BaF ₂	соли аммония могут привести к повреждению	От 4000 до 850
CaF ₂	соли аммония могут привести к повреждению	От 4000 до 1100

Результаты должны быть подкорректированы до 0,100 мм длины траектории с учетом изменений элементов и повышения качества данных, при сопоставлении с другими документами с использованием этого метода

6.1.2.1 В связи с большим показателем преломления при прохождении инфракрасного луча из воздуха в кристаллы ZnSe, его необходимо предельно сократить для обеспечения согласованных результатов. Предельное сокращение может быть достигнуто в электронном виде, оптически или механически для ZnSe. Для получения дальнейших разъяснений, см. Приложение X1. Следует проявлять осторожность при выборе промежуточных веществ для обеспечения необходимых параметров, измеряемых в области прозрачности (полосе пропускания) этого вещества, и совместимости с конкретным применением, например, можно использовать кристаллы солей (KBr, NaCl, KCl), не требующих предельных изменений, но чувствительных к загрязнению масла водой. Коутс и Сетти (3) отметили, что нефтяные продукты нитрования могут вступать в реакцию с кристаллами соли, при этом наблюдается образование соединений в более поздних пробах.

6.1.3 Промывка камеры/Очищающие растворители – При идеальном растворителе для промывки камеры между отборами проб в целях сведения к минимуму остатков частиц нефтепродуктов не должно происходить поглощения во время текущего контроля состояния. Растворитель должен быстро высыхать при прокачивании сухого воздуха через систему. Типичными моющими растворителями, используемыми для обычной нефти и некоторых синтетических смазочных материалов, являются технический сорт растворителей, легкие алифатические углеводороды, такие, как гептан или циклогексан. Другие растворители могут потребоваться для более специализированных синтетических смазочных материалов. Здоровье и безопасность использования, хранение и удаление этих растворителей в данном пункте не рассматриваются. По местному нормативному регулированию и данным о безопасности материалов (ПБМ) должны быть проведены консультации.

6.2 Дополнительное оборудование:

6.2.1 Система пробоотборного насоса - насосная система, обеспечивающая транспортировку проб в камеру передачи, может быть использована для очистки камеры и промывки ее между отборами проб. Многие коммерческие поставщики предлагают различные конфигурации типов насосов, труб и передаточных ячеек для этого вида применения. Следует отметить, что, если масло простаивало слишком долго, оно может стать неоднородным.

6.2.2 Фильтр - использование фильтра необходимо для улавливания частиц до 0,090 мм для предотвращения засорения ячейки при применении насосной системы. Если фильтр не используется, ячейку необходимо промывать регулярно для предотвращения засорения.

6.2.3 Камера опечатанной пробы - конструкция системы должна обеспечить герметичность для предотвращения попадания вредных, легковоспламеняющихся или взрывчатых паров в ИК источник.

6.2.4 Предупреждение утечки углеводорода - При использовании системы пробоотборного насоса необходимо применять автономные датчики на

легковоспламеняющиеся пары и систему охранной сигнализации для предупреждения оператора, если утечка происходит в трубопроводе, разъемах или в передаточной ячейке. Данная система сигнализации особенно рекомендуется при использовании насосной системы для отбора проб и промывки ячеек растворителями в закрытом помещении.

6.2.5 Проверка жидкости - Проверка промывной жидкости (растворителя) или контроль ее качества может проводиться по мере необходимости для каждого отдельного лабораторного случая и процедуры рассмотрения отдельных вопросов, а также для сравнения с другими лабораториями, применяющими аналогичные жидкости. Один из ИК производителей использовал гептан. Контрольной пробой должен быть материал, который обеспечивает последовательные результаты, используя методы, представленные в приложениях к данной практике. Целью этого контроля качества жидкости является проверка надлежащей работы ИК спектрометра, комбинаций передачи ячейки, а также любые другие проверки, связанные с введением пробы и чисткой оборудования.

7 Отбор проб (образцов) и обработка образцов

7.1 Получение проб. Цель отбора проб заключается в том, чтобы получить испытательный образец, который будет являться типичным (репрезентативным) образцом всего количества. Таким образом, лабораторные пробы должны быть получены в соответствии с инструкциями стандартной практики D 4057.

7.2 Подготовка образца. Для образца особая подготовка не требуется. Лабораторные образцы необходимо взболтать или перемешать для обеспечения показательной пробы из бутылки.

8 Установка контрольно-измерительных приборов

8.1 Спектральные приемочные параметры:

8.1.1 Спектральное разрешение - 8 см^{-1} или выше (ниже числового значения).

8.1.2 Начало отсчета параметра разрешения - 4 см^{-1} или более (ниже числового значения).

8.1.3 Типичный диапазон – от 4000 до 550 см^{-1} (см. п.6.1.2).

8.1.4 Спектральный формат - Поглощение как одна из функций волнового числа.

8.1.5 Фильтрация других оптических, электронных параметров и интерферограмма вычислительных параметров - Эти параметры должны быть в соответствии с рекомендациями завода-изготовителя, а также определяться для адекватной оценки качества. Индивидуальные настройки и параметры должны варьироваться в зависимости от технических характеристик прибора, но большинство ИК-Фурье спектрометров должны иметь возможность собрать достаточный спектр менее чем за одну минуту.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 - Идентичные приемочные параметры сканирования должны быть использованы для всех образцов, подлежащих тенденции.

8.2 Фоновый сбор

8.2.1 Однолучевой фоновый сбор (стандарт пустой системы, сканированный и сохраненный на ИК спектрометре Фурье) следует выполнять достаточно часто, так, чтобы уровни испарений атмосферной воды окружающей среды и другие изменяющиеся условия окружающей среды не имели значительного влияния на результаты испытаний (См. Практику Е 1421). Регулярность фоновых проверок должна определяться отдельными лабораторными условиями и методом отбора проб; например, по завершении каждого прогона, когда используется автоматический пробоотборник.

8.2.2 Примечательно, что изменение уровней водяного пара может производить самый сильный эффект, так как водяной пар является мощным ИК поглотителем. Проверка наличия водяного пара может быть включена в программное обеспечение для контроля над интенсивностью водяного пара в единый пучок фонового спектра. Например, полосы водяного пара, совмещенные в единый пучок спектра при 1540, 1559 и 1652 см^{-1} , могут измеряться относительно среднего значения точек базовой линии от 1609 до 1582 см^{-1} . Могут быть установлены приемлемые пределы для работы, например, измеренные максимальные значения благодаря полосе водяного пара, совмещенной в единый пучок фонового спектра не должны превышать 10% от единого пучка интенсивности.

8.2.3 Большой частью научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ, используемых при разработке данной практики, применяется сбор фоновых данных интенсивности, по меньшей мере, каждые 2 часа. Индивидуальные настройки и параметры будут варьироваться в зависимости от технических характеристик прибора, но большинство ИК-Фурье спектрометров должны иметь возможность собрать достаточный спектр менее чем за одну минуту.

8.3 Проверка длины траектории ячейки - Проверка длины траектории ячейки необходима для проверки соответствия длины траектории камеры. Результаты ссылаются на 0,100 мм, как упомянуто в пункте 6.1.2. Эта проверка является особенно важной для ячейки кристаллов водорастворимых солей (например, KBr). Для систем с использованием фиксированных поточных ячеек, проверка может осуществляться в то же время в качестве сбора фоновых данных интенсивности. Различные производители прибора могут использовать различные методы для проверки длины траектории ячейки, которые могут требовать использования ссылки или калибровки жидкости (ей). В приложении рассматривается пограничный метод определения длины траектории ячейки. Инструкции и рекомендации производителей должны быть приняты во внимание.

9 Методики, расчет и отчетность

9.1 Введение пробы. Отобранная для испытаний проба вводится через ИК ячейку передачи вручную или при помощи автоматической насосной системы. Автоматические пробоотборники, которые включают в себя различные контейнерные размеры пробы масел, доступны от нескольких производителей.

9.2 Проверка целостности пробы. Чтобы обеспечить точные и последовательные результаты, ИК спектр пробы должен быть проверен на полное заполнение ячейки и присутствие пузырьков воздуха, проходящих через ячейки во время сбора данных, не влияющих на результаты. Для этой процедуры существуют множественные, автоматические, компьютеризированные методы интерпретации. Проверка целостности пробы на основе измерений интенсивности поглощения в диапазоне волнового числа от 3000 до 1090 см^{-1} пригодна для многих видов смазочных материалов. Точная интенсивность поглощения должна зависеть от спектрального разложения и длины траектории в используемой ячейке. Предложения и рекомендации производителя должны быть приняты во внимание.

9.2.1 Смазочные материалы на нефтяной основе имеют максимальное поглощение в диапазоне от 3000 до 2800 см^{-1} (или коэффициент пропускания близок к 0% T).

9.2.2 Смазочные материалы на основе сложных эфиров имеют максимум поглощения в диапазоне от 1390 до 1090 см^{-1} (или коэффициент пропускания близок к 0% T).

9.3 Проверка и очистка системы проб – Для обеспечения минимального загрязнения проб при переносе необходимо промыть ячейки посредством летучих растворителей и провести осушенные ячейки. Если ячейка осушена, количество поглощения может быть проверено либо по предыдущему образцу, либо по оставшемуся при промывке растворителю в измерительной ячейке. Эта проверка выполняется одним и тем же способом спектрального анализа, как было описано выше. Максимальная интенсивность поглощения должна быть ниже заданного порога в мониторинге области применения (то есть, растяжение СН в нефтяной жидкости). Для большинства нефтяных и синтетических смазочных материалов и моющих растворителей эта интенсивность будет меньше, чем на 0,2 единицы поглощения. Оптимальный заданный порог зависит от конкретной конфигурации системы, в некоторых системах, которые предназначены для "выпуска" выборки остаточного масла и промывки растворителем следующего образца. Предложения и рекомендации производителя должны быть приняты во внимание.

9.4 Обработка данных - Все спектры должны обрабатываться в единицах поглощения как функция волнового числа. Расчетные данные должны корректироваться по стандартной длине траектории от 0,100 мм предварительно до отчетности с учетом изменений длины траектории ячейки, которые видимы в коммерчески доступных приборах. Любую другую спектральную обработку данных следует производить до расчета результатов спектра.

9.4.1 Результаты обработки спектральных данных могут направляться непосредственно от используемого спектра масел (прямой анализ тенденций). Единственной спектральной обработкой данных является коррекция спектра или результатов исходной длины траектории до 0.100 мм и применение предельного сокращения алгоритмов спектра, если это потребуется.

9.4.2 Результаты обработки спектральных данных могут быть также получены путем вычитания спектральной обработки, которая требует эталонного (стандартного) спектра (спектральное вычитание). Там, где используется спектральное вычитание, обработка результатов выполняется из разностного спектра, который получают путем вычитания соответствующего нового стандартного спектра масла от используемого образца масла. Используемый спектр масла и стандартный спектр нового масла должны быть исправлены как по исходной длине траектории от 0,100 мм до вычитания, так и по используемому фактору вычитания 1:1. Вычтенные спектральные результаты могут измениться с течением времени, и преобразоваться в ИК-метод.

9.4.2.1 Наиболее часто используемым эталоном является образец нового масла. Если это возможно, новое масло должно быть из той же партии и тары, что и отработанное масло. Альтернативный подход, который может привести к более представительной стандартной пробе, заключается в отборе пробы масла через час после достижения рабочей температуры.

9.4.3 При обработке данных после анализа можно использовать простые множители и другие методы масштабирования, например, "показатель x 100" по требованию обслуживающего персонала для простоты оценки и представления (см. Приложение A1).

9.5 Спектральный анализ выборки данных – По отобранным спектральным областям, содержащим информацию, имеющую значение для мониторинга состояния ведутся измерения и записи. Проанализированные области спектра являются характерными для различных видов смазочных жидкостей. Параметры новых проб масла могут быть использованы как позиция, из которой они изначально направлены на осуществление процесса анализа для типа смазки. Статистический анализ, указанный в

приложениях, также приводит примеры. Подробная информация о процессе спектрального анализа может быть представлена в приложениях к данной практике.

10 Воздействие на состав масла

10.1 Различия в составе масла могут повлиять на результаты испытаний, представленные в различных измерениях и описанные в Приложении A1. Например, на рисунке 1 показаны спектры четырех видов масла 10W-30 в карбонильной области, где наблюдается окисление нефтяных смазочных материалов. В этом примере, коэффициенты поглощения для карбонилсодержащих присадок в неиспользованных составах масла составляют разницу с коэффициентом поглощения почти 2 раза в показателе (результате) окисления, измеряемого путем прямого анализа тенденций.

10.2 Результаты должны быть:

10.2.1 Интерпретированы относительно величин измерения неиспользованного масла того же состава, или

10.2.2 Отслеживаться непосредственно из характеристик компонентов пробы.

10.3 Профиль распределения для результатов различных составов масел, как правило, не должен быть объединен, если это не оправдано опытом эксплуатации мониторинга состояния программы.

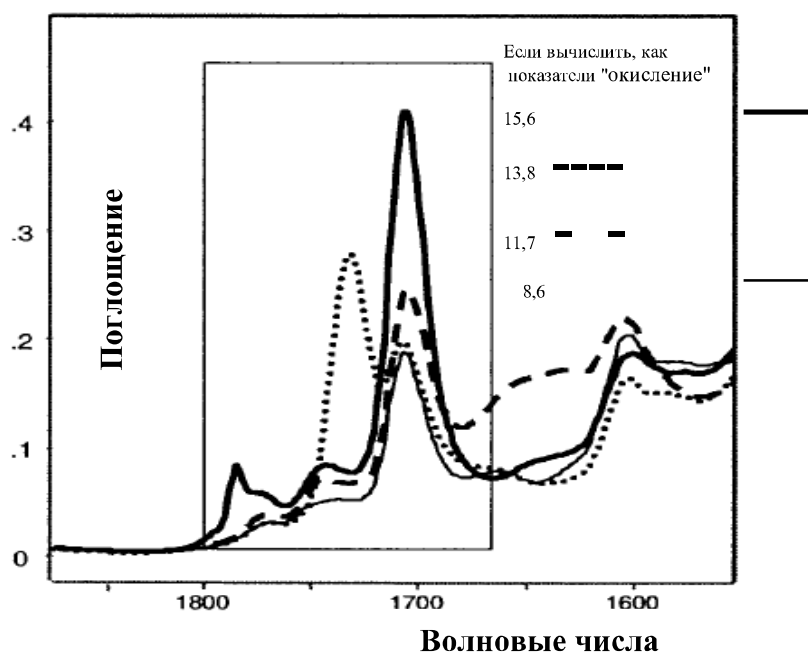


Рисунок 1 - Пример карбонильных компонентов в составе нового масла

11 Ключевые слова

11.1 Комплекс присадок; базовые ухудшения; мониторинг состояния; загрязнение; инфракрасная спектрофотометрия с преобразованием Фурье; ПФ-ИК; топливо; гликоль; инфракрасное; ИК; смазочное масло; нитрование; окисление; смазочный материал для сверхвысоких давлений на основе нефти; нефтяные смазочные материалы; полиолэфир синтетических смазочных материалов; сажа; сульфаты; анализ тенденций; вода.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

А1 Измерение молекулярных параметров в различных системах. Прямые тенденции

А1.1 Настоящее приложение не претендует на обсуждение всех видов смазочных материалов. В данном приложении представлено измерение параметров нефтяных смазочных материалов (используемых, например, в картере двигателя), предельное давление нефтяных смазочных материалов и полиолэфир. Поскольку данные становятся доступными, к приложению могут быть добавлены другие виды смазочных материалов.

ПРИМЕЧАНИЕ А1.1 - Целью данной практики не является установить или рекомендовать стандартные, предостерегающие, предупреждающие или оповещающие пределы в оборудовании или жидкостях. Такие ограничения должны быть установлены совместно с консультативной помощью и руководствующими указаниями со стороны производителя машин и обслуживающей группы.

А1.2 Нефтяные смазочные материалы, как правило, используются в дизельных двигателях. Мониторинг дизельного картерного масла является одним из наиболее распространенных приложений мониторинга состояния смазочных материалов. Мониторинг состояния в этих системах делится на мониторинг загрязнений (воде, сажа, топливо, гликоли) и мониторинг разложения нефти (как правило, окисление и нитрование). Продукты разложения в результате сульфатирования могут возникнуть в результате нарушения состава реагентов смазочных материалов, но обычно возникают из побочных продуктов серосодержащих дизельных топлив. Также возможен контроль загрязнения бензином, но он применяется не столь широко, так как сравнительно мало бензиновых двигателей, включенных в список программ мониторинга состояния. Кроме того, также возможен контроль за диалкилом дитиофосфата цинка (ZDDP), используемом в качестве антиизносного реагента комплекса присадок. Наиболее распространенные условия инфракрасной спектроскопии с Фурье-преобразованием для мониторинга параметров картера двигателя, представлены в таблице А1.1 с некоторыми примерами спектральных измерений в качестве руководства при использовании спектральной полосы в области применения. Во всех этих примерах, использование комплексных спектральных полос в области применения является предпочтительным, как отмечается в стандартной практике Е 168, и "оказалось более точным, чем измерения максимальных высот, поскольку это, по сути, является в среднем многоточечными данными".

А1.2.1 Вода:

А1.2.1.1 Содержание воды в дизельных картерных смазочных материалах контролируется путем измерения области распространения водородной связи ОН, представленных в таблице А1.1. Один из примеров различной степени загрязнения водой приведен на рисунке А1.1. Следующие примеры (кроме сажи) инфракрасного спектра затенены до описываемых исходных данных, показывающих визуальный пример того, как измеряется простирающаяся область поглощения. Измерение этих спектральных полос с помощью компьютерных технологий распространено в большинстве пакетов программного обеспечения ИК производителей. Для измерения воды в картерном масле, диапазон под кривой между 3500 и 3150 см⁻¹ затенен, показывая пример измерения, описанного выше.

А1.2.1.2 Проникновение воды – Высокий уровень сажи (~ 10% твердого вещества в весовом отношении) может проникнуть в воду в дизельных двигателях, однако данное проникновение не видно до тех пор, пока предел сажи не превышен (то есть, > 3 до 5%

твердого вещества в весовом отношении). Если одно из условий предела (сажи) уже инициировано, то должны быть приняты меры, несмотря на количество воды. Очень сложно установить точные количественные измерения сажи (то есть, % в весовом отношении), что обусловлено несколькими ИК-порт факторами, а также имеющимся множеством различных методов измерения сажи.

A1.2.2 Сажа:

A1.2.2.1 Загрязнение сажей измеряется смещением базовой линии до 2000 см^{-1} , как описано выше в таблице. Рис. A1.2 показывает некоторые примеры спектров с указанием низкого, среднего, высокого и очень высокого уровня загрязнения сажей (повышение уровней от 1 до 5).

A1.2.2.2 Сажеобразование – Наблюдалось, что высокий уровень воды создавал помехи при измерении сажи в двигателе внутреннего сгорания. Однако эти помехи незначительны до тех пор, пока уровень воды составляет порядка $> 5\%$ (50 000 частей на миллион), уровень которого предназначен для смазочных материалов и требует незамедлительных действий по техническому обслуживанию двигателя независимо от каких-либо других показателей.

A1.2.3 Окисление, нитрование и сульфатирование:

A1.2.3.1 В отличие от предыдущих примеров, продукты окисления, нитрования и сульфатирования в картерном масле не могут быть легко выражены количественно по сравнению с уже подготовленными стандартами. Также здесь присутствует большое количество различных продуктов окисления и нитрования, содержание которых в масле постепенно увеличивается. Рис. A1.3 показывает диапазоны измерения мониторинга увеличения продуктов окисления и нитрования, а также в области сульфатирования, выделенные на рисунке A1.4.

A1.2.3.2 Процесс измерения продуктов окисления, нитрования и сульфатирования, также как и при измерении процесса сажеобразования, зависит от содержания воды в масле. Очень высокий уровень воды может генерировать ложные позитивные величины в процессе окисления и нитрования. Тем не менее, уровень воды в этом значении для смазочных материалов будет также присутствовать. Очень высокий ($> 5\%$) уровень гликоля в картерном масле может начать проникать в измерение процесса сульфатирования, но в таком случае уровень загрязнения такого масштаба предполагает немедленное начало действий по техническому обслуживанию двигателя. Различные комплексы присадок, таких как детергенты, диспергаторы, антиоксиданты, добавочные присадки и т.д., могут также генерировать значительное поглощение в области мониторинга состояния, представляющего интерес. Смеси нефтяных смазочных материалов со значительным количеством эфира, будь то основа присадок или сами присадки, должны поглощаться строго в области окисления. Эти смазочные материалы на данный момент не представлены.

A1.2.4 Загрязнение топливом:

A1.2.4.1 Возможность загрязнения топливом может быть приведена в дизельных картерных смазочных материалах путем измерения наивысшей величины в 810 см^{-1} . Спектральные характеристики дизельного топлива (Рисунок A1.6), и других видов топлива, отмеченные в таблице A1.1, являются различными. В настоящее время рабочая область действует на другие ИК-области измерения и методы. Перечисленные измерения могут использоваться в качестве ориентира, но не являются единственным инфракрасным измерением, основанным на измерении загрязнения топливом. Независимые испытания, такие как изменение вязкости, вспышки температуры, или газовая хроматография могут использоваться для подтверждения присутствия топлива в ИК-Фурье спектроскопии масла.

A1.2.5 Загрязнение картерного масла гликольным антифризом:

A1.2.5.1 Загрязнение гликолем контролируется в дизельных картерных смазочных материалах путем измерения области распространения углерод-кислорода, как это указано в таблице A1.1. Спектральные характеристики загрязнения гликоля показаны на рисунке A1.6.

A1.2.5.2 Этиленгликоль проникает с возможностью точного определения количественного уровня воды, в то же время содержит также гидроксильные группы. Однако это утверждение не верно, поскольку гликоль имеет другие спектральные особенности, которые используются для выявления и количественной оценки. Поэтому, в присутствии гликоля, вода может быть обнаружена, но не может быть надежно определена количественно с помощью ИК-Фурье спектроскопии. Это не считается проблемой, поскольку большое значение имеет присутствие гликоля для работы двигателя. Как и в случае с топливом, присутствие гликоля может быть подтверждено с помощью газовой хроматографии или колориметрических испытаний или более общих испытаний, подтверждаемых с помощью элементного анализа результатов натрия и бора.

A1.3 Повышенное давление (противозадирные свойства) жидкостей (ПД) (обычно в нефтяном механизме или гидравлических жидкостях):

A1.3.1 В дополнение к вышесказанному также широко применяются анализ картерного масла, мониторинг состояния механизма и гидравлических масел. В этих системах наиболее общими параметрами измерения являются загрязнение водой и окислительная деструкция масла, которые представлены в таблице A1.2.

A1.3.2 Вода:

A1.3.2.1 Поскольку вода является наиболее распространенным загрязнителем в картерном масле, она также является наиболее распространенным загрязнителем в редукторах и гидравлических системах. В данных системах, в отличие от картерного масла, вода по-разному взаимодействует с противозадирными присадками, что приводит к различному влиянию инфракрасного излучения, и, таким образом, вода определяется иначе, чем в картерных смазочных материалах. Рис. A1.7 показывает это разное влияние. Загрязнение водой проявляется, как правило, горизонтальным смещением базовой линии всего инфракрасного спектра. На рисунке A1.7 область комплексного спектра, представляющая 3000 мг/м³ (0,3%) воды затенена. Притом, что данное измерение становится определяющим измерением уровня воды в системах ПД, очень высокие уровни воды (более 2 %) начинают проявлять аналогичную водородную связь ОН полосы распространения, как показано в картерном масле.

A1.3.2.2 Помехи для воды – Так как определяющее измерение уровня воды основано на комплексном поглощении без каких-либо местных поправок базовой линии, загрязнение воды копотью, грязью приводит к вторичному излучению ИК частиц. Что будет значительно превышать показатели для уровня воды, чем ожидалось. Тем не менее, типичные редукторы и гидравлические системы, не содержащие высоких уровней твердых частиц, могут вызвать значительное смещение и отклонение базовой линии. Анализ износа металла, подсчет частиц или другие соответствующие испытания должны признать негодными механизм и гидравлические системы, в которых проявляется такая крайняя загрязненность.

A1.3.3 Окисление:

A1.3.3.1 Измерения окислительной деструкции, приведенные на рисунке A1.8 при нефтяном предельном давлении жидкости такие же, как и в картерных жидкостях на нефтяной основе, представленные в A1.2.3.2. Необходимо отметить, что в то время как рис. A1.8 также свидетельствует об увеличении в побочных продуктах сульфатирования, не все системы ПД будут показывать этот эффект.

A1.4 Смазочные материалы синтетического полиолэфира (применяется, в газотурбинной установке на базе авиационного газотурбинного двигателя):

A1.4.1 Мониторинг состояния высокоэффективных турбинных двигателей самолета широко применяется как в военной, так и в коммерческой авиации в целях поддержания отраслей. Кроме того, многие газотурбинные установки на базе авиационного газотурбинного двигателя используются в производстве электроэнергии, морских перевозках и других не авиационных областях применения. В этих системах, основной смазочный материал представляет собой синтетический полиолэфир, доступный в соответствии с различными военными спецификациями и коммерческими пунктами описания и марок брэндов. В таблице A1.3 перечислены результаты мониторинга состояния, представляющие интерес, измеряемые ИК Фурье спектром наряду с диапазоном измерения спектральных полос и исходных точек.

A1.4.2 Вода:

A1.4.2.1 Так как измерение по инфракрасному излучению для воды было скорректировано с учетом различных взаимодействий в образованиях картерного и противозадирных (EP) масел, для полиолэфиров необходим другой диапазон измерения уровня воды. Рис. A1.9 показывает диапазон измерения под кривой, который является комплексным для определения воды в этих системах, при измерении, отмечаемом при испытании пробы, содержащей 1000 мг/м³ добавленной воды. Необходимо помнить, что вода в этих системах показывает широкий диапазон, схожий с диапазоном картерного масла, но значительное влияние происходит на более высоких частотах, чем в картерном масле (~ 3700 до 3600 см⁻¹ для полиолэфира по сравнению с 3500 до 3150 см⁻¹ для картерного масла).

A1.4.2.2 Помехи для воды - Наиболее значительной помехой, выявленной при определении воды, являются помехи воды из-за разрыва смазочной пленки полиолэфира I (см. A1.4.3). При жестких условиях распада смазочного материала, эта спектральная полоса склонна к совмещению, и способствует комплексному использованию диапазона измерений уровня воды. Однако, как показано ниже на рисунке A1.10, этот эффект виден только тогда, когда смазка уже сильно деградирует, и требуются незамедлительные действия по техническому обслуживанию по устранению деградации, независимо от фактического уровня воды.

A1.4.3 Распределение основных компонентов эфира:

A1.4.3.1 Так как полиолэфир отличается другой химической основой от нефтяных смазочных материалов, ухудшение состояния смазки полиолэфира приводит к различным нарушениям работы механизмов. Наиболее распространенной формой распада смазочных материалов, основанных на эфире, является преобразование эфира в органические кислоты и спирты.

A1.4.3.2 Расслоение основных компонентов эфира I – Первым результатом распада продуктов из полиолэфира является диапазон между 3595 и 3500 см⁻¹, а также измерение, отмеченное как расслоение основных компонентов эфира I в таблице A1.3 и выделено на рисунке A1.10. Так как этот диапазон тесно связан с диапазоном измерения уровня воды, локализованная, единая исходная точка 3595 см⁻¹ представляет собой поправку на низшие уровни накопления воды (Рис. A1.10).

A1.4.3.3 Расслоение основных компонентов эфира II - В дополнение к расслоению диапазона I, второй диапазон, связанный традиционным направлением водородной связи ОН (измеряемый на воде в картерном масле) также увеличивается, при расслоении смазочных материалов. Данный диапазон расслоения основных компонентов эфира II также находится под контролем, как и измерение деградации смазочных материалов полиолэфира. Диапазон II распределения также отмечен на рисунке A1.10.

A1.4.3.4 Помехи в результате расслоения основных компонентов эфира. Как было отмечено выше в A1.4.2.2 чрезмерное распределение основных компонентов мешает измерению уровня воды, аналогичный эффект был также отмечен с измерением расслоения смазочных материалов. Чрезмерный уровень воды может привести к показаниям расслоения смазочных материалов, которые будут выше, чем фактический уровень. А также, уровень воды такой величины не пригоден для смазки, независимо от фактического расслоения уровня.

A1.4.4 Антиизносные реагенты:

A1.4.4.1 Антиизносные реагенты, используемые в картерном масле и в смазочных материалах полиолэфира, как правило, бывают разных видов, но наиболее распространенными реагентами, используемыми для масла, являются функциональные группы фосфата. По этой причине, области измерения, разработанные для мониторинга уровня и тенденций ZDDP, были признаны в равной степени полезными для мониторинга трикрезилфосфата (TCP). Рис. A1.11 показывает различные уровни TCP, переходящие в смазочные материалы полиолэфира. Как отмечалось ранее, создание калибровочных кривых для измерения параметров (когда в наличии есть действующие или разработанные стандарты) является возможным. Однако это не является необходимым, поскольку мониторинг состояния смазки требует только надежных, воспроизводимых измерений. Корреляция между измерениями ИК-Фурье спектров и физическими величинами не является необходимостью.

A1.4.5 Загрязнение топливом:

A1.4.5.1 Загрязнение топливом контролируется в смазочных материалах полиолэфира путем измерения пиковых измерений в 810 см^{-1} , приведенных в разделе A1.2.4.

A1.4.6 Другие виды загрязненности жидкости:

A1.4.6.1 Помимо загрязнения топливом, смазочное масло могут загрязнять посторонние масла и гидравлические жидкости (например, полиолэфир, загрязненный жидкостью на нефтяной основе). В большинстве случаев выявление присутствия посторонней жидкости – это все, что необходимо для проведения соответствующих мероприятий по техническому обслуживанию. На широкий круг потенциальных загрязнителей предлагается такой же широкий спектр предпочтительных методов измерения. Кроме того, распределения кратной частоты могут быть необходимы, но, и не представлены в данной практике. Измерение диапазонов, приведенные в таблице A1.3 показывают измерения, используемые для обозначения присутствия нефтяных (минеральных) масел, фосфатных эфирных масел, или смеси масел полиалфаолефин (РАО)/дизэфира, загрязняющие полиолэфирные масла. Рисунок A1.12 показывает пример полиолэфирного масла, загрязненного смесями масла полиалфаолефин (РАО)/ дизэфира.

Таблица A1.1 - Параметры мониторинга состояния нефтяных смазочных материалов (на примере картера). Прямые тенденции

Реагент	Площадь измерения, см^{-1}	Исходная точка, см^{-1}	Отчетность ¹
Вода	Площадь 3500-3150	Минимум 4000-3680 и 2200-1900	Отчет по измеренным показателям
Засорение сажей	Интенсивность поглощения до 2000	Нет	Показатель x 100
Окисление	Площадь 1800-1670	Минимум 2200-1900 и 650-550	Отчет по измеренным показателям

Таблица А1.1 (продолжение)

Нитрование	Площадь 1650-1600	Минимум 2200-1900 и 650-550	Отчет по измеренным показателям
Антиизносные реагенты (Основанные на фосфате, ZDDP)	Площадь 1025-960	Минимум 2200-1900 и 650-550	Отчет по измеренным показателям
Бензин	Площадь 755-745	Минимум 780-760 и 750-730	Отчет по измеренным показателям
Дизель (JP-5, JP-8) ²	Площадь 815-805	Минимум 835-825 и 805-795	(Показатель+2) x 100
Побочные продукты сульфата	Площадь 1180-1120	Минимум 2200-1900 и 650-550	Отчет по измеренным показателям
Хладагент этиленгликоля	Площадь 1100-1030	Минимум 1130-1100 и 1030-1010	Отчет по измеренным показателям

¹ Отчетность по показателям поглощения/0.1 мм (см. п.6.1.2).

² Спектральные характеристики дизельного топлива и других видов топлива оказались различными. В настоящее время рабочая область действует на другие ИК области измерения и методы. Приведенное измерение может быть использовано в качестве ориентира, но не является единственным инфракрасным излучением, основанным на измерении загрязнения топлива. Проверка подозрительных источников топлива предполагает проверку наличия полос поглощения индикатора.

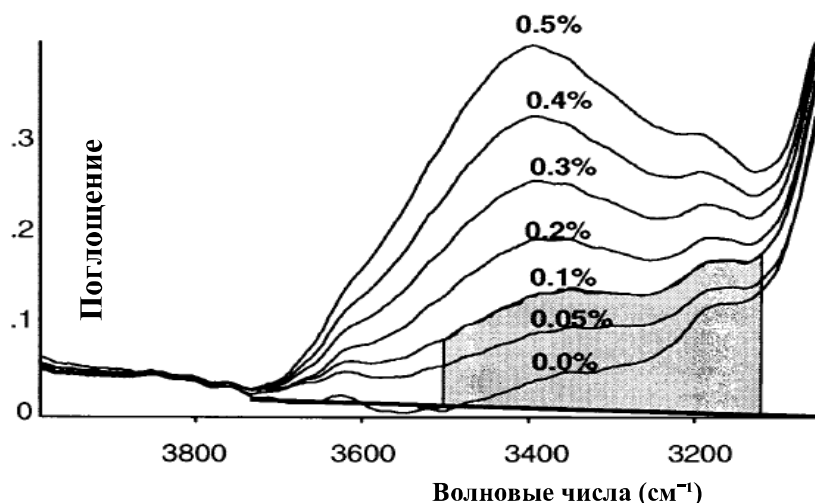


Рисунок А1.1-Пример измерения интегрального потока инфракрасного (ИК) излучения в области волновых чисел для воды в картерном масле

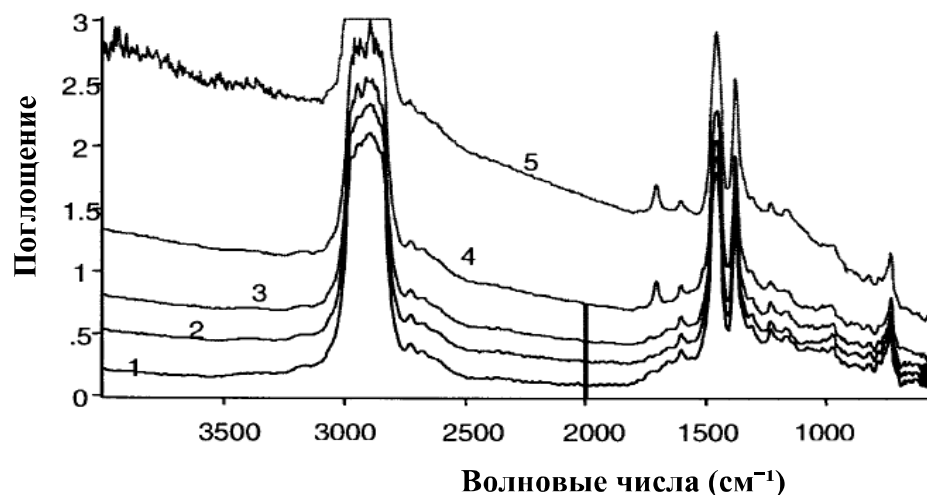


Рисунок А1.2-Измерение продуктов сажееобразования в картерном дизельном масле

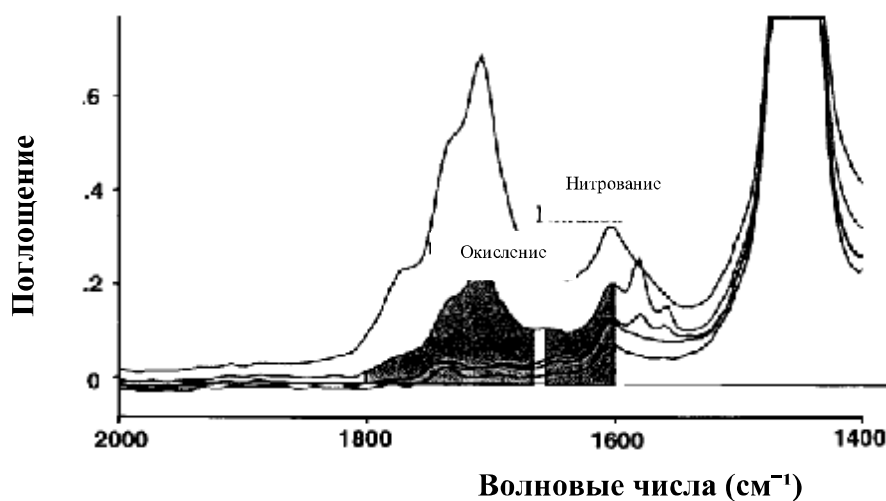


Рисунок А1.3-Измерение продуктов окисления и нитрования в картерном масле

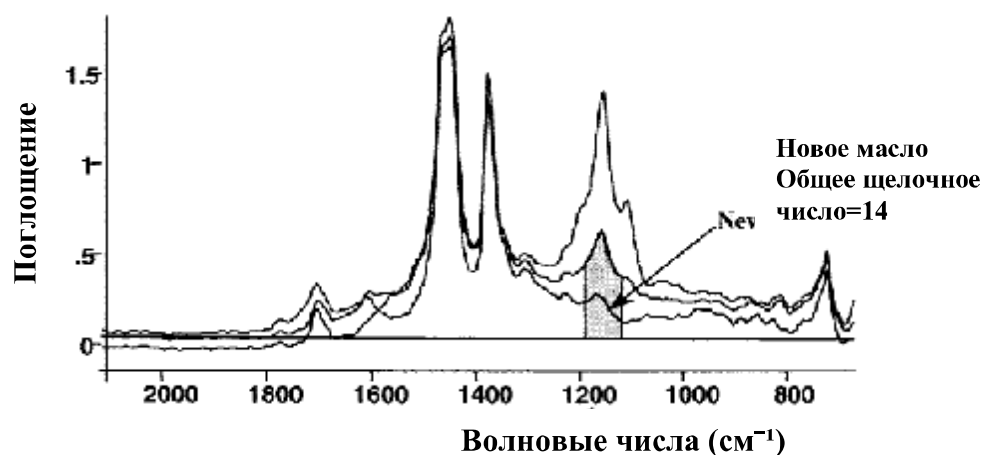


Рисунок А1.4-Измерение продуктов сульфатирования в картерном масле



Рисунок А1.5 - Измерение топлива в картерном масле

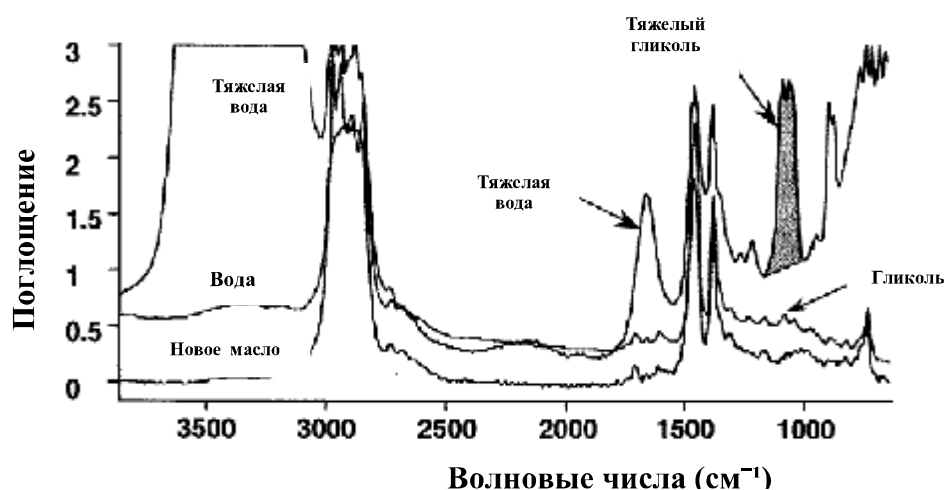


Рисунок А1.6-Измерение гликоля в дизельном моторном масле

Таблица А1.2-Параметры мониторинга состояния жидкости с противозадирными свойствами на основе нефти. Прямые тенденции

Реагент	Площадь измерения, см ⁻¹	Исходная точка, см ⁻¹	Отчетность ¹
Вода	Площадь 3400-3250	Нет базовой линии	Показатель x 20
Окисление	Площадь 1800-1670	Минимум 2000-1800 и 650-550	Отчет по измеренным показателям

¹Отчетность по показателям поглощения/0.1 мм (см. п. 6.1.2).

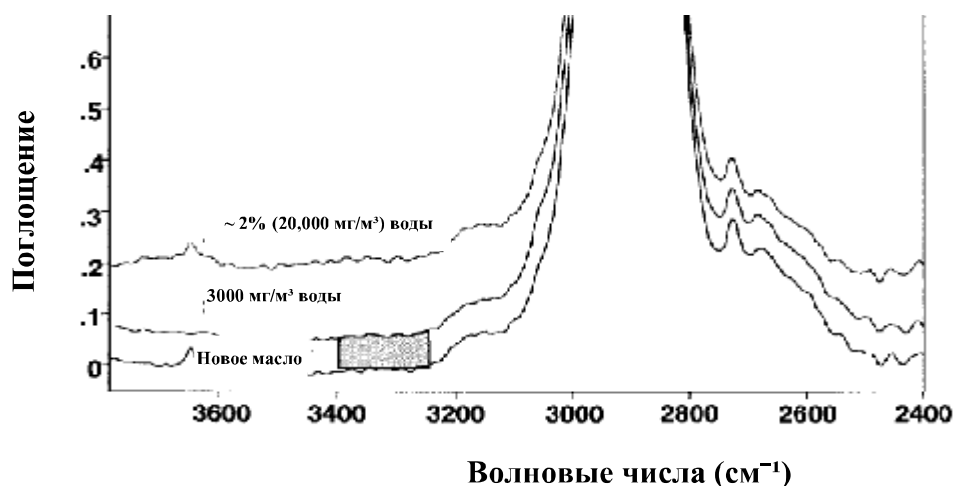


Рисунок А1.7-Измерение воды в жидкости с противозадирными свойствами

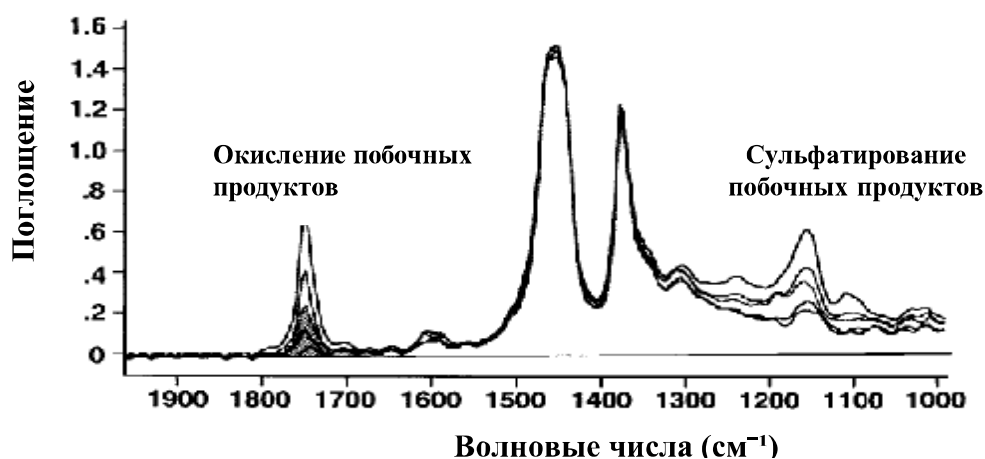


Рисунок А1.8-Измерение продуктов окисления в жидкости с противозадирными свойствами

Таблица А1.3-Параметры мониторинга состояния полиолэфира - Прямые тенденции

Реагент	Площадь измерения, см^{-1}	Исходная точка, см^{-1}	Отчетность ¹
Вода	Площадь 3700-3595	Минимум 3950-3770 и 2200-1900	Показатель x 10
Распад основы эфира I	Площадь 3595-3500	Минимум 3595-3770 и 2200-1900	Показатель x 10
Распад основы эфира II	Площадь 3330-3150	Минимум 3595-3770 и 2200-1900	Показатель x 10
Противоизносные реагенты (обычно ТСП)	Площадь 1025-960	Минимум 2200-1900 и 650-550	Отчет по измеренным показателям
Топливо (JP-4, JP-5, JP-8) ²	Площадь 815-805	Минимум 835-825 и 805-795	(Показатель+2) x 100

Таблица А1.3 (продолжение)

Другие виды загрязняющих веществ в синтетических продуктах полиолэфира (например, нефтяные смазочные материалы и гидравлические жидкости)	Площадь 1425-1390 и 1090-1030 ³	Нет исходной точки	Отчет по измеренным показателям
---	--	--------------------	---------------------------------

¹ Отчетность по показателям поглощения/0.1 мм (см. п.6.1.2).

² Спектральные характеристики отмеченного топлива оказались различными. В настоящее время они действуют в других ИК областях измерения и методов. Перечисленные измерения могут быть использованы в качестве ориентира, но не являются единственным измерением загрязнения топлива на основе инфракрасного излучения. Проверка подозрительных источников топлива предлагается на наличие полос индикатора поглощения.

³ Могут также использоваться альтернативные многомерные методы, такие как PCR, PLS, импульсный метод и анализ факторов, такие, как в практике Е 1655.

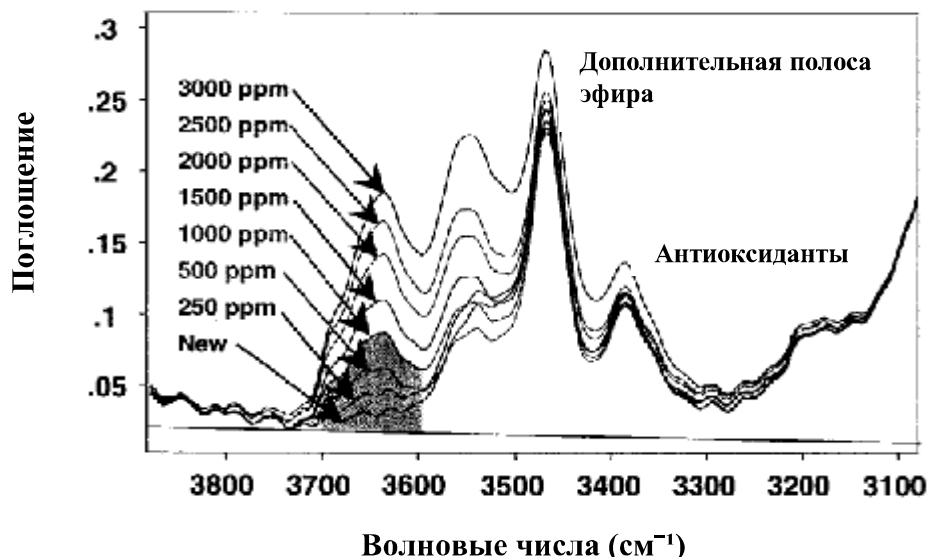


Рисунок А1.9-Измерение воды в смазочных материалах полиолэфира

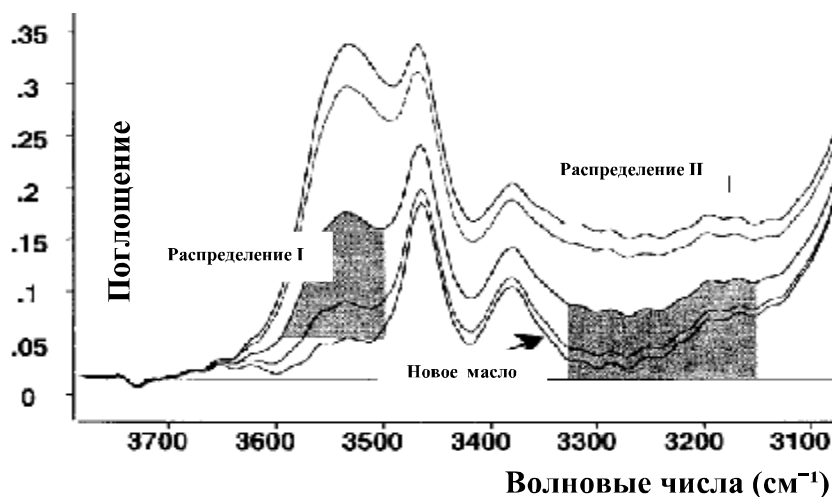


Рисунок А1.10-Измерение продуктов распада основных компонентов эфира в смазочных материалах полиолэфира

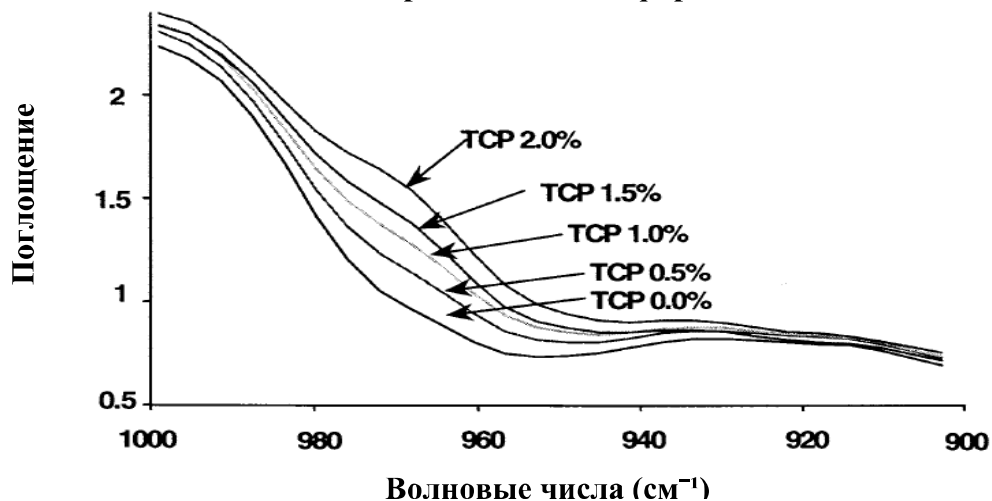


Рисунок А1.11-Измерение антиизносных реагентов (TCP) в смазочных материалах полиолэфира

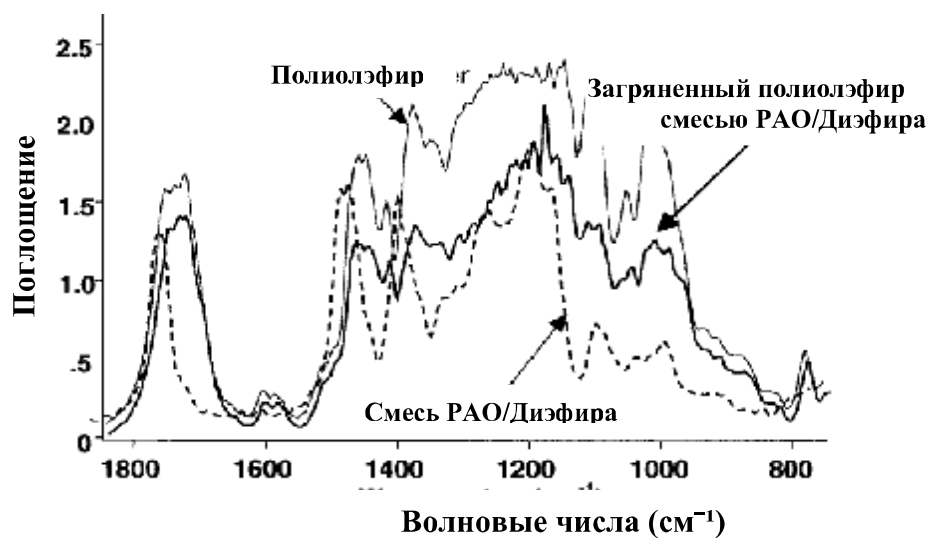


Рисунок А1.12-Смазка полиолэфира загрязненная маслом PAO/дизэфира

A2. Измерение молекулярных параметров в различных системах. Метод спектрального вычитания

A2.1 Настоящее приложение не претендует на обсуждение всех видов смазочных материалов. Здесь представлен расчет параметров нефтяных смазочных материалов. Поскольку эти данные становятся доступными, к приложению могут быть добавлены другие виды смазочных материалов.

ПРИМЕЧАНИЕ A2.1 - Целью данной практики не является установить или рекомендовать нормальные, предостерегающие, предупреждающие или оповещающие ограничения для каких-либо видов механизмов или жидкости. Эти ограничения должны быть созданы совместно с консультативной помощью и руководствующими указаниями со стороны производителя машин и обслуживающей группой.

A2.1.1 При этом не следует пользоваться поиском спектральной библиотеки для определения лучшего выбора со ссылкой на метод вычитания. Такой подход может привести к неверным результатам, особенно в случае с антифризом, топливом и водой. Если тип масла не известен, лучше сделать другой выбор типа смазки и использовать его постоянно. Если невозможно получить соответствующие ссылки на масло, спектральное вычитание не осуществимо.

A2.2 Картерная смазка на нефтяной основе. Как указывается в Приложении A1, мониторинг состояния за картерным маслом делится на мониторинг загрязнения и мониторинг распада. Анализ параметров для спектрального вычитания такой же, как и для подхода прямых тенденций. Различные лаборатории разработали незначительные вариации на эти анализы. Эти различные подходы, в равной степени подходят для отслеживания тенденций, результаты которых отличаются в числовом отношении. Согласующиеся анализы должны применяться для каждого приложения. Таблица A2.1 приводит примеры анализа конкретных параметров, используемых для получения данных из разницы спектра использованного минус нового масла. Более подробная информация об отдельных параметрах содержится в оставшейся части этого раздела. Следует тщательно рассматривать примечания к таблице A2.1.

A2.2.1 Загрязнение водой:

A2.2.1.1 Вода имеет два характерных вида поглощения в ИК спектре (3400 см^{-1} и 1640 см^{-1}), которые делают возможным обнаружение примерно от 0,05 до 0,1 весового процента уровня воды. Хотя этот метод не такой чувствительный, как некоторые другие, но он показывает тот уровень, где может начаться проблема при наличии воды в картере. Вода выявляется с помощью основного параметра в центре около 3400 см^{-1} , что обуславливает растяжение водородных связей гидроксильной (-ОН) группы. Вода измеряется, как показано на Рисунке A2.1, при использовании исходной точки от 3700 см^{-1} , и пиковой высоты в 3428 см^{-1} . С другой стороны, максимум воды можно измерить по отношению к двум исходным точкам в диапазоне от 3740 см^{-1} до 3120 см^{-1} . Концентрация значений, указанных на рисунке, предназначена для весового процента (%) содержания воды.

A2.2.1.2 Калибровка – Калибровка, как правило, производится в диапазоне от 0,05 до 0,5 весового %, но может быть и выше 1,0 % массы воды. Но при таком содержании воды в нефтяной смазке наблюдается нелинейность результатов, когда измерение в смазочном масле проводят методом оптического измерения, такого как инфракрасное излучение. Стандартные образцы готовятся на месте путем добавления воды в сухую нефть. Стандартные образцы воды должны быть хорошо подготовленными и проанализированными. Равномерное перемешивание стандарта необходимо для получения стабильных результатов. Перемешивание, ультразвуковое диспергирование

или механическая тряска считаются адекватными, по меньшей мере, в течение 15 минут. При этом нельзя использовать пластиковые контейнеры.

A2.2.1.3 Помехи - Этиленгликоль является помехой в определении точного количественного уровня воды, поскольку в данном случае он также содержит гидроксильные группы. Однако обратное утверждение неверно, поскольку у гликоля есть другие спектральные свойства, которые используются для выявления и количественной оценки гликоля. Поэтому, в присутствии гликоля, вода может быть обнаружена, но количественное определение ее с помощью ИК спектра не надежно. Это не считается проблемой, поскольку присутствие гликоля в большей значимости влияет на эксплуатацию двигателя.

A2.2.2 Частицы сажи:

A2.2.2.1 Накопление сажи является результатом неполного сгорания топлива. Такое обычно встречается лишь в дизельных двигателях, но может быть показателем в карбюраторной системе или проблемой инжекторного двигателя с другими видами топлива. Кроме того сажа не имеет определенных частот поглощения в ИК спектре, что вызывает изменения в базовой линии спектра за счет поглощения и рассеивания света. Поскольку нет никаких других спектральных особенностей в области в 1950 см^{-1} , этот диапазон используется для оценки уровня сажи в примере, как это показано на Рисунке A2.2.

A2.2.2.2 В случае с сажей, основное поглощение измеряется с примечанием на изъятие масла. Поскольку полученные данные коэффициента поглощения сажи это измерение количества наклона в спектральной базовой линии, поправка за наклон должна применяться к данным, с учетом вклада передачи ячеек к исходному наклону, если засветка в траектории светового луча осуществляется без ячейки. Это значение может быть важным в случае с кристаллами ZnSe, по порядку 0,2 единиц поглощения чистой нефти в клетке, как это можно видеть на рисунке. Смещение базовой линии, вызванное сажей, зависит от количества копоти в настоящий момент и эффективных размеров частиц. Эффективный размер частиц определяется характером системы сгорания и дисперсантов в масле. Данный факт затрудняет прямую оценку или калибровку количества сажи, так что факторы, которые касаются количества сажи в значении ИК поглощения, должны быть установлены с двигателями и смазочными материалами, представляющими интерес.

A2.2.3 Окисление (окисление карбонилсодержащих продуктов):

A2.2.3.1 Основной параметр, сосредоточенный в точке 1730 см^{-1} , связан с присутствием карбонилсодержащих продуктов распада масла. Они были определены в виде лактонов, эфиров, альдегидов, кетонов, карбоновых кислот и солей. Этот параметр показан на Рисунке A2.3. Базовая линия для измерения карбонильного окисления, так называемое окисление, принимается на 1950 см^{-1} , а максимальная высота пика определяется между 1800 и 1650 см^{-1} . Кроме того, некоторые лабораторные измерения поглощения пикового значения находятся ближе к 1709 см^{-1} по отношению к единой исходной точке при 1900 см^{-1} .

A2.2.3.2 Для эфира, основанного на синтетических маслах; область измерения может быть изменена в диапазоне с 1710 до 1660 см^{-1} , чтобы избежать большого размера параметра карбонильной группы эфирных и базовых масел. Размер пикового значения является результатом самых разнообразных представленных материалов. В точке максимума интенсивность будет меняться по мере изменения масла и условий его применения. Увеличение пиковой высоты, которое происходит, по мере увеличения количества часов нахождения масла в двигателе и имеет важное значение в оценке деградации, связанной с TAN (таннин) и степенью вязкости.

A2.2.4 Продукты окисления азота:

A2.2.4.1 Резкий подъем на 1630 см^{-1} является результатом фиксации оксида азота в масле, как это показано на рисунке A2.3. Материалы, ведущие к этой функции, являются нитроэфирами. Параметр измерения окиси азота осуществляется путем выбора максимальной пиковой интенсивности в диапазоне от 1650 до 1610 см^{-1} , с единой исходной точкой в 1950 см^{-1} или 1900 см^{-1} .

A2.2.4.2 Из-за помех, которые можно увидеть в той же области, где находятся продукты группы металлических мыл (соли тяжелых металлов стеариновой, линолевой, линоленовой и нафтеновых кислот, не растворимые в воде, растворимые в маслах и органических растворителях с образованием коллоидных растворов), в некоторых лабораториях предпочитают измерять резкий подъем как выступ на исходном базовом параметре, как более правильное измерение нитрования. Формирование продуктов фиксации азота является наиболее значительным явлением в бензиновых и газовых двигателях, также как в некоторых дизельных системах, использующих систему рециркуляции выхлопных газов.

A2.2.5: Продукты окисления серы

A2.2.5.1 Другой основной спектральный параметр, сосредоточенный в точке 1150 см^{-1} , как показано на рисунке A2.3, является результатом образования соединений сульфата (сульфатирование), которая перекрывается продуктами окисления (карбоксилат). При этом используется исходная точка в 1950 см^{-1} .

A2.2.5.2 Образование сульфатов происходит в результате образования соединений серы от сжигания в дизельном топливе, или от окисления серы, содержащейся в базовых маслах и присадках в бензиновом или газовом двигателях. Эта группа спектральных линий является довольно конкретной мерой, базирующейся на добавлении присадок к смазочным материалам, и непосредственно имеет отношение к испытанию TBN для машинных масел.

A2.2.6 Истощение противоизносных присадок, содержащих фосфаты:

A2.2.6.1 Мониторинг истощения противоизносных присадок содержащих фосфаты (как правило, диалкилдитиофосфата цинка) может свидетельствовать о необычном истощении или суровых условиях эксплуатации. Истощение этих присадок будет происходить до того момента, пока не начнет происходить ускорение процесса окисления в смазочных материалах, что приведет к определенному полезному значению в оставшемся сроке эксплуатации смазочных материалов. За этим реагентом ведется контроль как за отрицательным пиковым значением в спектре вычитания, поскольку в новом масле будет больше концентрация присадки, чем в отработанном масле. В этом случае используется максимальный отрицательный пик в диапазоне от 1020 до 930 см^{-1} с исходной точкой в том же диапазоне, как показано на рисунке A2.3.

A2.2.7 Остаток топлива:

A2.2.7.1 Как упоминалось ранее, измерение уровня остатков топлива или неочищенного топлива очень трудно определить каким-либо способом. Основное различие между топливом и базовым маслом лежит в молекулярной массе, температуре кипения и относительной доле ароматических материалов. Топливо имеет более низкую температуру кипения и более высокий процент ароматических материалов. Обычные методы, такие, как газовая хроматография или определение температуры воспламенения используют низкий диапазон кипения, в то время как получение инфракрасного спектра позволяет определять содержание ароматических материалов для выявления присутствия топлива.

A2.2.7.2 Для этой цели используется спектральное изображение, вызванное ароматическими соединениями в диапазоне волн от 817 до 804 см^{-1} . В данном диапазоне

используется площадь пика, как это показано на рисунке А2.4. На рисунке показан рост площади пика, в связи с увеличением массовой доли в % от испарившегося дизельного топлива. В некоторых случаях, прежде всего, в отношении зимнего дизельного топлива, пик, используемый для остатков топлива, является более широким, чем показано на рисунке А2.4. Более широкий диапазон исходных точек может быть использован в целях повышения чувствительности, хотя это и приводит к снижению селективности.

А2.2.7.3 Точность измерений, поддается сильному действию со стороны стандартного материала, используемого для калибровки прибора и указателя уровня, в котором топливо испаряется в картере двигателя. Вот почему выпарившееся топливо должно быть использовано для калибровки системы и калибровка указателя уровня топлива должна быть произведена на основе, топлива, используемого в данном регионе. Кроме того, существует острая необходимость в соответствии с надлежащей ссылкой на новое масло, о чем говорилось ранее. Это изменение в ароматических соединениях базовых масел, которое является основным фактором, ведущим к ошибкам со ссылкой на несоответствие.

А2.2.7.4 Калибровка для дизельного топлива, как правило, осуществляется в диапазоне от 2 до 10 весовых процентов, а бензин от 1 до 10 весовых процентов. испарившееся топливо используется в качестве стандартного материала. Процедуры подготовки типового выветренного топлива могут изменяться, но следующая процедура должна послужить в качестве руководствующего указания: дизельное топливо необходимо довести примерно до 107 градусов Цельсия, затем придерживать при этой температуре в течение 30 минут. Данная процедура представляет собой потерю около 5% от первоначального объема. Бензин нагревается при низкой температуре до тех пор, пока не испарится около 40% от первоначального объема.

ПРИМЕЧАНИЕ Следует проявлять большую осторожность при подготовке этих материалов, чтобы избежать пожара или воздействия на пары.

А2.2.7.5 Определение загрязнения бензином является менее проблематичным, чем для дизельного топлива, из-за высокого относительного содержания ароматических соединений в бензине. Бензин откалиброван с использованием площади пика в диапазоне от 734 до 721 см^{-1} .

А2.2.7.6 Дополнительные испытания, такие, как определение вязкости, температуры вспышки, или газовая хроматография могут быть использованы для подтверждения присутствия топлива в ИК спектре.

А2.2.8 Загрязнение гликолем:

А2.2.8.1 Это загрязняющее вещество имеет характерные поглощающие способности в ИК спектре, которые делают его обнаружение возможным примерно на уровне 0,1%. Хотя данный метод и не такой точный, как некоторые другие методы, он определяет уровень, где могут начаться проблемы с наличием загрязняющих веществ в картере. Гликоль имеет так же основной параметр гидроксильной (-ОН) группы, сосредоточенный в 3400 см^{-1} , что видно по уровню воды. Вместе с тем, гликоль и другие характерные пики, отличают его от воды около 880, 1040, 1080 см^{-1} , как это можно видеть на рисунке А2.5.

А2.2.8.2 Высота пика в 883 см^{-1} , с единой исходной точкой в 917 см^{-1} используется для количественной оценки гликоля, поскольку она не является предметом для вмешательства в той же степени, как спектральные полосы в 1040 и 1080 см^{-1} . Этот эффект можно увидеть, посмотрев на рисунок А2.5, который свидетельствует о большом диапазоне сульфата с пиками гликоля на правой стороне графика. Даже, несмотря на то, что пики на 1040 и 1080 см^{-1} больше, чем пик на 880 см^{-1} , очень трудно точно измерить их

в присутствии других нефтяных продуктах распада. Вместо этого пики в 1040 и 1080 см^{-1} используются для подтверждения присутствия гликоля.

A2.2.8.3 На практике, 2-й производный спектр может использоваться, чтобы найти правильное наивысшее место для этих пиков, а пределы интенсивности поглощения могут быть использованы для отображения присутствия гликоля. Рис. A2.5 показывает интенсивность роста полос гликоля при увеличении концентрации в диапазоне от 0,05 до 0,8% веса.

A2.2.8.4 Помехи – Присутствие гликоля является помехой в количественном определении уровня воды, но обратное утверждение не верно. Поэтому, в присутствии гликоля вода не может быть надежно определена количественно с помощью ИК спектра. Это не считается проблемой, поскольку присутствие гликоля значительно влияет на работу двигателя. Как и в случае с топливом, присутствие гликоля может быть подтверждено с помощью газовой хроматографии или колориметрических испытаний или более общими методами, подтверждаемые с помощью элементного анализа результатов натрия и бора.

A2.2.8.5 Стандартные образцы гликоля могут быть подготовлены в диапазоне от 0,1 до 0,5 весовых процента гликоля с использованием соотношения 50:50 смеси антифриза и воды на гликолевой основе. Расчеты должны быть основаны на фактическом количестве добавленного антифриза на основе гликоля, а не на количестве смеси в соотношении 50:50. Стандартные образцы гликоля должны быть хорошо подготовленными и проанализированными. Равномерные перемешивания необходимы для получения обоснованных результатов. Перемешивание, ультразвуковое диспергирование или механическая тряска, по меньшей мере, в течение 15 минут считаются достаточными. При этом пластиковые контейнеры не используются.

A2.2.9 Отчетность данных. О параметрах, определяемых из полученного инфракрасного спектра для реагентов, обсуждаемых в предыдущих разделах, посвященных спектральному вычитанию, приводят разные отчеты в силу разного поведения присутствующих материалов. Некоторые из реагентов не откалиброваны, включая окисление, нитрование, сульфатирование, сажеобразование и противоизносные присадки фосфатов. Другие откалиброваны, такие как дизельное топливо, бензин, вода и гликоль. Рекомендации по процедурам калибровки были включены в предыдущие разделы Приложения A2.

A2.2.9.1 Продукты окисления, нитрования и сульфатирования не были представлены в виде значений концентрации, поскольку существует много различных сформированных химических соединений, которые способствуют измеренному поглощению. Поскольку образуется не один продукт, а несколько, невозможно получить стандартные материалы для получения калибровочных кривых, необходимых для взаимосвязи поглощения с концентрацией. Значения поглощения, относящиеся к толщине освещаемого образца, подтверждены. Единицами измерения, используемыми для отчетности, являются коэффициент поглощения на 0,1 миллиметр (погл/0.1 мм), который имеет непосредственное отношение к пиковой интенсивности, наблюдаемой в различных областях спектра масел. Информация для этих компонентов является наиболее полезной при анализе тенденций.

A2.2.9.2 Углеродные частицы, образующие сажу, не вызывают локализованного поглощения. Вместо этого наблюдаются смещение спектральной базовой линии вследствие рассеяния света и поглощения. Величина этого смещения определяется размером частиц сажи, а также концентрацией образовавшейся сажи. Исследуемый размер частиц зависит от типа двигателя и смазки. Значения коэффициента поглощения на 0,1 мм (погл/0,1 мм) также должны быть подтверждены.

A2.2.9.3 Противоизносная присадка фосфата, обычно различные формы диарилдитиофосфата цинка в картерном масле, отмечается в коэффициенте поглощения за 0,1 миллиметр (погл/0.1 мм) так же, как и в выше обозначенных реагентах окисления. Тем не менее, противоизносная присадка отмечается как отрицательное значение, поскольку в различных спектрах отработанного масла пиковое значение является отрицательным в связи с расходом присадки по сравнению с первоначальным содержанием ее в исходном (новом) масле.

A2.2.9.4 Топливо, вода, гликоль и бензин определяются в весовом соотношении из калибровки по стандартным образцам. Калибровки, подготовленные для дизельного топлива и бензина, возможно, не точно отражают виды топлива, используемые в конкретных регионах земного шара. Из-за этого, эти компоненты должны быть откалиброваны по стандартным образцам в полученных из топлив, которые используются в данном регионе земного шара. В случае с водой и гликолем, эти материалы не нужно постоянно калибровать из-за трудностей в получении и анализе стандартных образцов.

A2.2.9.5 На практике данный подход, применимый к использованию значений поглощения для некалиброванных реагентов, состоит в том, чтобы отметить их увеличение с течением времени в двигателе. Со временем по схеме или таблице изменения поглощения можно будет сделать оценку о том, когда менять смазку.

Таблица A2.1 Расчет молекулярных параметров в различных системах. Метод спектрального вычитания

Реагент	Площадь измерения, см^{-1}	Исходная точка, см^{-1}	Единицы измерения в отчетности	Примечания
Вода – А	Высота 3428	1 точка: 3700	Весовой % (метод калибровки)	9
Вода – В	Максимальное значение около 3400	2 точки: 3120, 3740	А/см или весовой %, объем в % (метод калибровки)	1, 2, 3, 9
Сажа – А	Высота 1950	Исходной точки нет	Поглощение до 0.1 мм	4
Сажа – В	Поглощение в точках 2000, 1950 или 1900	Исходной точки нет	А/см или весовой в % (метод калибровки)	5, 9
Окисление – А	Максимальная высота 1800-1600	1 точка: 1950	Поглощение до 0.1 мм	5, 9
Окисление – В	Наивысшая точка до 1709 в диапазоне 1685-1725	1 точка: 1900	А/см	6
Нитрование	Максимальная высота 1650-1610	1 точка: 1950	Поглощение до 0.1 мм	7
Противоизносная присадка фосфата	Максимальная высота 1020-930 (Отрицательная высота пика) Площадь 734-721	2 точки: 1020 и 930 2 точки: 734 и 721	Поглощение до 0.1 мм Весовой % (метод калибровки)	8 9, 10

Таблица А2.1 (продолжение)

Бензин	Площадь 817-804	2 точки: 817 и 804	Весовой % (метод калибровки)	9, 10
Дизельное топливо	Пик верификации: Площадь 883-864	Пик верификации: Площадь 883-864		
Сульфатирование	Высота 1150	1 точка: 1950	Поглощение до 0.1 мм	
Этилен гликоль	Высота 883 Пики верификации: Макс. высота 1098-1069 Макс. высота 1050-1030	1 точка: 901 Пики верификации: Мин. значение от 1110 до 1098 Мин. значение от 1063 до 1051 Мин. значение от 1029 до 1023	Весовой % (метод калибровки)	1, 9, 11, 12

Как отмечалось в п.9.4.2, для всех реагентов, кроме сажи, спектральное вычитание производится поправкой за наклон в диапазоне от 4000 до 650 см⁻¹. Для сажи, необходимо следить за конкретными рекомендациями в таблице А2.1. После расчета уровня сажи, выполняется вычитание, и спектральная поправка за наклон применяется в диапазоне с 4000 до 650 см⁻¹.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Методы калибровки для воды и этиленгликоля разрабатываются с использованием стандартной подготовки воды или этиленгликоля в соответствующих матрицах масла.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Пик максимума может быть легко определен с помощью второй производной спектра.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 Измерение уровня воды может быть скорректировано с учетом содержания гликоля.

ПРИМЕЧАНИЕ 4 Сажеобразование рассчитывается из невычитанного выборочного спектра.

ПРИМЕЧАНИЕ 5 Сажеобразование рассчитывается из вычитанного спектра до поправки за наклон.

ПРИМЕЧАНИЕ 6 Область окисления для смазочной смеси с синтетического (дизфирного) базового масла может быть скорректирована с 1710 до 1660 см⁻¹.

ПРИМЕЧАНИЕ 7 Альтернативный метод нитрования предлагает устранение участия металлического мыла с помощью пиковой точки в 1630 см⁻¹ с минимальной исходной точкой в диапазоне с 1655 до 1640 см⁻¹ и с 1620 до 1595 см⁻¹.

ПРИМЕЧАНИЕ 8 Противоизносная присадка фосфата является отрицательной высотой пика, поскольку она представляет собой истощение присадки по сравнению с новым маслом.

ПРИМЕЧАНИЕ 9 Методы калибровки основаны на стандартных линейных регрессионных моделях.

ПРИМЕЧАНИЕ 10 Тарирование подачи топлива основано на стабилизированном путем испарения, и должно быть скорректировано с учетом локальных изменений в топливе.

ПРИМЕЧАНИЕ 11 Калибровка этиленгликоля основана на 50:50 гликоля: водяной смеси.

ПРИМЕЧАНИЕ 12 Пиковые позиции верификации гликоля могут наилучшим образом быть получены из второй производной спектра.

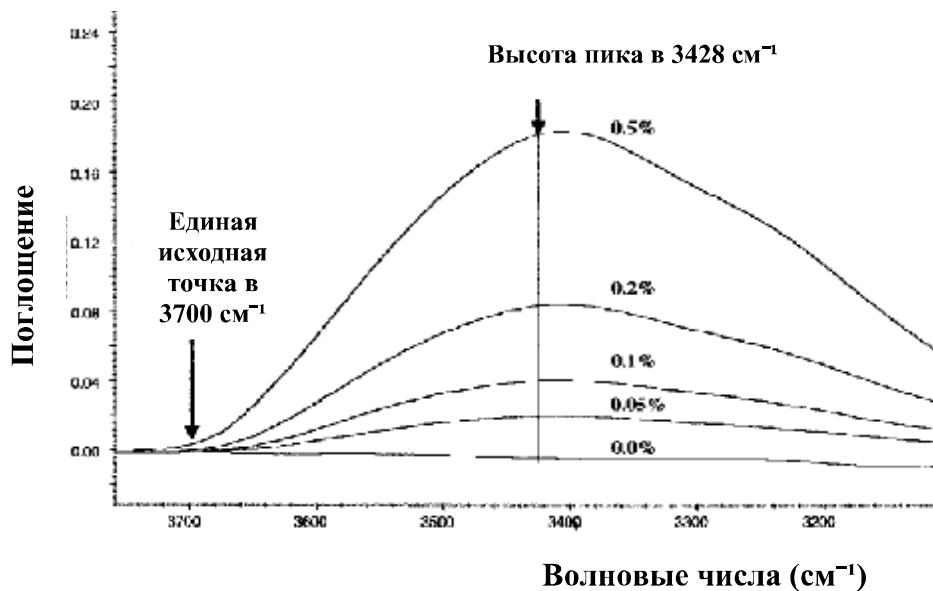


Рисунок А2.1-Область анализа воды в картерной смазке на основе нефти

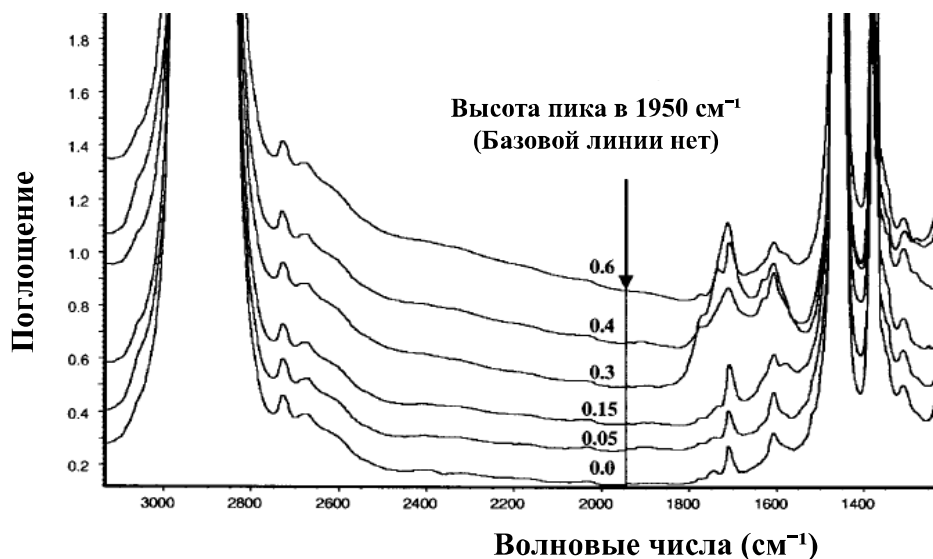


Рисунок А2.2- Область анализа сажеобразования вкартерной смазке на основе нефти

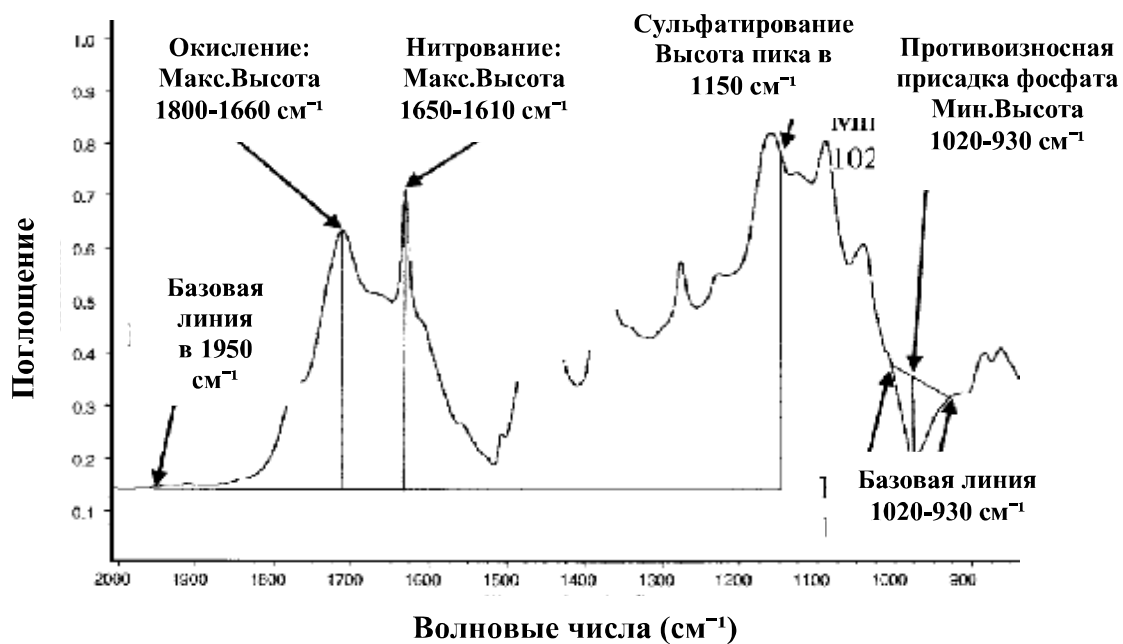


Рисунок А2.3-Область анализа процессов окисления, нитрования, сульфатирования и противоизносных присадок фосфата

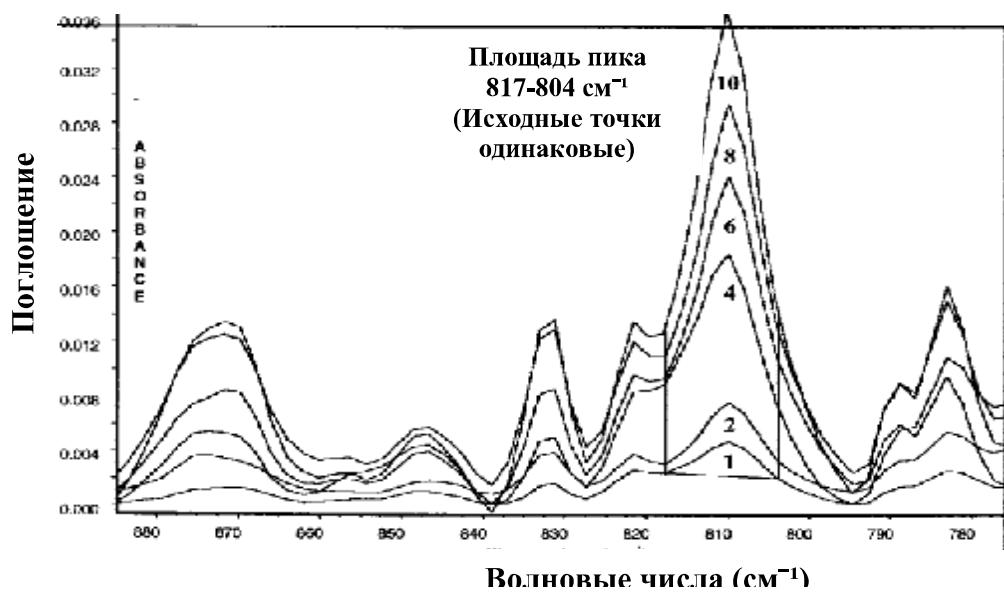


Рисунок А2.4-Область анализа дизельного топлива в картерной смазке на основе нефти

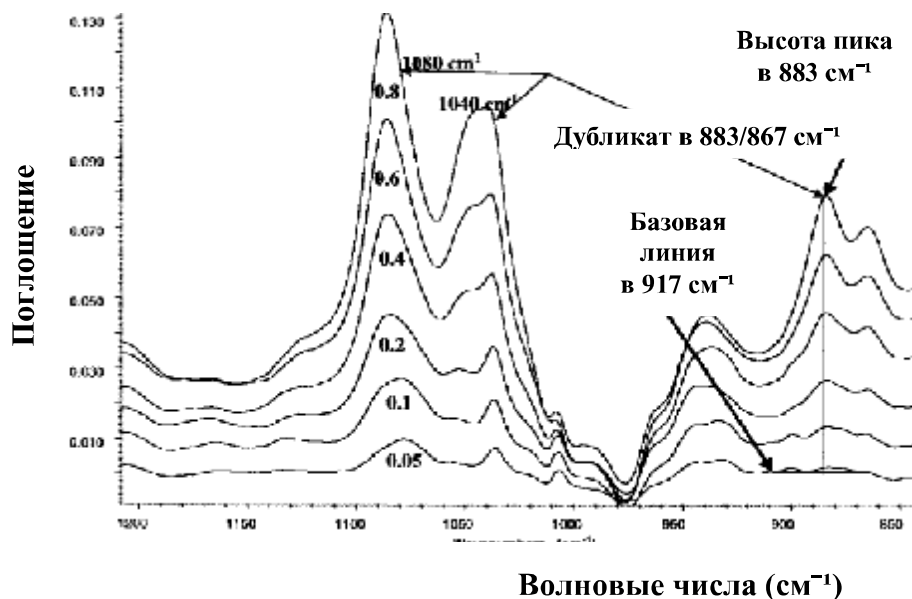


Рисунок А2.5 - Области анализа гликоля в картерных смазочных материалах

А3. Профиль распределения и статистический анализ

А3.1 Статистический анализ исторических данных из достаточно большого количества механизмов может быть использован для изучения возможных связей между мониторингом состояния тестовых данных и режимах отказа механизма. Такие статистические анализы являются инструментом, используемым в установлении пределов тревоги за состоянием контроля испытаний. Детальное обсуждение анализа профиля распределения и определение пределов срабатывания сигнала выходит за рамки данной практики. Это приложение представляет собой лишь краткий анализ профиля распределения для заинтересованных пользователей. Более подробное описание можно найти по ссылке (1).

А3.2 Графики распределения частот - Гистограммы:

А3.2.1 Графики распределения являются основным инструментом, используемым в статистическом анализе данных мониторинга состояния. Абсцисса на графике является результатом испытательных данных, а также ордината является частотой, при которой определенный результат происходит в испытательном механизме. Рис. А3.1 показывает пример графика распределения. В этом примере, данные взяты из количества дизельного моторного масла при рабочем объеме 1910. Абсцисса представляет собой результат комплексного нитрования. Вертикальный столбец используется для представления количества масла, для которого результат испытания находится между двумя значениями абсцисс. Например, высокий столбец показывает, что примерно 410 значений нитрования находятся между 7 и 8 см^{-1} .

А3.2.2 Для разработки надежных пределов сигналов тревоги из статистического анализа испытательных данных мониторинга состояния, эти данные должны быть распределены в пределах нормы. Гистограмма должна быть примерно конусообразной формы и без смешанных функций. Гистограмма на рисунке А3.1 показывает приблизительное нормальное распределение (распределение Гаусса).

А3.2.3 Когда результаты ИК спектра ограничиваются до неотрицательных значений, а медиана распределения близка к нулю, то распределение не будет

отображаться нормально (см. пример на рисунке А3.2). В то время как среднее и стандартное отклонение будут рассчитываться, пользователь должен убедиться в том, что пределы сигнала тревоги на основе этих статистических данных отражают фактическое распределение. Например, только около 5% от величины падения должны быть выше среднего, а также двух стандартных отклонений.

А3.2.4 Для статистического анализа не должны быть использованы многовершинные распределения (Рис. А3.3) и широкие, плосковершинные распределения (Рис. А3.4). Оба примера свидетельствуют о множественных источниках тех же данных, низком соотношении нормальных данных по статистическим данным по отказам или недостаточной точности измерений.

А3.3 Учет отбора проб:

А3.3.1 Данные, используемые в статистическом анализе должны включать предпосылки (историю) всех машин подобного типа, по меньшей мере, за один межремонтный период. Количество должно включать, как минимум, несколько сотен значимых результатов статистического анализа. Если количество машин очень большое, одного межремонтного периода может быть достаточно.

А3.3.2 Кроме того, анализ показывает и другое, как отделить и отдельно анализировать результаты различных видов машин и машин с использованием различных составов масла. Даже машины с различными размерами маслоуловителей или из разных металлов должны быть сначала проанализированы отдельно. Если первоначальный анализ приводит аналогичные ограничения для всех параметров испытаний, целесообразным может быть объединить результаты.

А3.3.3 Случайный отбор проб, не всегда обеспечивает нормально распределенные результаты. Последовательные выборки в течение всего межремонтного периода имеют больше шансов на выход нормально распределенных результатов.

А3.3.4 Проанализированное количество должно включать все примеры масла, связанные с отказом режимов, при характерной частоте повреждений. Если включено слишком много примеров отказов, распределение может быть расширенным, а рассчитанные пределы могут быть слишком высокими. Кроме того, если отказы режимов недостаточно представлены, распределение может быть узким, и рассчитанные пределы могут быть слишком низкими.

А3.4 Предварительные расчеты пределов сигналов тревоги. Конкретные расчеты и ограничения, используемые в мониторинге состояния программы, создаются совместно с консультационной помощью и руководствующими указаниями от производителя машин и обслуживающей группы. Последующие пункты приводятся только в качестве примера.

А3.4.1 Пользователь должен сначала создать категории для уровней испытания и сигналов тревоги. Как правило, уровень предупреждения или оповещения должен использоваться в качестве первоначального указания на потенциальную проблему, а уровень сигнала тревоги в качестве указания на необходимость принятия немедленных мер по исправлению положения. Может быть использовано и больше уровней, но за счет увеличения сложности ситуации.

А3.4.2 Необходимо построить график данных по результатам испытания масла на гистограммах, отмечая данные, которые соответствуют повреждениям, связанные с маслом. Необходимо убедиться в том, что распределение частот происходит нормально.

А3.4.3 Расчет предварительных ограничений основан на среднем и стандартном отклонении результатов испытаний масла.

А3.4.3.1 Следует рассчитать предел предварительного оповещения (предупреждения) как среднее плюс два стандартных отклонения. Это предполагает результат испытания, для которого значение параметра возрастает со временем. По

результатам тех случаев, когда значение уменьшается с течением времени, пределы будут иметь среднее отклонение минус соответствующее число стандартных отклонений.

А3.4.3.2 Следует рассчитать предел предварительного оповещения, как среднее плюс четыре стандартных отклонений.

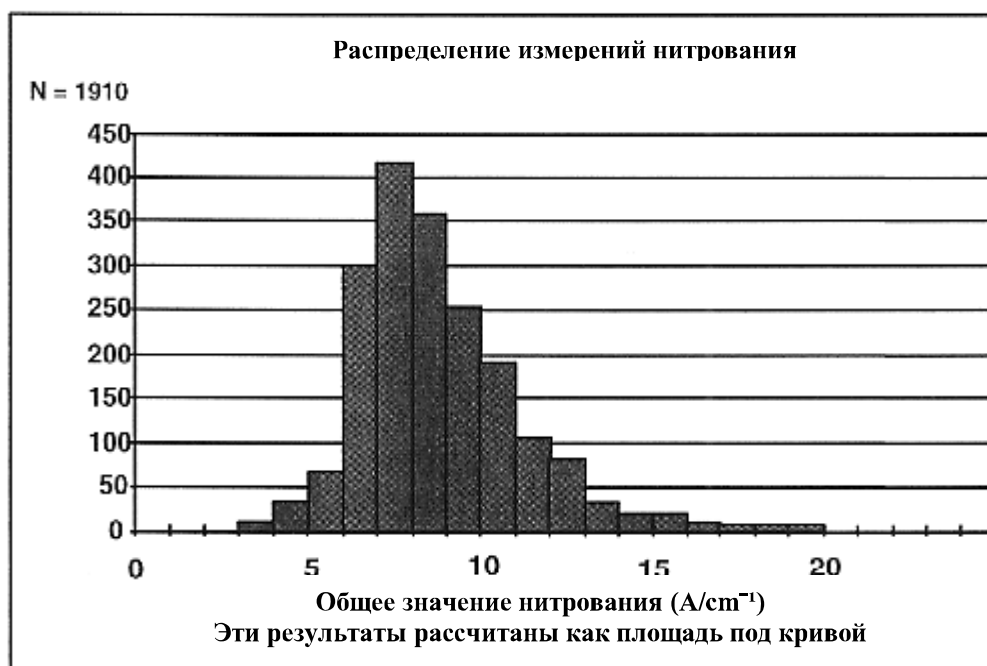


Рисунок А3.1-Распределение измерений нитрования от дизельных моторных масел при объеме ~ 1900

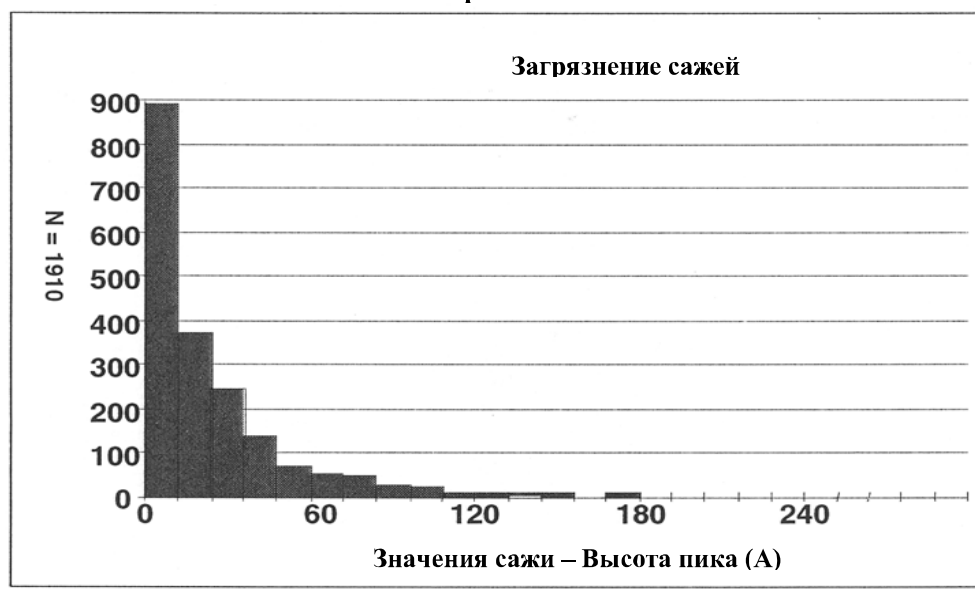


Рисунок А3.2-Распределение измерений для сажи от дизельных двигателей при объеме ~ 1900

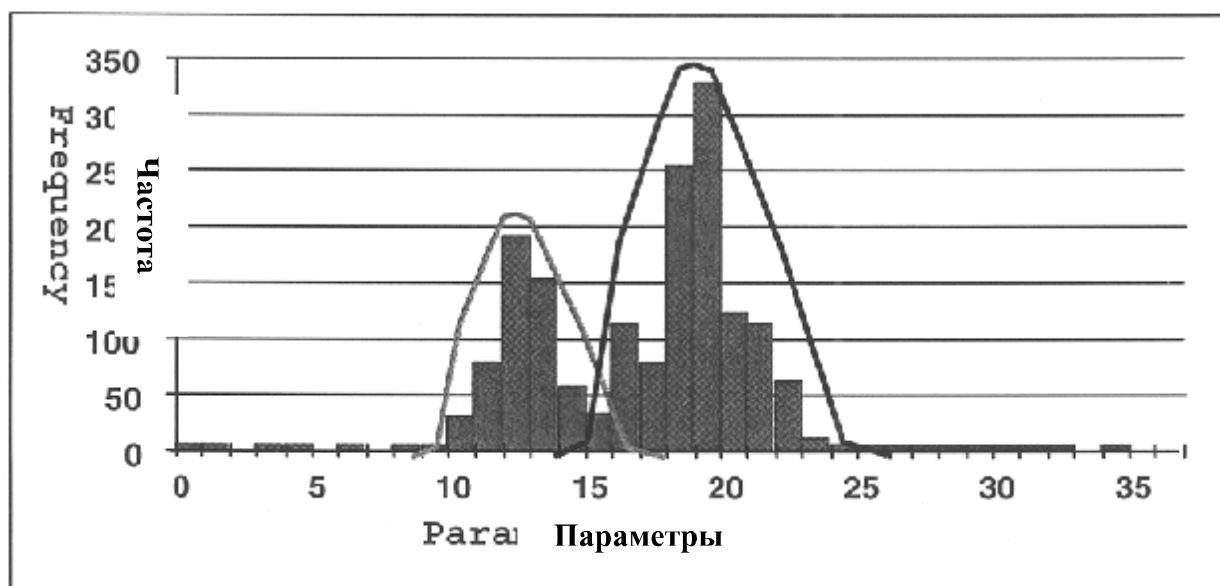


Рисунок А3.3-Пример многовершинного распределения



Рисунок А3.4-Пример широкого, плосковершинного распределения

Приложение X
(информационное)

X1. Краевой эффект в элементах выборки спектросилы жидкостного инфракрасного устройства

X1.1 Когда свет проходит из одного материала в другой, его скорость изменяется в результате изменения коэффициента преломления. Кроме того, если коэффициенты преломления точно совпадают, то количество света, переданного через интерфейс, составляет менее 100%, поскольку происходит некоторое отражение. Если свет проходит через тонкий слой материала, как, например, тонкие полимерные листы, существует два таких интерфейса возникающих там, где может произойти отражение. Результатом этого является то, что свет проходит напрямую и из второй поверхности, а некоторые отражаются обратно на каждой стороне пленки. Кроме того, часть света, отраженного от поверхности второй раз отражается обратно от первой поверхности, а затем перемещается в первоначальном направлении. В результате таких многочисленных внутренних отражений длина траектории от излучения внутри пленки увеличивается, в результате чего проведенный свет претерпевает отставание по фазе от исходного пучка. Это приводит к столкновению (слабому) двух пучков друг с другом. Это столкновение зависит от длины волны и результат заключается в том, что на графике спектр волновых чисел показывает очередное синусоидальное изменение, наложенное на базовую линию.

X1.2 Этот эффект также наблюдается при использовании спектросилы жидкостного инфракрасного устройства, потому что воздушный зазор между двумя кристаллами создает такие же помехи, как и эффект с полимерной пленкой, описанный выше. Этот оптический эффект может быть использован для измерения толщины пустой ячейки, либо из спектральной полосы либо по фазовой задержке, наблюдаемой в интерферограмме (см. Стандартная практика Е 168). В случае использования кристаллов соли, при введении масла в ячейку интерферограмма проявляется гораздо слабее, так как показатель преломления от кристаллов соли относительно близок к показателю преломления масла. Таким образом, интерферограмма практически исчезает из спектра. В случае использования кристаллов ZnSe, при введении масла в ячейку обычно наблюдается значительное проявление интерферограммы, потому что показатель преломления в ZnSe намного больше, чем показатель преломления масла. Если для создания фонового спектра будут использоваться пустая ячейка или ячейка ZnSe с аналогичным кристаллом для сбора выборочного спектра, эти полосы окажутся в спектре поглощения масла. Чтобы избежать этой проблемы можно использовать методы уменьшения изображения полос. Общий метод состоит в том, чтобы найти средний (отстающий по фазе) централизованный выброс в интерферограмме, отмеченный на пустой ячейке, и удалить его с помощью компьютерной обработки. Преобразованный однолучевой спектр потом показывает лишь минимальные полосы. Другие методы основаны на компьютерном подборе и смещении графика постоянного синусоидального изменения в спектре поглощения, при использовании ячейки кристаллов с противоотражающим покрытием или непараллельность кристаллов ячейки ($<0.5^\circ$ разницы) в целях уменьшения краевых эффектов, наблюдаемых в спектре.

Библиография

1. Toms, L. A., and Toms, A. M., Machinery Oil Analysis: Methods, Automation & Benefits, 3rd edition, STLE, 2008. (Томс Л.А., Томс А.М., Анализ машинного масла: Методы, автоматизация и результаты, 3-е издание, STLE, 2008.)
2. Muster, D., "Condition Monitoring and Diagnostics of Machines: An Emerging Transdiscipline Moving Towards Standardization," Condition Monitoring'94, Jones, M., ed., Pineridge Press, 1994, pp. 3-17. (Мустер Д., "Состояние мониторинга и диагностики машин: Новые области знаний на пути к стандартизации," Состояние мониторинга'94, Джонс М., изд., Пинеридж Пресс, 1994, с. 3-17.)
3. Coates, J., and Setti, L., "Infrared Spectroscopy as a Tool for Monitoring Oil Degradation," Aspects of Lubricant Oxidation, ASTM Special Technical Publication 916, ASTM, 1986, pp. 57-78. (Коутс Ж. и Сетти Л., "Инфракрасная спектроскопия как инструмент для мониторинга разложения масла", "Аспекты окисления смазочных материалов", "Публикации специальных технических ASTM 916", ASTM, 1986. с. 57-78.)
4. Garry, M., "Applied Interpretation of FT-IR Oil Analysis Results for Improving Predictive Maintenance Programs," Proceedings of the 1992 Joint Oil Analysis Program International Condition Monitoring Conference, JOAP-TSC, 1992, pp. 233-254. (Гарри М., "Методическое пособие по результатам анализа смазочных масел методом ИК-Фурье спектроскопии для совершенствования программ диагностического обслуживания". Доклады по объединенному программному обеспечению для аналитических исследований смазочного масла Международной конференции мониторинга состояния в 1992 г., JOAP-TSC, 1992, с. 233-254).
5. Powell, J., and Compton, D., "Automated FTIR Spectrometry for Monitoring Hydrocarbon-Based Engine Oils," Lubrication Engineering, 49, 3, March 1993, pp. 233-239. (Пауэлл Ж., Комптон Д., "Автоматизированная ИК-Фурье спектроскопия для мониторинга углеводородов на основе моторных масел", Инженерная проработка введения смазки, 49, 3, март 1993, с. 233-239).
6. Toms, A., and Powell, J., "Molecular Analysis of Lubricants by FT-IR Spectrometry," P/PM Technology, 10, 4, August 1997, pp. 58-64. (Томс А., Пауэлл, Дж., "Молекулярный анализ масел на ИК-Фурье спектроскопии", P/PM технологии, 10, 4 августа 1997, с. 58-64).
7. Lukas, M., and Anderson, D., "Laboratory Used Oil Analysis Methods," CRC/STLE (Лукас М., Андерсон, Д., "Лабораторное исследование методов анализа смазочных масел", CRC/STLE Справочник данных по трибологии/ Под ред., Е. Бузера, CRC Press, 1997).

УДК 622.053.6-034(083)

МКС 75.100

Ключевые слова: Комплекс присадок; базовые ухудшения; мониторинг состояния; загрязнение; инфракрасная спектрофотометрия с преобразованием Фурье; ПФ-ИК; топливо; гликоль; инфракрасное; ИК; смазочное масло; нитрование; окисление; смазочный материал для сверхвысоких давлений на основе нефти; нефтяные смазочные материалы; полиолэфир синтетических смазочных материалов; сажа; сульфаты; анализ тенденций; вода.